

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR – ANNABA



جامعة باجي مختار – عنابة

FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR

Année 2011

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

## MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de :

**MAGISTER**

Etude de la dégradation thermique de polymères soudables :  
Cas des réseaux de distribution de gaz naturel.

Option : ENERGETIQUE

Par

Zaidi Latifa

DIRECTEUR DE MEMOIRE Mr K. Chaoui

Pr Université d'Annaba

DEVANT LE JURY

PRESIDENT : Mr A. Djemili

Dr Université d'Annaba

EXAMINATEURS : Mr H. Hamadache

Dr Université d'Annaba

Mr R. Khelif

Dr Université d'Annaba

*Je dédie cette thèse*  
*À notre source d'amour ma mère Mariem*  
*À mon père Nour Eddine*  
*À mon mari Mohamed*  
*À mon petit cœur Fatima Ezzahraa*  
*À mes sœurs :*  
*Lamia Soumaia Salima Radja Basma*  
*et mes frères : Okba et Tarek*  
*À ma petite famille*  
*et ma grande famille*  
*Ainsi toute mes amies*

## Remerciements

*J'aimerais tout d'abord adresser toute ma reconnaissance à Monsieur Kamel Chaoui Professeur à l'Université d'Annaba, mon Directeur de mémoire, pour m'avoir encadré lors de ce travail avec beaucoup d'enthousiasme et de patience, malgré que Monsieur Kamel Chaoui ait eu lourdes charges à accomplir. Je tiens à le remercier vivement, encore une fois Pour l'aide et les nombreux conseils et encouragements qu'il m'a toujours prodigués, pour m'avoir fait bénéficier de sa rigueur scientifique, de ses critiques objectives et de ses conseils avisés.*

*Je tiens à remercier les membres du jury qui m'ont fait l'honneur de participer à l'examen de ce travail:*

*J'exprime ma sincère reconnaissance à Monsieur **A. Djemili** Docteur à l'Université d'Annaba, pour avoir accepté de juger ce travail en tant que président du jury.*

*Je remercie respectueusement Monsieur **H. Hamadache**, Docteur à l'Université d'Annaba, pour leur participation à ce jury. Et je tiens à remercier vivement Monsieur **R. Khelif** Docteur à l'Université d'Annaba, pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire partie du jury de soutenance.*

## Sommaire

### Résumé

### Liste des tableaux et figures

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Chapitre 1 : Introduction aux polymères</b>	
1.1. Généralité sur les polymères.....	4
1.1.1. Structure physique.....	5
1.1.2. Propriétés physiques.....	5
1.1.2.1. L'état cristallin et amorphe.....	5
1.1.2.2. Changement d'état des polymères.....	7
1.1.3. Propriétés mécaniques.....	8
1.1.3.1. Facteurs influent.....	8
1.1.4. Le vieillissement des matériaux polymères.....	10
1.1.4.1. Le vieillissement physique.....	10
1.1.4.2. Le vieillissement chimique.....	11
1.2. Le Polyéthylène.....	11
1.2.1. Définition d'un polyéthylène.....	11
1.2.2. Les caractéristiques thermiques du PE.....	13
1.3. Les critères de choix pour l'emploi du polyéthylène dans les réseaux de distribution gaz.....	13
1.3.1. Les concepts matériels.....	14
1.3.1.1. Structure fondamentale de la résine.....	14
1.3.1.2. Fabrication des tubes et raccords.....	17
1.3.1.3. Caractéristique mécanique des tubes et raccords.....	17
1.3.2. Les concepts «mise en œuvre».....	18
1.4. Conclusion.....	18
 <b>Chapitre 2 : Soudage des thermoplastiques</b>	
2.1. Éléments de base sur le soudage.....	20
2.1.1. Éléments de physique (Phénomènes d'interface).....	20
2.1.2. Caractérisation d'une soudure.....	22
2.2. Paramètres de soudage.....	23
2.2.1. Définitions.....	23
2.2.2. Optimisation des paramètres.....	24
2.3. Procédés de soudage.....	28
2.3.1. Techniques de soudage.....	28
2.3.2. Procédé de soudage par transfert thermique.....	29
2.3.2.1. Le procédé de soudage par électrofusion.....	29
2.3.2.2. Soudage bout à bout (Soudure par plaque ou lames chauffantes).....	37
2.4. Conclusion.....	41
 <b>Chapitre 3 : Dégradation thermique</b>	
3.1. Identification des phénomènes.....	43
3.1.1. L'analyse thermogravimétrie.....	43

3.1.2. Calorimétrie différentielle à balayage.....	44
3.1.2.1. Description de la technique.....	44
3.1.2.2. Température de fusion, enthalpie de fusion et taux de cristallinité.....	45
3.1.2.3. Principe du Calorimètre Différentiel.....	46
3.2. Effets et mécanismes de la dégradation thermique.....	47
3.2.1. Effets de la dégradation thermique.....	47
3.3. La dégradation thermique du polyéthylène haute densité.....	51
3.4. Conclusion.....	54
<b>Chapitre 4 : Modélisation du phénomène thermique du procédé de soudage bout à bout</b>	
4.1. Les mécanismes de chauffage du tube.....	56
4.1.1. Les transferts thermiques.....	56
4.2. Ecriture du bilan.....	59
4.3. Difficultés de la modélisation réelle.....	59
4.4. Les hypothèses.....	60
4.5. Les conditions aux limites.....	60
4.6. Etude des paramètres thermiques.....	61
4.6.1. Propriétés thermo-physiques de matériaux à changement de phase.....	61
4.7. La source de chaleur.....	63
4.7.1. Cinétique de fusion.....	63
4.7.1.1. Implémentation de la cinétique de fusion dans le modèle.....	64
4.7.2. Cinétique de dégradation.....	67
4.7.2.1. Implémentation de la cinétique de dégradation dans le modèle.....	68
4.8. Conclusion.....	70
<b>Chapitre 5 : simulation numérique</b>	
5.1. Difficultés de la simulation numérique.....	72
5.2. Discrétisation.....	73
5.2.1. Discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis.....	73
5.2.2. Discrétisation temporelle.....	76
5.3. Le choc thermique.....	78
5.4. Environnement de simulation.....	79
5.4.1. Procédure de résolution d'un problème avec CASTEM.....	79
5.5. Géométrie et types de conditions aux limites utilisés pour la simulation.....	82
5.5.1. La géométrie.....	82
5.5.2. Effet du raffinement du maillage.....	83
5.5.3. Les conditions aux limites thermiques de simulation spécificités des phases d'égalisation et de chauffage.....	84
5.6. Détermination les paramètres des conditions aux limites.....	87
5.6.1. Les paramètres des conditions aux limites en maillage raffiné.....	87
5.6.2. Calcul le taux de changement de phase par simulation.....	95
5.7. Résultats thermiques.....	96
5.7.1. Evolution de la température.....	97
5.8. Conclusion.....	109
<b>Conclusion générale</b> .....	111
<b>Références bibliographiques</b> .....	114

**Liste des figures****Chapitre 1 : Introduction aux polymères**

**Figure 1.1 :** Quelques exemples de structures : (a) Amorphe isotrope, (b) Amorphe orientée, (c) Cristalline, (d) Semi-cristalline

**Figure 1.2 :** (1) vitrification lente: il s'établit, à la différence de (2), un ordre local que la montée en température brisera. On observe alors en D.S.C. un pic analogue à un pic de fusion.

**Figure 1.3 :** les pics de vitrification  $T_g$ , de cristallisation  $T_c$  et de fusion  $T_m$  en D.S.C

**Figure 1.4 :** courbe contrainte-déformation d'un polymère à température variable

**Figure 1.5 :** Influence de la température sur la rigidité : cas Polymère semi-cristallin

**Figure 1.6 :** Variation du module de cisaillement en fonction de la température pour un polymère amorphe.

**Figure 1.7 :** dessin de squelette du polyéthylène

**Figure 1.8 :** exemple du polyéthylène linéaire, ou PEHD et polyéthylène ramifié, ou PEBD

**Chapitre 2 : Soudage des thermoplastiques**

**Figure 2.1 :** Profil de température et épaisseur de la masse fondue à l'échauffement

**Figure 2.2 :** Reptation des chaînes macromoléculaires

**Figure 2.3 :** Adhésion par interdiffusion moléculaire

**Figure 2.4 :** Épaisseur de la zone de soudage

**Figure 2.5 :** Faciès de rupture

**Figure 2.6 :** Mode de travail d'une soudure

**Figure 2.7 :** Résistance à la traction d'assemblage soudé en fonction de la température  $T_H$  du miroir (d'après Ponte et Kreiter)

**Figure 2.8 :** Zone de chauffage

**Figure 2.9 :** Résistance à la traction d'assemblage soudé en fonction de l'épaisseur de matière fondue/épaisseur de paroi ( $L_0/d$ )

**Figure 2.10 :** Essai de soudage avec un temps de chauffage  $t_1$

**Figure 2.11 :** Résistance à la traction d'un assemblage soudé en fonction du rapport de la course  $S_F$  à l'épaisseur de matière fondue  $L_0$

**Figure 2.12 :** Détermination de la pression de soudage en fonction de la course

**Figure 2.13 :** Techniques de soudage

**Figure 2.14 :** croquis schématique d'un coupleur EF avec deux zones de fusion reliés électriquement.

**Figure 2.15 :** représentation de la zone fondue dans la procédure électrofusion

**Figure 2.16 :** machine de soudage pour le soudage par électrofusion

**Figure 2.17 :** Les étapes principales du soudage par électrofusion

**Figure 2.18 :** a) grattage mécanique, b) grattage manuel

**Figure 2.19 :** différents types de positionneurs

**Figure 2.20 :** crayon optique pour paramétrer le temps de soudage

**Figure 2.21 :** principe de soudage par miroir

**Figure 2.22 :** Schéma de la formation du bourrelet au contact du miroir chauffant

**Figure 2.23 :** Les étapes du soudage bout à bout

**Figure 2.24 :** Diagramme temps – pression – température

**Figure 2.25 :** Positionnement des thermocouples dans les tubes : a) perçage des trous, b) mise en place des thermocouples, c) position des thermocouples après soudage

**Figure 2.26 :** a) Quelques points de mesures de température dans le tube ; b) Implantation des thermocouples au centre de la paroi du tube (vue en coupe)

### Chapitre 3 : Dégradation thermique

**Figure 3.1 :** courbe DTG et TGA du polyéthylène haute densité

**Figure 3.2 :** Courbe DSC d'un polymère semi-cristallin.  $T_g$ : température de transition vitreuse,  $T_{\text{cryst}}$  : température de cristallisation,  $T_{\text{melt}}$ : température de fusion,  $\Delta H_{\text{cryst}}$ : enthalpie de cristallisation,  $\Delta H_{\text{melt}}$  : enthalpie de fusion,  $\Delta H_{\text{decomp}}$ : chaleur de dégradation

**Figure 3.3 :** (a) Schéma de la cellule DSC/MSDC. (b) Mesure du flux de chaleur (TA Instruments).

**Figure 3.4 :** Mécanisme de dégradation du polyéthylène

**Figure 3.5 :** courbes. (a) TG/ (b) DTG du HDPE en différents taux de chauffages

### Chapitre 4 : Modélisation

**Figure 4.1 :** model de chauffage des tubes lors du soudage bout à bout

**Figure 4.2 :** Rayonnement du miroir chauffant vers le tube (vue en coupe)

**Figure 4.3 :** (a) ; relation entre la température et la conductivité thermique  
(b) ; relation entre la température et la chaleur spécifique  
(c) ; relation entre la température et la masse volumique

**Figure 4.4 :** Evolution du taux de transformation lors de la fusion,  $\alpha_f$ , en fonction de la température à différentes vitesses de chauffage

**Figure 4.5 :** 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

**Figure 4.6 :** Evolution du taux de transformation  $\alpha_L$  en fonction de la température à différentes vitesses de chauffage. Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs du modèle de fusion

**Figure 4.7 :** Énergies d'activation de la décomposition thermique calculée par DATA TGA (PEHD)

### Chapitre 5 : simulation numérique

**Figure 5.1 :** élément de référence et transformation géométrique

**Figure 5.2 :** oscillations de la température due au phénomène de choc thermique

**Figure 5.3 :** organigramme de résolution du problème par le code CASTEM

**Figure 5.4 :** Algorithme de résolution thermique par un schéma d'intégration de Crank-Nicolson

**Figure 5.5 :** Géométrie utilisée pour la simulation (vue en perspective d'une partie du tube)

**Figure 5.6 :** Géométrie utilisée pour la simulation (vue en 3D)

**Figure 5.7 :** Maillage du tube. Celui-ci est affiné dans la zone proche du miroir chauffant ainsi que sur les contours du tube

**Figure 5.8 :** a) maillage sans raffinement b) maillage avec raffinement

**Figure 5.9 :** Méthode I, maillage du système (plaque chauffante + tube)

- Figure 5.10** : Méthode II, l'acier est remplacé par un flux de convection
- Figure 5.11** : Evolution de la température à l'interface miroir/tube mesurée lors des phases d'égalisation (0 à 22s) et de chauffage (23 à 197s)
- Figure 5.12** : 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
- Figure 5.13** : Représentation des zones de surface définies sur les parois du tube permettant de fixer les conditions thermiques sur le tube
- Figure 5.14** : Evolution de la température en surface du tube calculé par simulation et à 1mm de la Surface mesuré des phases d'égalisation et de chauffage avec et sans raffinement
- Figure 5.15** : a) Evolution de la température au centre de la paroi du tube calculé avec raffinement  
b) Evolution de la température au centre de la paroi du tube calculé sans raffinement
- Figure 5.16** : Evolution de la température à l'interface miroir/tube mesuré et calculé avec une température de miroir de  $220\text{C}^\circ$  et des coefficients d'échange de  $150,400$  et  $800 \text{ W/m}^2 \text{ C}^\circ$ , en phases d'égalisation et de chauffage
- Figure 5.17** : Evolution de la température en surface du tube calculé par simulation et à 1mm de la Surface mesuré des phases d'égalisation et de chauffage en maillage raffinement et coefficients d'échange inférieur à  $20 \text{ W/m}^2 \text{ C}^\circ$
- Figure 5.18** : Position en fin de chauffage des thermocouples placés initialement à 1mm du plan de soudage au centre de la paroi et à 1mm sous la surface du tube
- Figure 5.19** : Evolution du taux de phase liquide au cours de la fusion de la matière à température constante ( $130 \text{ }^\circ\text{C}$ ) simulé par CASTEM
- Figure 5.20** : Méthode de validation du modèle
- Figure 5.21** : Evolution de la température au centre du tube calculé par simulation des phases d'égalisation et de chauffage avec flux imposé coté A10A15 et D10D15
- Figure 5.22** : 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 1mm par rapport au miroir
- Figure 5.23** : 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 1mm par rapport au miroir. Les mesures réalisées à une distance initiale de 1mm sont également Représentées
- Figure 5.24** : 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 3mm par rapport au miroir.
- Figure 5.25** : 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 4mm par rapport au miroir.
- Figure 5.26** : 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 5mm par rapport au miroir.
- Figure 5.27** : 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 10mm par rapport au miroir.

- Figure 5.28** : 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 15mm par rapport au miroir.
- Figure 5.29** : Evolution du champ de température au cours des étapes d'égalisation (durée = 22s) et de chauffage (durée = 175s)
- Figure 5.30** : Evolution de la température en fonction de la distance à la plaque chauffante  
Aux différents instants

## Liste des tableaux

### Chapitre 1 : Introduction aux polymères

**Tableau 1.1** : zone de changement d'état

**Tableau 1.2** : Caractéristique essentielle des PEBD et PEHD

### Chapitre 2 : Soudage des thermoplastiques

**Tableau 2.1** : température de fusion ou de transition vitreuse de quelques matières plastiques

**Tableau 2.2** : illustration le cycle de soudage par électrofusion

### Chapitre 3 : Dégradation thermique

**Tableau 3.1** : Exemple de techniques d'analyse thermique

**Tableau 3.2** : Energies de quelques liaisons chimiques

**Tableau 3.3** : densités d'énergies cohésives de quelques polymères

**Tableau 3.4** : les paramètres importants sur la décomposition thermique de certains polymères

**Tableau 3.5** : La composition chimique du PEHD

**Tableau 3.6** : Température de dégradation du PEHD

### Chapitre 4 : Modélisation

**Tableau 4.1** : paramètres de cinétique de dégradation du PEHD en chaque plage de température

### Chapitre 5 : simulation numérique

**Tableau 5.1** : calcul en maillage non raffiné

**Tableau 5.2** : calcul en maillage raffiné et coefficient d'échange supérieur à  $20\text{W/m}^2\text{C}^\circ$

**Tableau 5.3** : calcul en maillage raffiné et coefficient d'échange inférieur à  $20\text{W/m}^2\text{C}^\circ$

## Introduction générale

La disponibilité et l'accroissement de volumes considérables de gaz naturel, a amené les sociétés de distribution algériennes vers l'afin des années 50, à reconsidérer leur choix quant à la nature des matériaux utilisés pour la conception de leurs réseaux.

Les premières conversions aux matières plastiques furent la substitution de l'acier par le polychlorure de vinyle (pvc) par ailleurs, les expériences menées en montré vers l'afin des années 60, que le polyéthylène était le plus déformable des polymères thermoplastiques, et qu'il réunissait les propriétés essentielles requise pour la conception des conduites destinées à la distribution du gaz naturel.

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.

Le caractère important de soudage par fusion étant la multidisciplinaire qui implique des domaines très variés telles la chimie (macromoléculaire, dégradation...), la rhéologie ou encore la mécanique ce qui complique considérablement l'étude, A cause de la complexité du système, les modélisations numériques ne sont envisageables que si elles reposent sur des hypothèses simplificatrices.

Lorsqu'on a soudé un polymère à une température élevée, il subit des phénomènes de dégradation thermique. Cette dégradation est un **vieillissement chimique** qui s'accompagne de modifications structurales irréversibles du réseau macromoléculaire. Nous devons savoir d'abord le modèle numérique sur chaque état du matériau ; le premier modèle concernant la cinétique de fusion et le deuxième concernant la cinétique de décomposition.

Notre étude s'inscrit dans le groupe d'étude portant sur la prédiction et l'amélioration de la durée de vie des pièces soudées. Ainsi, et à la lumière de ce qui précède, Ce présent manuscrit vise à atteindre trois buts principaux :

- le premier but quant à la dégradation thermique est d'étudier et mettre en évidence la structure du tube à des températures très élevés.
- le deuxième but est de pouvoir simuler le procédé de soudage des pièces thermoplastiques (phases égalisation et chauffage)

- enfin, le dernier but est d'améliorer l'utilisation d'un code de calcul qui est adaptable pour plusieurs domaines physiques comme CASTEM

Dans ces buts, cette mémoire de thèse se compose de cinq chapitres :

La première partie de ce document (les deux premiers chapitres) est consacrée à un état des connaissances sur les polymères suivi par les critères de choix du polyéthylène pour son emploi dans les réseaux de distribution gaz en Algérie et terminer par un état de l'art sur le soudage des thermoplastiques qui présente des généralités sur une variété des techniques et méthodes

Utilisées pour le soudage du ce type des polymères.

La seconde partie est portée au chapitre de la dégradation thermique du polymère. Les paramètres cinétiques de la dégradation ont été déterminés par les techniques d'analyses gravimétriques. Nous suivrons également l'évolution du taux de perte de masse au cours du vieillissement thermique.

La troisième partie nous présentons l'essentiel de nos travaux (quatrième et cinquième chapitres), vise alors à établir un modèle thermique en régime transitoire permettant de représenter les processus de fusion et de dégradation thermique. On réalise ensuite une simulation numérique du procédé de soudage au cours des phases de l'égalisation et de chauffage, à partir de laquelle on détermine les évolutions de températures en chaque point et chaque instant.

## Introduction

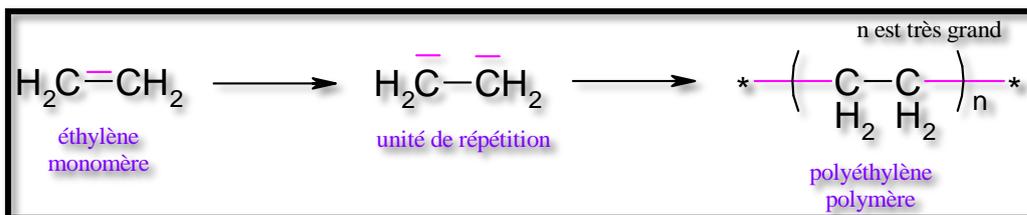
Dans ce chapitre, nous rappelons d'abord la définition du polymère, ses structures et ses propriétés physiques et mécaniques suivies par différents mécanismes de vieillissement qu'il peut subir une fois de sa mise en œuvre. Nous terminerons par la présentation du polyéthylène et ses critères de choix pour l'emploi dans les réseaux de distribution gaz en Algérie.

### 1.1 Généralité sur les polymères

Par rapport aux autres matériaux tels que les céramiques, les métaux, ... Les polymères sont dans l'ensemble relativement récents. Ils n'ont été pratiquement développés industriellement qu'à partir de la deuxième moitié du vingtième siècle. Il existe donc pour ces produits des potentialités de progrès importantes.

Les polymères (ou macromolécules pour les chimistes) sont une répétition de motif (ou unité) constitutif (M) où  $M = -CH_2-$  par exemple. Le degré de polymérisation (n) correspond au nombre de fois que le motif est répété:  $(M)_n$ . La longueur caractéristique d'une chaîne est d'environ 1 micron.

Exemple :



Il existe des polymères souples (ex: polyéthylène PE) tout comme des polymères rigides (ex: polyparaphénylène PpP).

Le squelette du polymère est stabilisé par des liaisons chimiques covalentes, il ne se dissout donc pas en solution. La cohésion entre macromolécules est assurée par liaisons physiques (Van der Waals ou hydrogènes), lesquelles se rompent si on chauffe. Chaque extrémité de chaîne comporte un défaut, et donc un site de dégradation possible. C'est ce qui empêche l'existence de monocristaux [1].

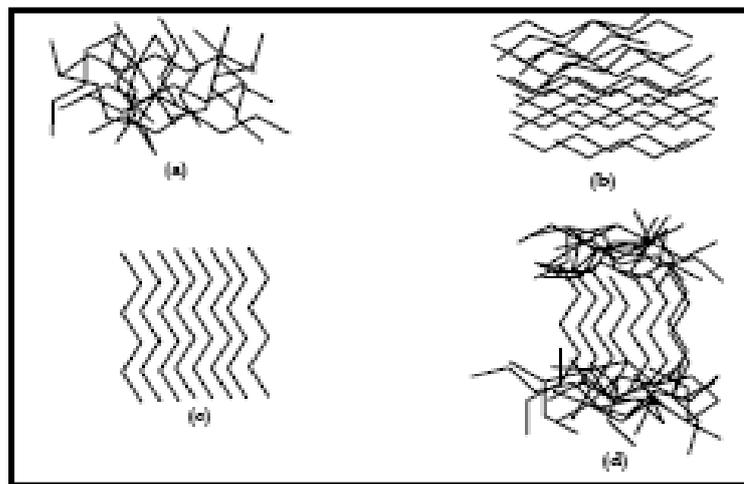
Lorsque tous les motifs sont identiques, on a affaire à un homopolymère. Lorsque l'on associe plusieurs types de motifs, on est en présence d'un copolymère.

En raison de leurs longues chaînes moléculaires les polymères sont des matériaux au comportement très complexe. Leurs propriétés sont directement dépendantes de leurs conditions de mise en œuvre, c'est-à-dire de leur histoire thermo-mécanique. D'autres événements peuvent également influencer les propriétés du matériau au cours de son utilisation, tout spécialement s'il est soumis à de hautes températures (pour certains polymères, la température ambiante peut déjà être considérée comme une haute température).

### 1.1.1. Structure physique

Pour comprendre les propriétés d'un polymère, il faut aussi ajouter une description de la structure physique, c'est à dire l'organisation spatiale de l'ensemble des molécules. (Figure 1.1) présente les différentes structures que peuvent avoir les polymères. On distingue quatre états :

- l'état amorphe : les arrangements moléculaires n'ont pas d'ordre prédéfini.
- l'état amorphe orienté : les arrangements moléculaires sont tous orientés vers la même direction.
- l'état cristallin : caractérisé par un arrangement organisé des molécules.
- l'état semi cristallin : associe à la fois un arrangement organisé et des zones amorphes situées la plupart du temps en bout de chaînes moléculaires.



**Figure 1. 1 - Quelques exemples de structures : (a) Amorphe isotrope, (b) Amorphe orientée, (c) Cristalline, (d) Semi-cristalline**

Les propriétés physiques (qui mesurent le comportement des matériaux soumis à l'action de la température, des champs électriques ou magnétiques, ou de la lumière), chimiques (qui caractérisent le comportement des matériaux soumis à un environnement plus ou moins agressif) et mécaniques (qui reflètent le comportement des matériaux déformés par des systèmes de forces) des espèces moléculaires varient progressivement du monomère au polymère. Elles varient peu avec le degré de polymérisation lorsque celui-ci est élevé.

### 1.1.2. Propriétés physiques

#### 1.1.2.1. L'état cristallin et amorphe

##### *L'état amorphe :*

A l'état amorphe, une chaîne se replie / déploie dans l'espace pour adopter une configuration de pelote dans laquelle on ne distingue aucun ordre. Les pelotes correspondent à des chaînes

voisines étroitement imbriquées et enchevêtrées. L'absence d'ordre confère au polymère une structure de liquide « figé » dont les principales caractéristiques sont les suivantes :

- Pas de point de fusion  $T_F$ .
- Existence d'un point de transition vitreuse  $T_G$  marquant le passage de l'état liquide caoutchoutique à l'état vitreux.
- Transparence dans le visible. Le polystyrène « cristal » ou le poly (chlorure de vinyle) « cristal » sont transparents car ils ont une structure amorphe.

### ***L'état cristallin :***

L'état cristallin se caractérise par l'existence d'un ordre à grande distance. Les chaînes ayant adopté une conformation régulière en zigzag plan ou en hélice s'empaquettent de façon ordonnée et compacte. On peut alors définir une maille cristalline qui se répète de façon périodique dans les trois directions de l'espace. Les principales caractéristiques de l'état cristallin sont les suivantes :

- Compacité supérieure à celle de la phase amorphe, les masses volumiques  $\rho_C$  (cristalline) et  $\rho_A$  (amorphe) sont telles que généralement  $1,0 < \rho_C / \rho_A \leq 1,15$ .
- Existence d'un point de fusion  $T_F$ , absence de transition vitreuse.
- Indice de réfraction supérieur à celui de la phase amorphe ( $n_c > n_a$ ).
- Imperméabilité totale à la plupart des gaz et vapeurs ou liquides.
- Rigidité supérieure à celle de la phase amorphe.

A partir de l'analyse de ces deux états, on peut en déduire le comportement du polymère à la température ambiante. Ce comportement, permet de classer généralement les polymères en différentes catégories.

Les polymères linéaires possèdent une certaine cohésion grâce à des liaisons physiques. Il existe donc pour eux des solvants. En les chauffant, on passe par une étape plastique, puis liquide (liaisons physiques rompues). Ce sont des thermoplastiques. Les thermoplastes solides sont soit semi cristallins (polyéthylène, polypropylène, polyamide,...), soit amorphes (polystyrène, polychlorure de vinyle, poly (méthacrylate de méthyle), ...) et sont fusibles à haute température. Les thermoplastiques sont en général recyclables et facile à mettre en œuvre sous forme liquide.

Les polymères en réseau ont leur cohésion due à des liaisons chimiques. Il n'existe donc pour eux ni solvant, ni phase fondue. Si on les chauffe, les quelques ramifications du réseau pendantes s'accrochent. Ce sont des thermodurcissables. Ils ne fondent pas mais se décomposent à température élevée. Les thermodurcissables sont des matériaux rigides, cassants et résistants à la température . Les thermodurcissables ne sont pas recyclables et leur mise en œuvre automatisée est plus complexe. Par contre, ils peuvent servir de matériaux structuraux.

### 1.2.2.2. Changement d'état des polymères

On travaille souvent dans la zone de température des changements d'état, et on utilise les propriétés des polymères dans cette zone (Tableau 1.1). Tous les matériaux ont des températures caractéristiques qui sont la température de fusion et la température de transition vitreuse. On définit le point de fusion comme la température à laquelle fondent les derniers cristaux. La température de fusion dépend du taux de cristallinité du polymère, de sa masse molaire et principalement du passé thermique du matériau [2].

Azote liquide			200°C		400°C
< - - - Polymères habituels - - - >			<-Polymères thermostables->		
Silicones	PE, polystyrène	Polyépoxy	Polycarbonates	Polyimides	

Tableau 1.1 - zone de changement d'état

#### *Polymères amorphes :*

Les polymères amorphes sont formés de macromolécules ayant des conformations désordonnées. Aux plus basses températures, un tel polymère se comporte comme un verre (dur et cassant) et aux températures les plus élevées comme un caoutchouc car les chaînes peuvent alors glisser facilement. La transition réversible entre les deux états se fait à une température  $T_G$  dite de transition vitreuse pour la connaître on utilise le plus souvent la D.S.C. (ou A.E.D. : Analyse Enthalpique Différentielle): on ne 'voit' en D.S.C. que les transitions des phases amorphes mobiles (Figure 1.2).

Il existe des polymères totalement amorphes n'ayant pas de pic de  $T_g$ : ils sont donc composés de phases amorphes liquides.

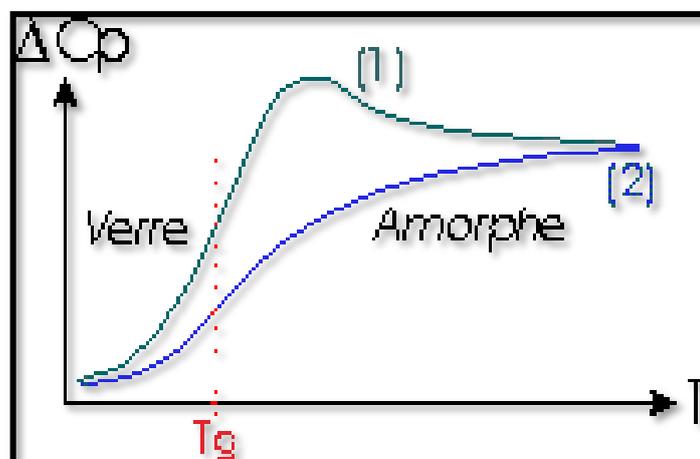
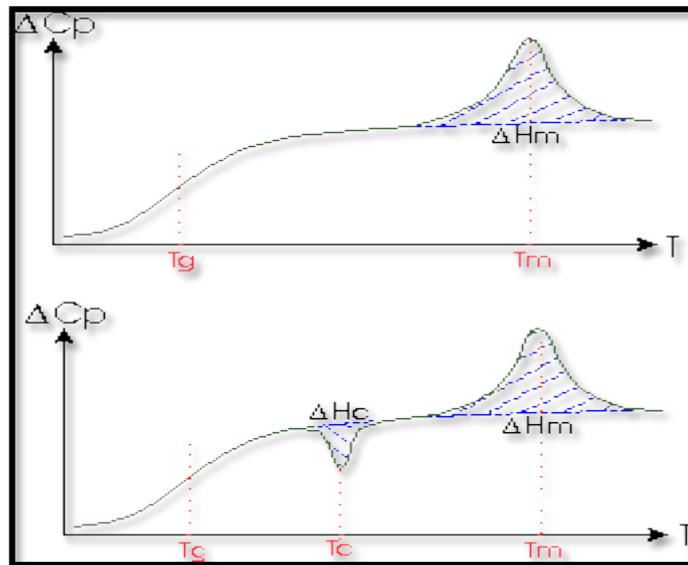


Figure 1.2- (1) vitrification lente: il s'établi, à la différence de (2), un ordre local que la montée en température brisera. On observe alors en D.S.C. un pic analogue à un pic de fusion.

**Polymères semi-cristallins :**

Le phénomène désigné en Polymères amorphes est également observé pour les polymères cristallins qui, par leurs zones amorphes, sont fragiles au-dessous de  $T_g$  mais se déforment plus facilement au-dessus. Ce phénomène influence voire détermine la résistance mécanique et la forme de rupture d'un polymère. Ils ont toujours un certain pourcentage de phases amorphes, et donc montrent un pic de  $T_g$  en D.S.C. La phase cristalline elle montre un pic de cristallisation (à  $T_c$ ) ou/et un pic de fusion (à  $T_m$ ). Couramment:  $T_g(K)=T_m(K) /1,5$ . On observera donc une de ces deux courbes de (Figure 1.3).



**Figure 1.3 - les pics de vitrification  $T_g$ , de cristallisation  $T_c$  et de fusion  $T_m$  en D.S.C**

Les polymères présentent une grande instabilité thermique. Une élévation modérée de la température entraîne la rupture d'un nombre important de liaisons et donc une diminution des propriétés mécaniques.

### 1.1.3 Propriétés mécaniques

#### 1.1.3.1. Facteurs influent

Les paramètres importants quant aux propriétés mécaniques des polymères peuvent être liés au polymère mais aussi aux conditions de mise en œuvre et aux conditions de sollicitation (sens, vitesse) ou d'environnement (température, pression, milieu environnant).

De toute évidence tous ces paramètres ne sont pas tous indépendants puisque, dans une certaine mesure, la nature des chaînes conditionne leur organisation et leur comportement.

#### *L'effet de la température sur le comportement mécanique du polymère :*

A basse température, la plupart des polymères présentent un état vitreux : ils sont rigides. Lorsque la température augmente, ils passent par un état de transition : pour une plage de

températures spécifique du polymère, les chaînes macromoléculaires glissent les une par rapport aux autres et le polymère se ramollit. A une température plus élevée, le polymère passe par un plateau caoutchouteux : son comportement est viscoélastique. À cet état, les forces de Vander Waals et la réticulation entre chaînes servent de force de rappel lorsque l'on déforme le matériau (élasticité). enfin lorsque l'on élève la température de polymères peu réticulés, on peut assister à une phase d'écoulement visqueux, correspondant au dés-enchevêtrement des chaînes (Figure 1.4).

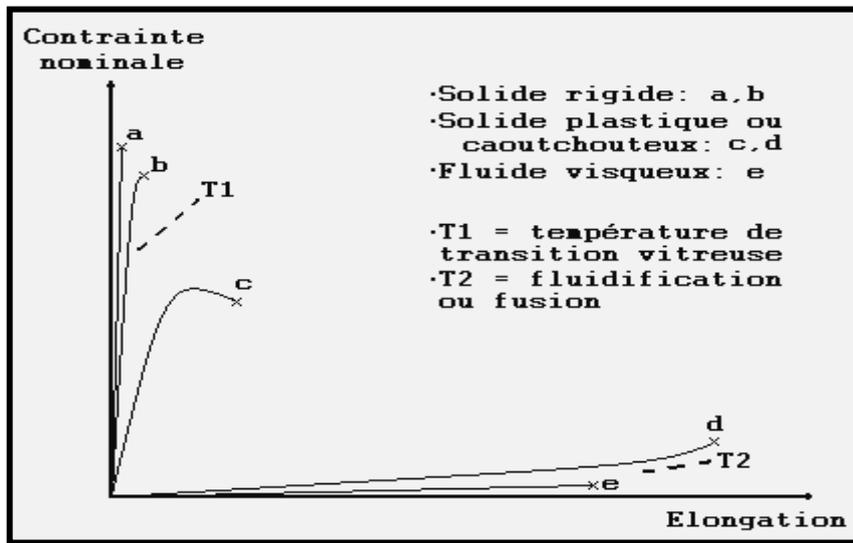


Figure 1.4 - courbe contrainte-déformation d'un polymère à température variable

Le comportement des polymères dépend fortement de la température. différentes constantes représentatives du comportement mécanique, telles que le module de Young (E) et le module de cisaillement (G) présentent une forte variation avec la température (Figures 1.5 et 1.6) [3].

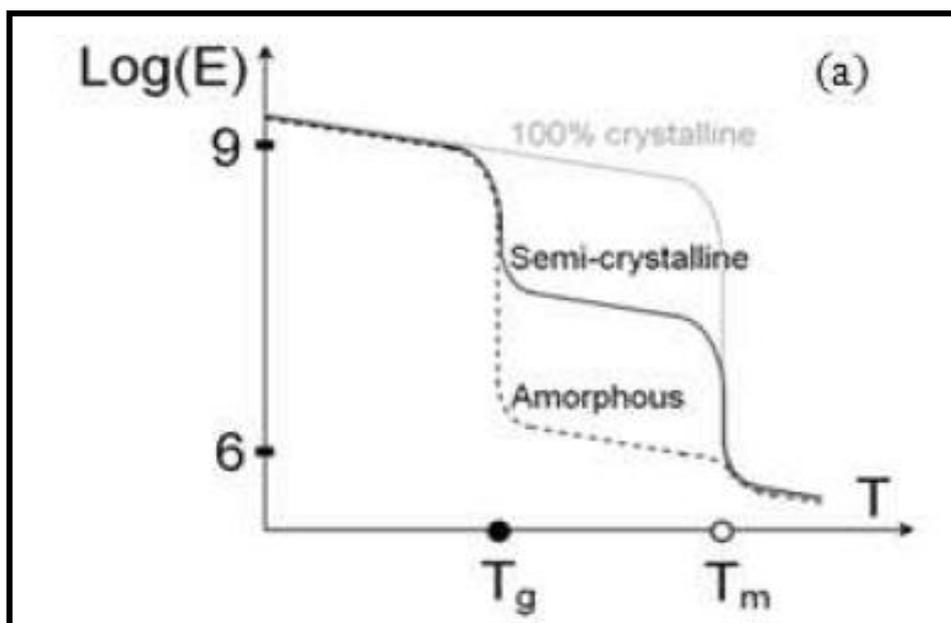
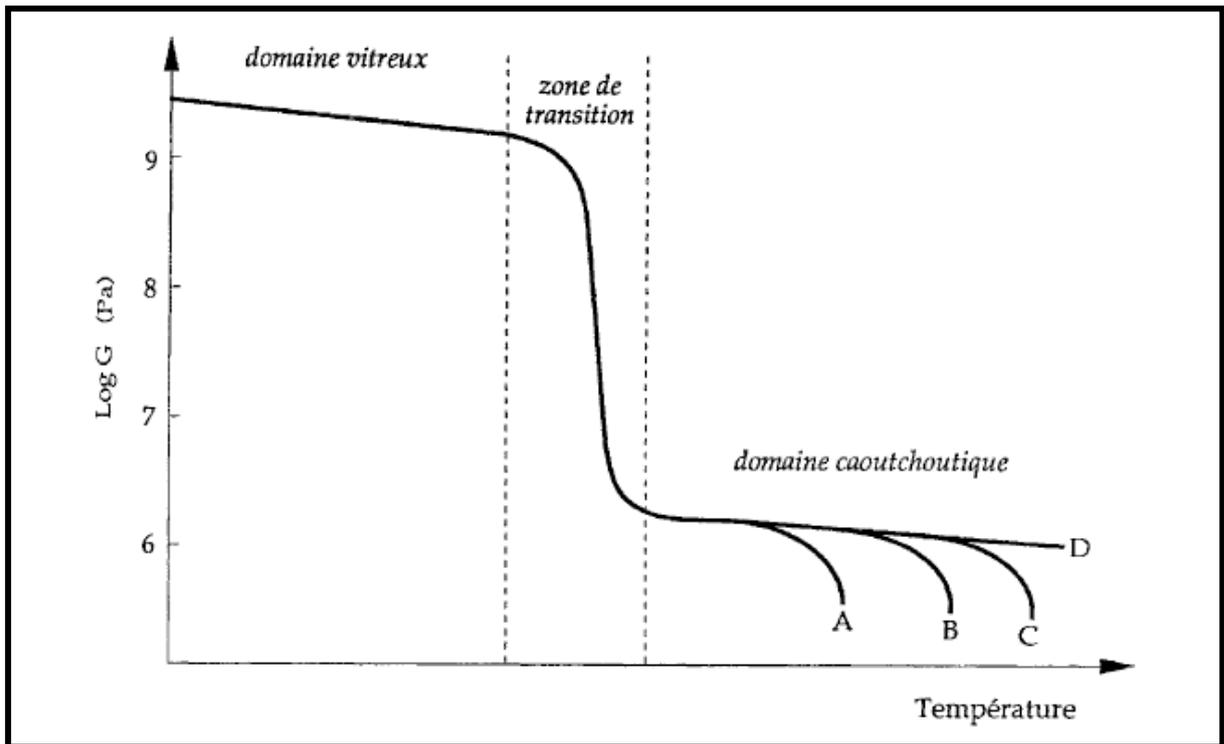


Figure. 1.5- Influence de la température sur la rigidité : cas Polymère semi-cristallin



**Figure 1.6- Variation du module de cisaillement en fonction de la température pour un polymère amorphe.**

Suivant la température ( $T$ ), les propriétés mécaniques des polymères varient. De plus, comme ils sont métastables, il y a donc une évolution de leur comportement en fonction du temps ( $t$ ).

#### 1.1.4. Le vieillissement des matériaux polymères

##### Définition

Le vieillissement est défini par le Comité Européen de Normalisation (CEN) comme étant une dégradation provoquant un processus irréversible qui entraîne un changement significatif dans la structure du matériau. Le changement est classiquement caractérisé par une perte des propriétés initiales (Poids moléculaire, structure moléculaire, résistance à la traction) et/ ou une fragmentation [4]. Cependant, cette définition est un peu erronée, parce qu'elle ne tient pas compte du vieillissement physique qui est un phénomène réversible. Ceci nous conduit à définir deux types de vieillissement [5] :

##### 1.1.4.1. Le vieillissement physique :

- Des petites molécules migrent (absorption, évaporation, extraction, biodégradation). On observe un transfert de masse.
- Il n'y a aucune altération chimique du polymère. Par exemple, l'utilisation d'une contrainte mécanique et d'un liquide tensioactif peut provoquer à terme une déformation ou une fissuration. Il n'y a pas de transfert de masse. L'un des paramètres importants est l'histoire thermique du matériau.

#### **1.1.4.2. Le vieillissement chimique :**

Le vieillissement chimique pouvant avoir différentes origines. Il entraîne dans tous les cas une coupure des macromolécules.

- la chaleur (dégradation thermique) : les molécules d'un polymère sont constituées de liaisons chimiques qui chacune possède une énergie donnée. Si la température est suffisante, une liaison peut être détruite entraînant la rupture des chaînes moléculaires : la matière est peu à peu dégradée.

- la lumière (photo-dégradation) : Un rayon lumineux est porteur d'énergie, celle-ci dépendant de la longueur d'onde associée. Si elle est suffisamment élevée, elle peut être à l'origine de la dégradation du polymère. Le rayonnement UV qui possède de faibles longueurs d'onde et donc une énergie élevée est particulièrement néfaste.

- l'oxygène (oxydation) : lorsque les liaisons se rompent sous une action mécanique, thermique, photochimique, des radicaux libres très réactifs se créent. Par combinaison avec l'oxygène, ces radicaux conduisent à la formation de peroxydes et d'hydroperoxydes. Les hydroperoxydes sont des produits instables se décomposant sous l'effet des UV ou de la chaleur et qui vont ensuite provoquer la scission des chaînes du polymère.

### **1.2. Polyéthylène**

#### **Introduction**

Les polyéthylènes constituent aujourd'hui une grande famille de produits présentant des caractéristiques très variées.

Le polyéthylène utilisé dans l'industrie gazière est une matière thermoplastique fabriquée par synthèse chimique à partir de l'éthylène. Le produit fini employé est un mélange assez complexe de divers produits tels que le noir de carbone qui lui donne sa couleur définitive, chacun apportant une amélioration et une protection à l'ensemble. En fait, la particularité qui caractérise le PE par rapport aux autres matériaux métalliques est son évolution avec le temps. Afin d'assurer sa fiabilité, il faut éviter toute erreur au niveau de la fabrication, le stockage – manutention et la mise en œuvre notamment.

#### **1.2.1. Définition d'un polyéthylène**

Une molécule de polyéthylène n'est rien de plus qu'une longue chaîne d'atomes de carbone, avec deux atomes d'hydrogène attachés à chaque atome de carbone. Il est peut-être plus simple de le dessiner (Figure 1.7), simplement avec les chaînes d'atomes de carbone longue de plusieurs milliers d'atomes:

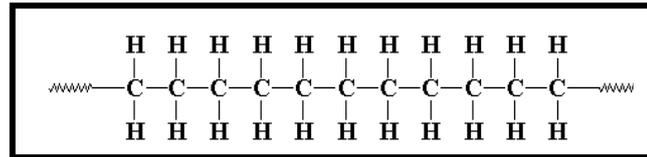


Figure 1.7- dessin de squelette du polyéthylène

Quelques fois c'est un petit peu plus compliqué. Parfois les atomes de carbone au lieu d'être liés à des atomes d'hydrogène, sont liés à de longues chaînes de polyéthylène. On appelle cela polyéthylène ramifié, ou PEBD (polyéthylène basse densité). Quand il n'y a pas de ramifications, on appelle cela du polyéthylène linéaire, ou PEHD (polyéthylène haute densité) (Figure 1.8). Le polyéthylène linéaire est beaucoup plus résistant que le polyéthylène ramifié, mais le PEBD est moins cher et plus facile à fabriquer. Dans (Tableau 1.3) [6] les caractéristiques essentielles du PEBD et PEHD.

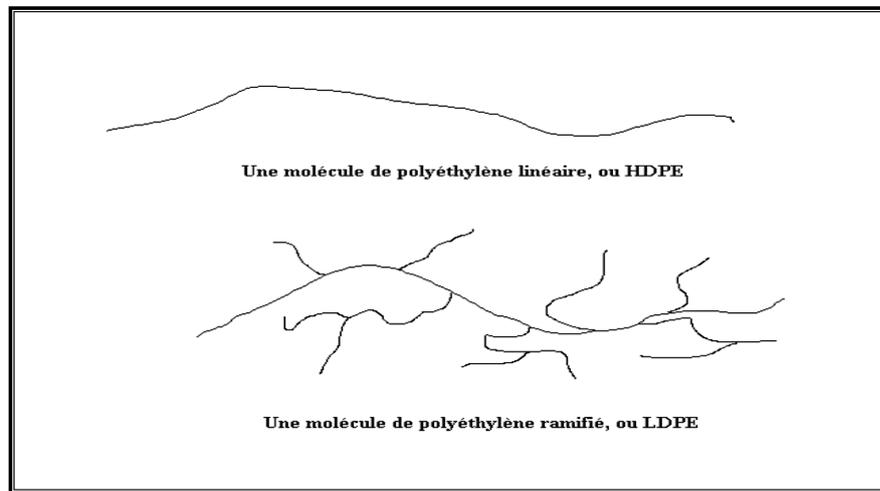


Figure 1.8 - exemple du polyéthylène linéaire, ou PEHD et polyéthylène ramifié, ou PEBD

	Résistance à la traction (kg/m <sup>2</sup> )	Allongement. (%)	Module de traction. (Pa)	Résistance à la compression (kg/m <sup>2</sup> )	Résistance à la flexion (kg/m <sup>2</sup> )	Vitesse de combustion (m/s)	Température de fléchissement (°C)	Absorption d'eau (%)	Effet des solvants
PE BD	11-63	50-800	550-2200		85-125	0.083-0.087	32-49	<0,02	++
PE HD	55-100	20-1000	2400-7100	40-65		0.083-0.087	43-54	<0,01	++

Tableau 1.2 - Caractéristique essentielle des PEBD et PEHD

- **Changement d'état et thermoplasticité :**

Les PE sont des matériaux qui ne subissent pratiquement aucun changement permanent lorsqu'on les chauffe. Sous l'action de la chaleur, ils se ramollissent et peuvent ainsi être moulés ou remoulés sous des formes diverses qu'ils conservent après refroidissement. L'action de la chaleur affaiblit les forces de liaisons intermoléculaires et permet ainsi aux macromolécules d'être très mobiles les unes par rapport aux autres.

Sous certaines conditions opératoires, il est possible de provoquer soit une réticulation, soit une dégradation des chaînes. La réticulation conduit à une structure rigide irréversible qui fait perdre au PE sa thermoplasticité, la rupture des chaînes par destruction des intermoléculaires diminue les propriétés plastiques.

La température de fusion du PE est la température où les zones cristallines perdent leur organisation, ces zones cristallines n'étant pas toutes identiques, l'énergie nécessaire pour désorganiser les cristallines se situe sur une plage de température étalée.

### 1.2.2. Les caractéristiques thermiques du PE

Le PE a un coefficient de dilatation linéaire d'environ 130 à 200  $\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$ . Cette valeur, dix fois supérieure au coefficient de dilatation de l'acier, nécessite que l'on prenne certaines précautions à la mise en œuvre. Indépendamment de la dilatation linéaire l'augmentation de la température accélère le vieillissement du PE, car en diminuant ses propriétés mécaniques, elle favorise les mécanismes de fissuration.

### 1.3. Les critères de choix pour l'emploi du polyéthylène dans les réseaux de distribution gaz

La disponibilité et l'accroissement de volumes considérables de gaz naturel, a amené les sociétés de distribution algériennes vers la fin des années 50, à reconsidérer leur choix quant à la nature des matériaux utilisés pour la conception de leurs réseaux.

A l'augmentation des quantités de gaz véhiculer, est associée une augmentation des pressions disponibles au niveau de la distribution. L'industrie gazière a toujours utilisé essentiellement des matériaux métalliques tels que : l'acier, la fonte, le cuivre....

Ces derniers présentaient des inconvénients notamment l'action de la corrosion sur le tube classique en aciers, ainsi que les dépenses relatives à sa protection anticorrosive, la non résistance de la fonte à la moyenne pression ainsi que le coût élevé du cuivre. De là, un besoin de tendre considérablement les réseaux de distribution de manière plus simple et économique s'est fait ressentir.

Les premières conversions aux matières plastiques furent la substitution de l'acier par le polychlorure de vinyle (pvc) non plastifié. Cependant cette tentative fait apparaître une faible résistance de la soudure à base de solvant, ainsi qu'une faible résistance à l'impact.

La plastification du p.v.c a permis de pallier partiellement à ces faiblesses. Par ailleurs, les expériences menées en montrant vers la fin des années 60, que le polyéthylène était le plus déformable des polymères thermoplastiques, et qu'il réunissait les propriétés essentielles requises pour la conception des conduites destinées à la distribution du gaz naturel.

L'acceptation de cette nouvelles technique n'a pu se réaliser qu'une fois que cette dernière a répondu à un certain nombre de concepts relatifs au matériel et à la mise en œuvre.

### 1.3.1. Les concepts matériels

#### 1.3.1.1 Structure fondamentale de la résine

Les propriétés du polyéthylène sont déterminées par les caractéristiques de base suivantes :

- La densité
- L'indice de fluidité
- La structure moléculaire

Les polyéthylènes commercialisés sont généralement identifiés par leur densité :

- Polyéthylène basse densité :  $0.910 < d < 0.925$
- Polyéthylène moyenne densité :  $0.925 < d < 0.940$
- Polyéthylène haute densité :  $0.940 < d < 0.960$

Par ailleurs les propriétés des polyéthylènes dépendent également :

- Du type de procédé de polymérisation
- Du choix du catalyseur et du comonomère
- Des conditions réactionnelles

D'une manière générale, les résines de base utilisées pour la fabrication des conduites à gaz, sont des polyéthylènes de haute et moyenne densité obtenus par une polymérisation par addition.

Les paramètres caractérisant les résines polyéthylènes sont [7] :

- L'augmentation du poids moléculaire moyen, améliore dans l'ensemble les propriétés mécaniques du polyéthylène ;
- Une large distribution du poids moléculaire favorise la transformation et la soudabilité du polyéthylène
- Le nombre et la longueur des ramifications réduit la cristallinité, et améliore la tenue à la fissuration sous contrainte en milieu tensio-actif.

En effet, les poudres à laver, les savons et la potasse créent un phénomène de surface sur le polyéthylène engendrant des corrosions sous tension.

Des adjuvants appropriés sont incorporés en fines proportions aux résines polyéthylènes afin de retarder les effets de vieillissement par les conditions climatiques. il s'agit :

- Noir de carbone ou pigments colorés pour lutter contre les rayons ultra-violets. En effet, de polyéthylène à la sortie de réacteur est sensible aux rayons UV (lumière) et à la chaleur qui favorisent les processus d'oxydation des macromolécules entraînant la rupture des chaînes et une flagellation du matériau par fissuration.

-Molécules organiques appropriées pour éviter l'oxydation du matériau à des températures élevées, ce sont des stabilisants thermiques tels que les amines et les dérivés phénoliques.

- antiacides introduits au cours de la granulation de la résine afin d'éviter la dégradation des antioxydants, par la présence de traces d'acide chlorhydrique dans la résine polyéthylène.

Le choix de la matière première dépend essentiellement de l'importance relative accordée aux propriétés à court et à long terme du polyéthylène.

Les propriétés à court terme telle que la résistance à la fissuration rapide et la résistance à l'impact sont d'une importance momentanées principale durant la phase de mise en œuvre , ou lors des travaux tiers effectués à proximité du réseau .

Les propriétés à long terme vont par contre déterminer la fiabilité dans le temps du réseau ainsi que son comportement.

En effet les ruptures dans les réseaux de distribution en polyéthylène sont principalement le résultat d'une fissuration lente sous contrainte pouvant s'amorcer dans ou à proximité des soudures défectueuses ou de défauts dans le tube dus à un mauvais stockage ou une déformation lors de l'assemblage mécanique ou lors de l'écrasement.

Ces fissures peuvent alors se propager lentement à travers le tube sous l'influence d'une flexion, de contrainte axiale ou de torsion. Cette vitesse de propagation n'est pas toujours lente.

L'expérience pratique a démontré que les fissures fragiles croissent souvent peu à peu et quelles peuvent dans certaines conditions conduisent soudainement à une propagation rapide des fissures.

Le temps d'induction de la fissure est en premier lieu fonction de la caractéristique du Matériel et en deuxième lieu de la contrainte induite et la température ambiante étant des contraintes environnementales, tous les efforts doivent être focalisés sur les caractéristiques du matériel.

Dans un réseau de distribution sous une pression égale ou supérieure à 2 bars, le risque le plus important est la propagation rapide des ruptures (rapid crack propagation RCP). Dans ces réseaux ; des matériaux satisfaisants à un essai RCP efficace doivent être utilisés.

Les méthodes d'essai sont les suivantes:

-essai ROBERTSON MODIFIE

-essai FULL SCALE

-essai SMALL SCALE

-essai CHARPY ADAPTE

Les trois méthodes d'essai donnent une évaluation de la résistance à la propagation rapide des ruptures. La quatrième méthode mesure uniquement l'énergie d'initialisation de la rupture.

***Classification des résines :***

Un seuil minimum de performance des conduites en polyéthylène doit être atteint afin de permettre la conception d'un réseau.

Les différentes classes sont codifiées selon la norme ISO 161/1[8]:

-PE 25,32

-PE 50,63

-PE 80,100

Les classes PE 25 et 32 correspondent aux résines basses densité.

Les classes PE 50, 63, 80 et 100 correspondent aux résines de moyenne et haute densité. Cette classification est le résultat de tests de pression interne menés jusqu'à rupture de l'échantillon, avec des temps de rupture excédant les 10000 heures, afin de déterminer la contrainte à 50 ans.

La recherche et le développement de la part des fabricants de résines en étroite collaboration avec l'industrie gazière à été établit à partir des années 80, trois classes définissant la conception de la conduite en polyéthylène.

Les différentes classes son désignées par un nombre SDR (**Standard Dimension Ratio**) caractérisant les dimensions du tube et définit comme étant le rapport entre le diamètre nominal sur l'épaisseur nominale. Nous distinguons:

-SDR 11

-SDR 17

-SDR 26

Et peuvent être désignées par un nombre "Série" définit comme le rapport de la contrainte de base par rapport à la pression nominale.

Ces classes sont également appelées générations par rapport aux propriétés physiques des tubes basées sur le **MRS (Minimum Required Stress)** selon la nouvelle classification ce nombre représente la résistance hydrostatique à long terme. Nous distinguons:

Résines de la première génération : PE 63

Résines de la deuxième génération : PE 80

Résines de la troisième génération : PE 100

### 1.3.1.2. Fabrication des tubes et raccords

Le comportement à long terme des ouvrages gaz réalisés en polyéthylène peut être déterminé par plusieurs points essentiels, parmi lesquels les conditions de fabrication d'un tube ou raccord sont:

La fusion de la résine

-le moulage par extrusion ou injection

-le refroidissement

La fusion de la matière première doit être progressive et homogène, afin de rendre celle-ci suffisamment fluide. Cependant, la température doit être constamment contrôlée pour éviter les risques de dégradation de la matière par oxydation provoquant des ruptures des chaînes.

L'injection des raccords en PEHD, bien que possible, n'est pas recommandée dans la mesure où la température plus élevée du polymère à l'état fondu de même que les contraintes plus élevées durant la phase d'injection, peuvent conduire à une dégradation thermomécanique.

La plupart des raccords pour canalisation sous pression sont fabriqués au départ de PEHD, même s'ils sont utilisés avec des conduites en PEHD, ceci car le taux de cristallinité de ce dernier étant inférieur à celui du PEHD, la fusion s'étale sur une plage de température plus large et rend donc l'opération de soudure moins critique.

Enfin le refroidissement de la matière la maintient dans un état de contrainte dont dépendra la qualité du tube.

### 1.3.1.3. Caractéristique mécanique des tubes et raccords

Le polyéthylène comme toutes les matières thermoplastiques possède un comportement viscoélastique, où les états de contraintes et de déformations sont dépendent des facteurs suivants:

-le temps et la température

-le niveau de sollicitations externes

-les changements des structures par interaction avec l'environnement

Le facteur caractérisant l'emploi des conduites en polyéthylène est la résistance à long terme aux contraintes mécaniques et thermiques. Ce facteur permet de prévenir le comportement de la conduite en exploitation, en relation avec les différentes contraintes qu'elle peut subir à savoir:

-la contrainte de pression engendrée dans la paroi du tube par la pression du gaz

-les contraintes internes : elles sont figées dans la paroi du tube au cours de l'extrusion

-les contraintes externes: elles sont dues à l'environnement des tubes, telles que le poids des terres, pose du tube en courbe, flexion et impact local d'un caillou.

### **1.3.2. Les concepts «mise en œuvre»**

Les concepts «mise en œuvre» dérouler sur la présentation de différents techniques d'assemblage qui peut être utilisés pour raccorder des tubes en polyéthylène. Ces concepts sont bien détaillés dans le chapitre ultérieur.

*Les paramètres caractérisant les avantages de mise en œuvre des tubes en polyéthylène sont :*

-le conditionnement en grandes longueurs et la souplesse du tube PEHD permettent une mise en œuvre similaire à celle utilisée pour les câbles électriques enterrés.

-une même technique permet la réalisation de chantiers multi réseaux, ce qui implique des délais d'exécution réduits et moins de gêne usagers:

- Tranchée de faible largeur comportant simplement des niches pour les opérations de raccordement et de branchement
- Adaptée à la pose en contenu à la trancheuse ou sous-soleuse
- Adaptée à la pose par déroulage (couronne touret mobile) par tirage et tubage (tube halé à partir d'une couronne ou d'un touret fixe)
- Avantage du poids concernant le transport et la manutention
- Avantage du conditionnement en touret pour le stockage et la manutention
- Avantage de la souplesse permettant l'adaptation au profil de fond de fouille et aux changements de direction: courbe admissibles :  $R=25*\text{diam}$

### **1.4. Conclusion**

Nous avons débuté cette étude par un rappel de l'effet de la chaleur sur les polymères qui s'apparaisse à travers la variation de son comportement et ses propriétés avec variation de la température, Après un bref rappel, du mécanisme de vieillissement, nous étudions les types de vieillissement auxquels peuvent être soumis aux polymères. Ce qui nous intéresse dans notre étude est le vieillissement chimique d'origine thermique «chaleur».

C'est pourquoi, nous cherchons dans cette étude, à relier l'influence de la dégradation thermique des tubes en PEHD au cours sa mise en œuvre dans les réseaux gaz.

## Introduction

Le soudage des polymères fait partie des modes d'assemblages au même titre que le collage ou les techniques d'assemblage mécanique tels le clip-sage, l'emboîtement. À la différence des autres procédés d'assemblage, le soudage ne s'applique qu'aux thermoplastiques. Seuls ceux-ci possèdent les caractéristiques rhéologiques lors de la fusion (pour les semi-cristallins) ou de ramollissement (pour les amorphes) suffisantes pour permettre une interpénétration des couches superficielles nécessaire à leur liaison.

Le soudage ne fait pas appel à des matériaux tiers dans la liaison et permet à deux pièces assemblées de reconstituer une structure monolithique. On retrouve dans la liaison de deux pièces soudées des caractéristiques proches de celles des matériaux constituant ces pièces.

Le soudage est un procédé rapide et contrôlé qui s'impose dans beaucoup de domaines où il est nécessaire d'obtenir une liaison mécanique forte et durable sur des pièces en série.

## 2.1. Éléments de base sur le soudage

### 2.1.1. Éléments de physique (Phénomènes d'interface)

Le soudage est une technique d'assemblage par fusion de la matière faisant intervenir un processus d'adhésion par interdiffusion moléculaire.

D'après la théorie, le processus de soudage de deux polymères peut se décomposer en cinq étapes:

- fusion des surfaces à souder.
- approche et mise en contact des deux surfaces.
- « mouillage » des surfaces.
- diffusion et enchevêtrement des macromolécules.
- solidification des masses fondues.

Au contact de l'élément chauffant, le matériau est amené dans un état « ramolli ». L'aspect du profil de température est conditionné par la conductivité thermique du matériau. Les matières plastiques ont des conductivités thermiques faibles, comprises entre 0,15 et 0,45 (W/ m · K). Il en résulte un gradient de température important et une épaisseur de masse fondue faible (Figure 2.1).

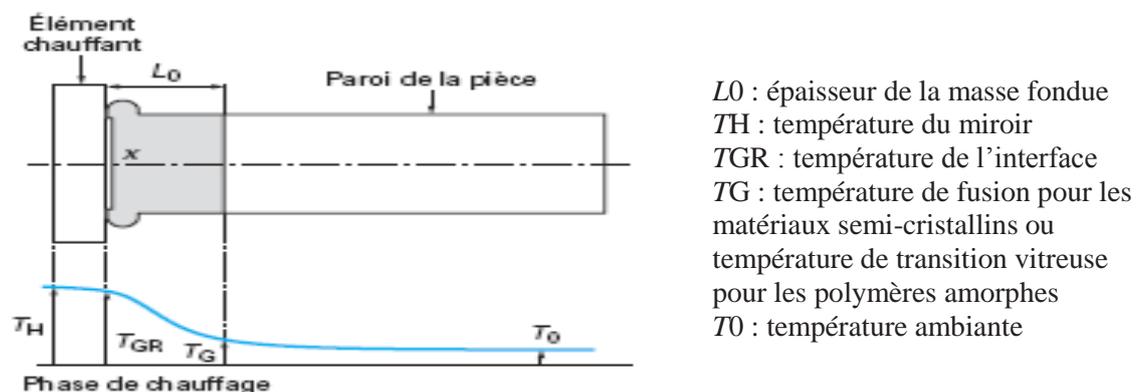
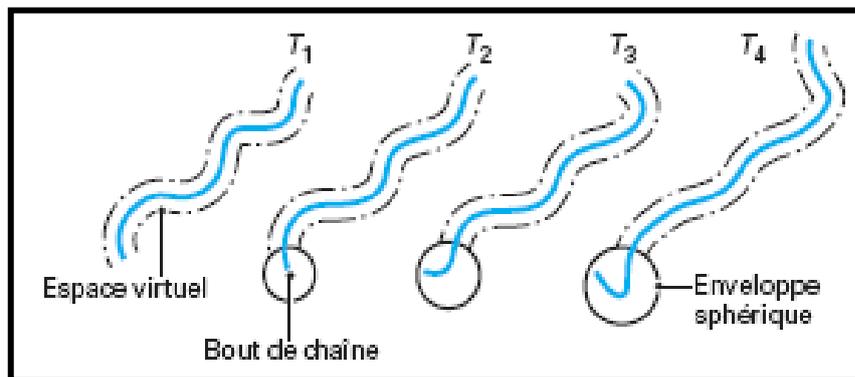


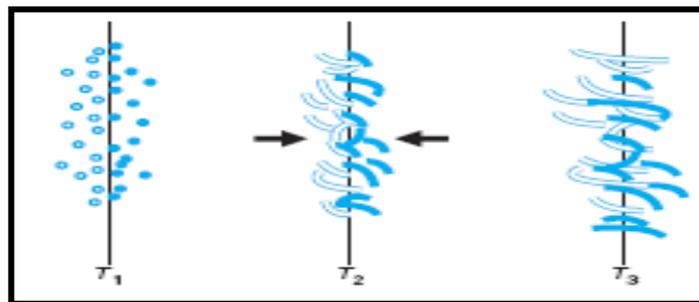
Figure 2.1 – Profil de température et épaisseur de la masse fondue à l'échauffement

À la température ambiante, la macromolécule occupe un espace virtuel correspondant à son volume. L'élévation de température va provoquer des phénomènes de contorsion de celle-ci, puis une reptation hors de son enveloppe virtuelle primitive (Figure 2.2). Cette liberté acquise par les bouts de chaînes va permettre aux macromolécules de se désenchevêtrer. Ce phénomène est très actif dans un état « fluide » pour une température comprise entre la température de transition solide-liquide et la température de début de dégradation du matériau thermoplastique.



**Figure 2.2 – Reptation des chaînes macromoléculaires**

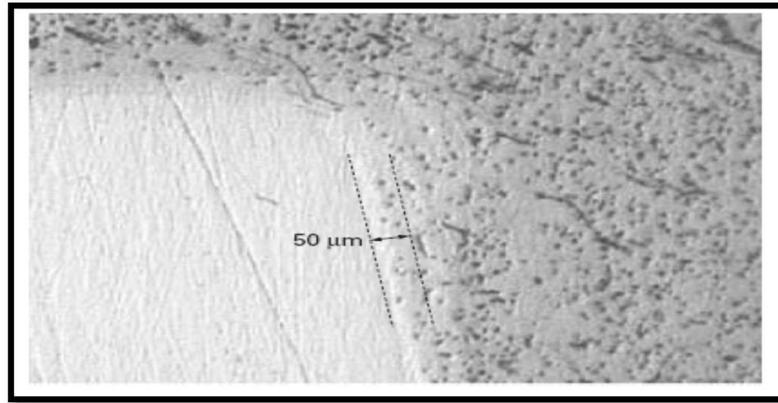
Dans le cas de deux surfaces en contact (soudage), il se crée une interface dans laquelle les chaînes macromoléculaires ne s'interpénètrent pas spontanément. L'interpénétration n'est active qu'à partir de contacts intimes créés dans l'interface par un phénomène de mouillage. Les extrémités libres des chaînes se rapprochent et s'enchevêtrent dans un processus appelé adhésion par interdiffusion moléculaire (Figure 2.3).



**Figure 2.3 – Adhésion par interdiffusion moléculaire**

Cette interpénétration croît en surface à partir de points de nucléation comme les orientations privilégiées de chaînes, les migrations locales de basse masse moléculaire, les inclusions ou les impuretés.

Lors du refroidissement de l'assemblage, les phénomènes de diffusion s'atténuent mais la densité d'enchevêtrement des chaînes augmente et la reconstitution progressive des liaisons intermoléculaires fige la matière. La profondeur d'interpénétration (Figure 2.4) est de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$ . Cette solidification s'accompagne de réorganisations structurales comme la recristallisation des polymères semi-cristallins.



**Figure 2.4 – Épaisseur de la zone de soudage**

Nous pouvons dire que la possibilité d’assembler par fusion deux surfaces est liée à l’aptitude des polymères en contact à faciliter l’enchevêtrement de leurs chaînes moléculaires.

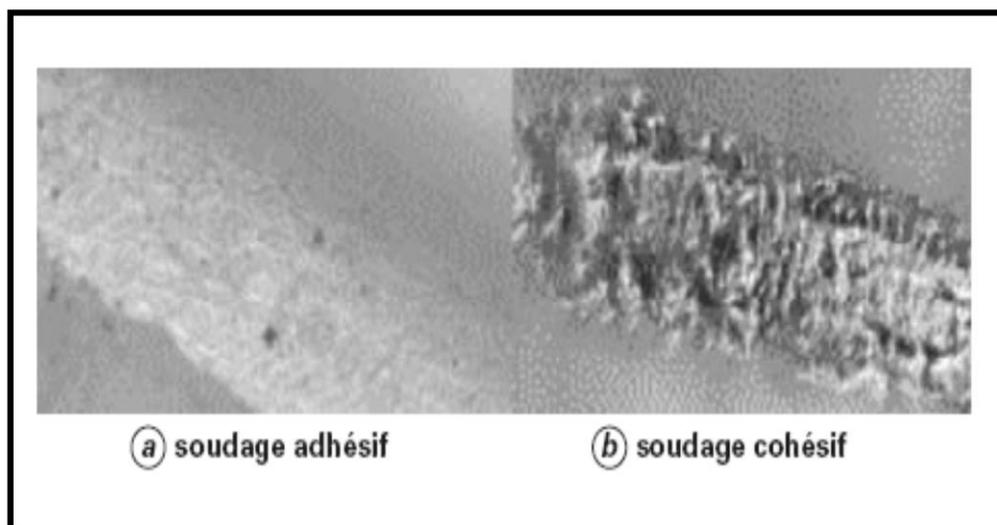
Dans la théorie, il est possible de souder deux polymères différents, en particulier si leurs caractéristiques viscoélastiques sont proches à la température de soudage, mais, dans la pratique, les phénomènes d’interdiffusion sont difficilement maîtrisables dans ce cas et on évite ce type d’assemblage.

Les trois paramètres essentiels sont la température, la pression et le temps ; ils permettent de maîtriser les phénomènes décrits. La qualité d’une soudure dépendra de la maîtrise et du respect de ces paramètres.

### 2.1.2. Caractérisation d’une soudure

La qualité du soudage de deux pièces est caractérisée par son mode ou faciès de rupture (Figure 2.5). On distingue :

- la rupture adhésive qui a lieu à l’interface de soudage et sépare les deux faces soudées de façon nette et sans report de matière d’une surface à l’autre.
- la rupture cohésive où l’on retrouve mêlées les deux matériaux des faces soudées.



**Figure 2.5 – Faciès de rupture**

La tenue de la soudure sera également fonction de son mode de travail (Figure 2.6).

On distingue deux modes principaux de sollicitation :

- la traction.
- et le cisaillement.

Ces deux types de contraintes sont induits par une géométrie particulière de l'interface soudée :

- le soudage de face.
- le soudage tangentiel.

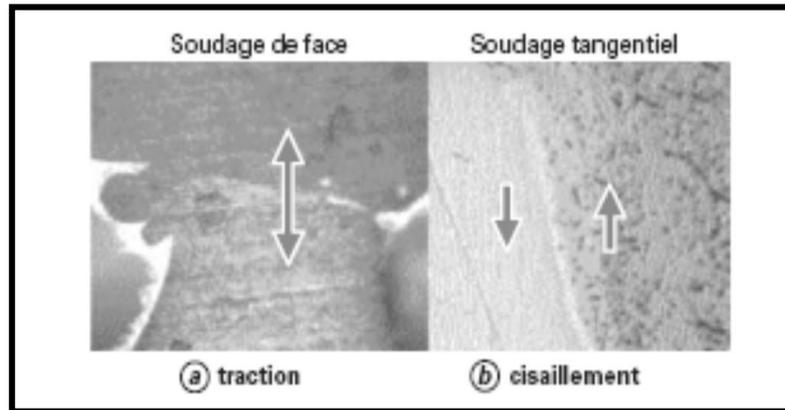


Figure 2. 6 – Mode de travail d'une soudure

## 2.2. Paramètres de soudage

Il existe plusieurs normes définissant des plages de paramètres permettant d'obtenir en pratique des soudures de bonne qualité [8-9]. Un choix a dû être fait afin de fixer une base à partir de laquelle les essais ont été menés.

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

### 2.2.1 Définitions

Il est essentiel de piloter les machines à souder soit en contrôlant les pressions, soit en réglant les courses.

Le pilotage en pression est réservé aux grandes surfaces à souder supérieures à 300 mm<sup>2</sup> et aux épaisseurs de paroi d'au moins 2 mm.

Le réglage des courses est intéressant pour des fines épaisseurs de parois et les petites surfaces, mais surtout pour des matériaux de viscosité à chaud élevée comme la plupart des polymères cristallins.

Le choix des paramètres, température de l'interface, pressions, temps et courses, doit tenir compte des propriétés des matériaux des pièces à souder comme par exemple :

- la température de ramollissement.
- les caractéristiques d'écoulement.
- la résistance mécanique.
- la résistance à la déformation.
- la géométrie.

Les données optimales de réglage des machines doivent être déterminées expérimentalement sur les pièces.

Il est important de contrôler et de régler les paramètres essentiels :

- la température de l'interface doit être homogène sur toute la surface d'application et réglée à  $\pm 5 \text{ C}^\circ$ .
- les pressions doivent être contrôlables et réglables pour le chauffage, le soudage et le refroidissement.
- les temps doivent être contrôlables et réglables pour chaque phase du processus de soudage.
- les courses doivent être définies avec précision par butée pour les phases de soudage.
- les outils de positionnement des pièces doivent permettre une répartition uniforme de la pression.

### 2.2.2. Optimisation des paramètres

L'optimisation des paramètres de soudage se fait à partir des points suivants :

- déterminer la température de l'interface.
- définir le temps de chauffage.
- ajuster la course de soudage.
- choisir les pressions de chauffage et de soudage.

#### *Température de l'interface :*

L'évaluation de la résistance en traction d'éprouvettes soudées à différentes températures est présentée à la (Figure 2.7).

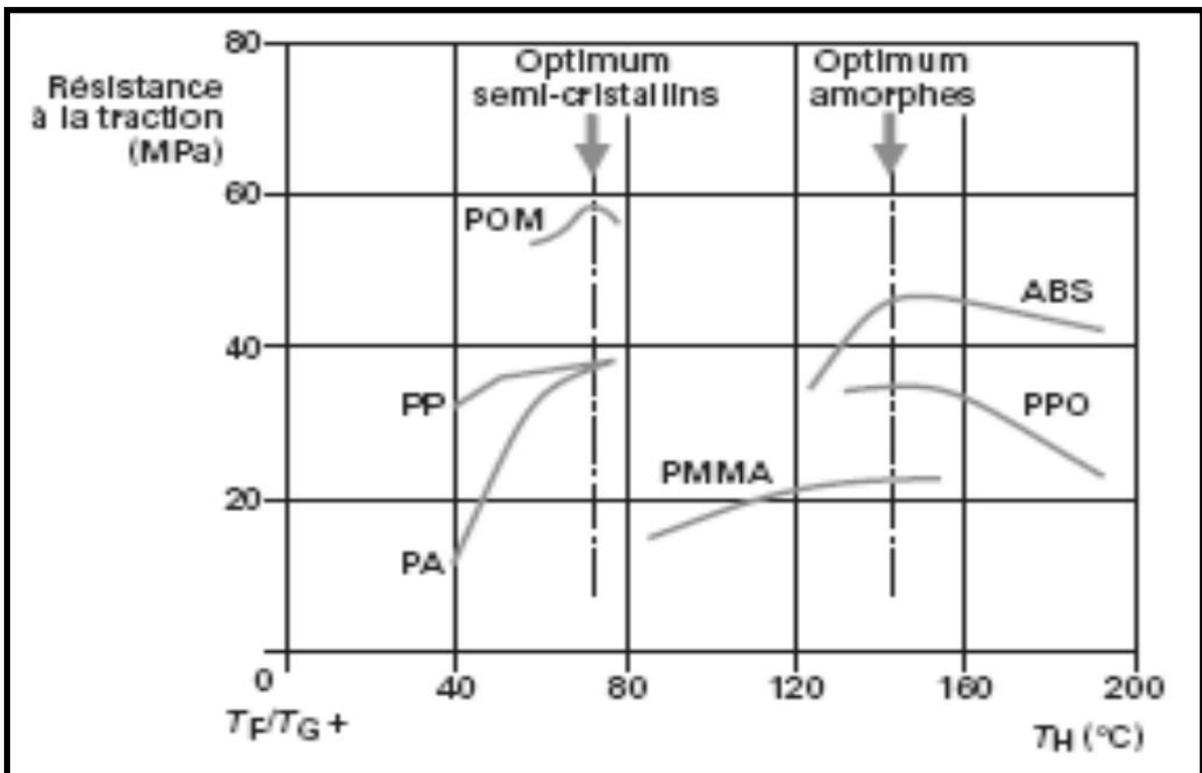


Figure 2.7 – Résistance à la traction d'assemblage soudé en fonction de la température TH du miroir (d'après Ponte et Kreiter)

On prendra comme base la température où la mobilité moléculaire devient intéressante pour l'interdiffusion des chaînes, soit la température de fusion  $T_F$  pour les polymères semi-cristallins ou la température de transition vitreuse  $T_G$  pour les polymères amorphes (Tableau 2. 1) [10], ce qui donne des températures de soudage :

- $T_H = T_G \pm 140\text{ C}^\circ$  pour les polymères amorphes.
- $T_H = T_F + 70\text{ C}^\circ$  pour les polymères semi-cristallins.

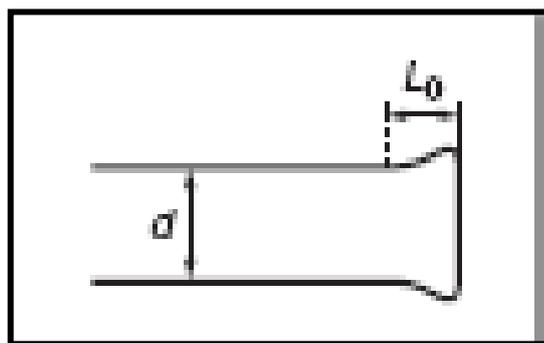
Semi-cristallins $T_F$ (°C)		Amorphes $T_G$ (°C)	
PE-BD	115	PVC	90
PE-HD	130	PS	90
PP-H	168	ABS	110
PP-R	140	PMMA	120
POM	175	SAN	115
PA 6	220	PPO	210
PA 6.6	255		
PA 12	178		

**Tableau 2.1– température de fusion ou de transition vitreuse de quelques matières plastiques**

Certaines matières plastiques sont sensibles à l'oxydation et à la dégradation thermique, il faut donc veiller à ce que la température de soudage ne soit pas supérieure à la température de dégradation du matériau. Cette température de dégradation peut être appréciée par analyse thermogravimétrique.

**Temps de chauffage :**

Les définitions suivantes s'adressent à un soudage bout à bout d'épaisseur de paroi  $d$ . Les surfaces à assembler sont chauffées à une pression pratiquement nulle pour éviter les déplacements de matière. La chaleur pénètre dans la zone à souder où il est important d'obtenir une épaisseur  $L_0$  optimale de matière fondue (Figure 2.8).



**Figure 2.8 – Zone de chauffage**

L'expérience montre que l'épaisseur de matière fondue a une influence sur la résistance de la soudure (Figure 2.9).

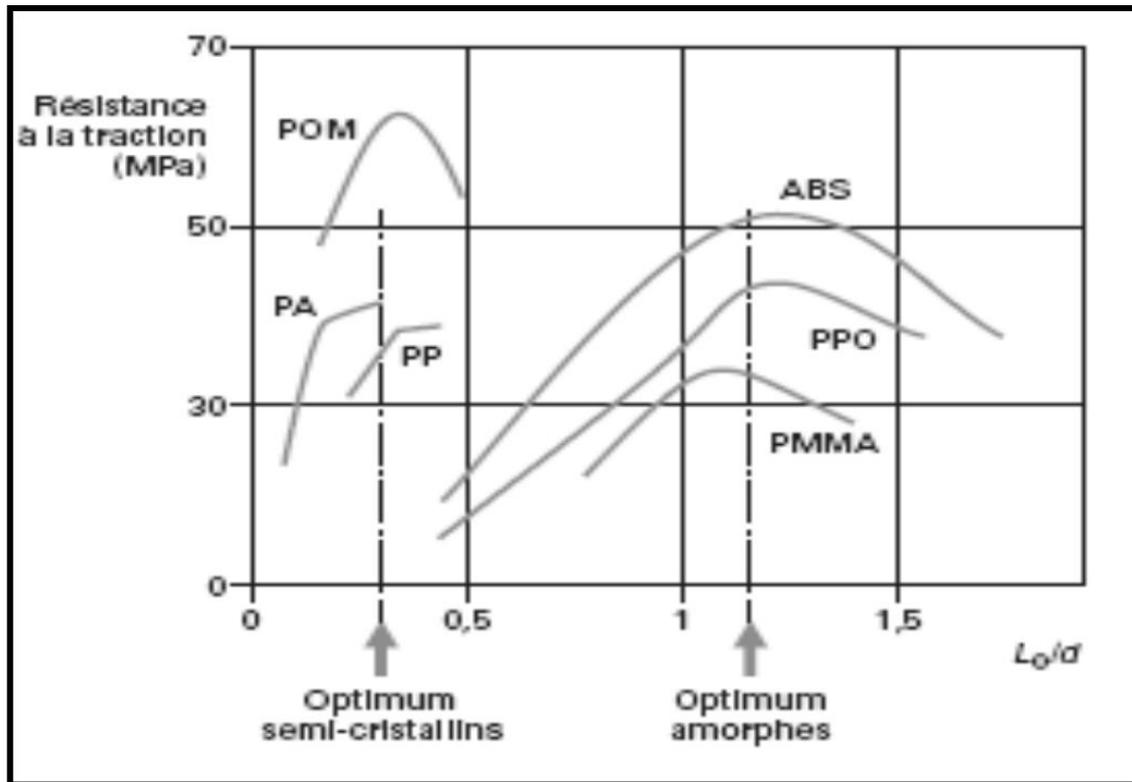


Figure 2.9 – Résistance à la traction d'assemblage soudé en fonction de l'épaisseur de matière fondue/épaisseur de paroi ( $L_0/d$ )

Soit un optimum pour :

- $L_0 = 1,14 \times d$ , pour les polymères amorphes.
- $L_0 = 0,3 \times d$ , pour les polymères semi-cristallins.

Avec  $d$  comme épaisseur de paroi.

Le temps de chauffage peut être déterminé de façon à obtenir une épaisseur de matière fondue  $L_0$  définie.

Dans la pratique, on réalise des essais de soudage avec différents temps de chauffe (Figure 2.10). Pour déterminer l'épaisseur de matière fondue  $L$ , on mesure les cotes avant et après mise en pression des surfaces fondues. On règle la pression appliquée  $P_S$  de telle sorte qu'après mise en pression on aura expulsé hors du joint 95 % des masses fondues.

Pour un temps de chauffage  $t_1$ , l'épaisseur de matière fondue  $L_0$  vaut :

$$L_0 = (A - B)/2 \times 0,95$$

Par des essais successifs pour différents temps de chauffage, on peut déterminer graphiquement la courbe d'évolution de l'épaisseur de matière fondue en fonction du temps de chauffage. La lecture de la courbe obtenue permet de définir le temps de chauffage nécessaire pour obtenir l'épaisseur optimale de masse fondue  $L_0$ .

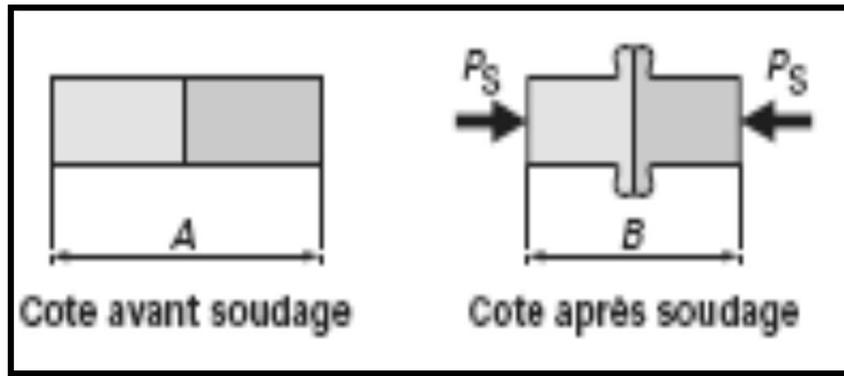


Figure 2.10 – Essai de soudage avec un temps de chauffage  $t_1$

*Course de soudage :*

Lors du soudage, il y a déplacement des matières fondues. L'expérience montre qu'il est important de garder dans le joint une épaisseur résiduelle de matière fondue optimale (Figure 2.11).

Par rapport à l'interface, le rapport  $S_F/L_0$  optimal est égal à 0,75 pour les polymères amorphes et semi-cristallins.

La course de soudage totale est :

$$S_F = 2 \times 0,75 L_0$$

L'épaisseur résiduelle de matière fondue optimale restant dans le joint est donc égale à  $2 \times 0,25 L_0$ .

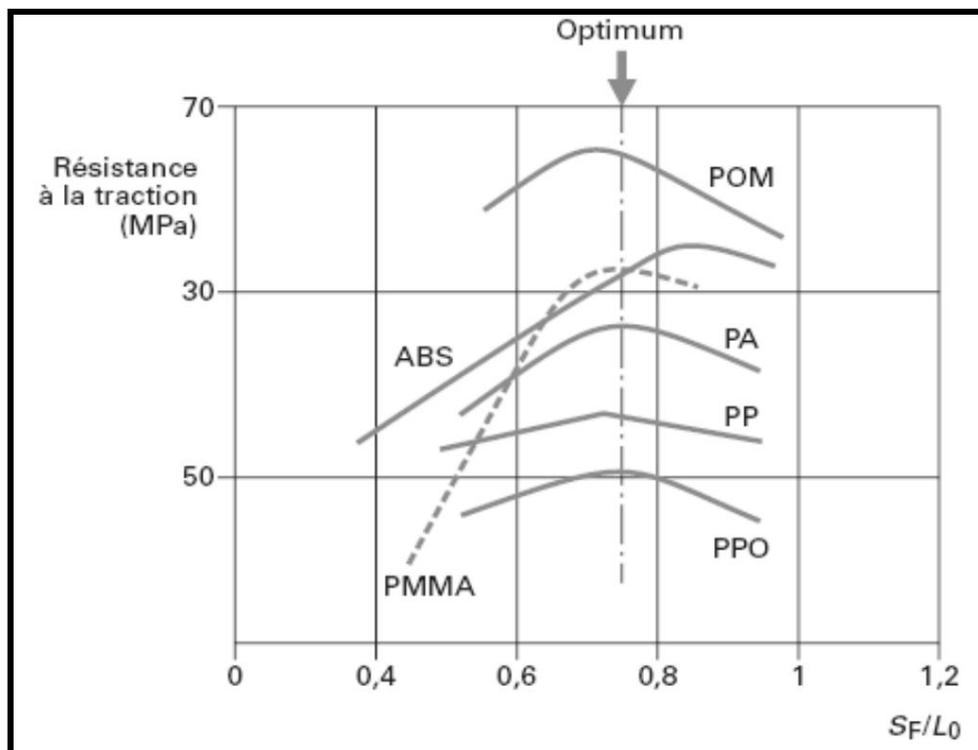


Figure 2.11 – Résistance à la traction d'un assemblage soudé en fonction du rapport de la course  $S_F$  à l'épaisseur de matière fondue  $L_0$

**Pression de soudage :**

Dans la pratique, on réalise des essais à des valeurs de pression de soudage comprises entre 0,5 et 1,5 MPa sur l'interface. Ces pressions sont usuelles dans les différentes techniques de soudage et doivent être ajustées en fonction de la fluidité à chaud des polymères soudés. Des essais successifs permettent de déterminer graphiquement (Figure 2.12) la courbe d'évolution de la course de soudage en fonction de la pression. La lecture de la courbe permet de choisir la pression de soudage  $P_F$  pour une course de soudage optimale :

$$S_F = 2 \times 0,75 L_0.$$

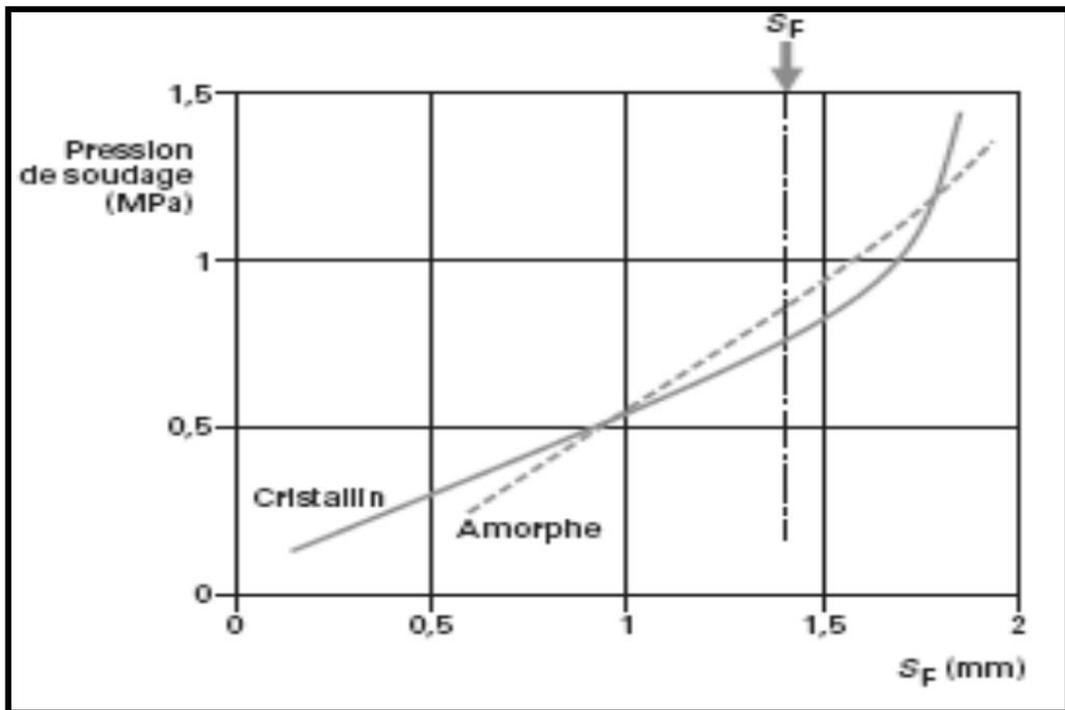


Figure 2.12 – Détermination de la pression de soudage en fonction de la course

## 2.3. Procédés de soudage

### 2.3.1. Techniques de soudage

Les techniques de soudage des thermoplastiques (Figure 2.13) se distinguent par le mode d'obtention de la fusion nécessaire à l'assemblage. Cette fusion peut être obtenue par un apport extérieur de chaleur ou par un auto-échauffement au sein de la matière. Le choix doit être fait en fonction de critères esthétiques (cordon de soudure), d'étanchéité (soudage au miroir), de rapidité (le soudage par ultrasons est le plus rapide), de la nature du polymère (les soudages des plastiques cristallins à l'air chaud sont difficiles à réaliser car ils ont un point de fusion très précis avec changement d'état brutal solide – liquide).

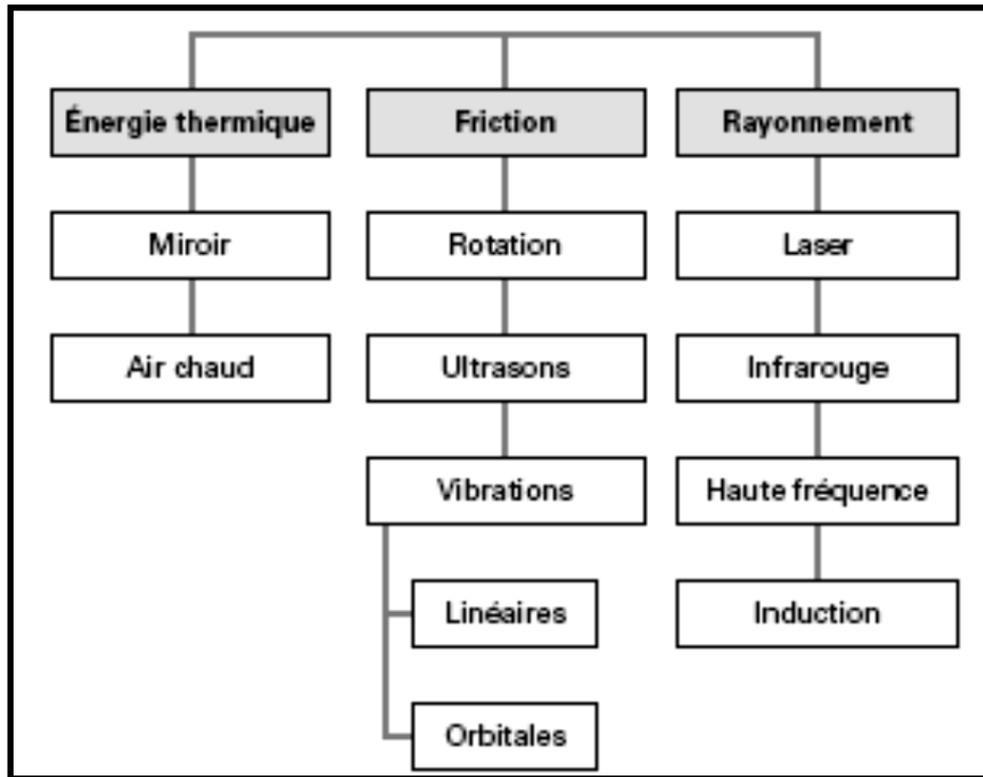


Figure 2. 13 – Techniques de soudage

### 2.3.2. Procédé de soudage par transfert thermique

Les procédés souvent représentés ce mode d'assemblage sont ; le soudage par électrofusion et le soudage bout à bout qui sont préférentiels dans l'industrie gazière parcequ'ils mettent en contact direct les structures moléculaires des deux éléments à assembler. Cette liaison se fait par contact sur une profondeur relativement limitée.

#### 2.3.2.1. Le procédé de soudage par électrofusion

Actuellement, de tels assemblages sont essentiellement réalisés par thermosoudage .Et cette technique est largement employée notamment dans l'industrie gazière pour l'établissement de jonctions entre tubes dans les réseaux de distribution, (en particulier tubes en polyéthylène de densité supérieure à  $925 \text{ kg/m}^3$  environ).

##### *Description générale :*

Selon un procédé aujourd'hui très répandu, les pièces à réunir, en général des tubes, sont assemblées au moyen d'une pièce de raccordement. Quelle que soit la nature de cette pièce (manchon, prise de branchement...), celle-ci comporte de façon habituelle, noyée dans son épaisseur, une résistance électrique de chauffage consistant généralement en un fil électriquement conducteur bobiné disposé à proximité de la surface de la pièce qui doit venir en vis-à-vis de celle du tube (Figure 2.14).

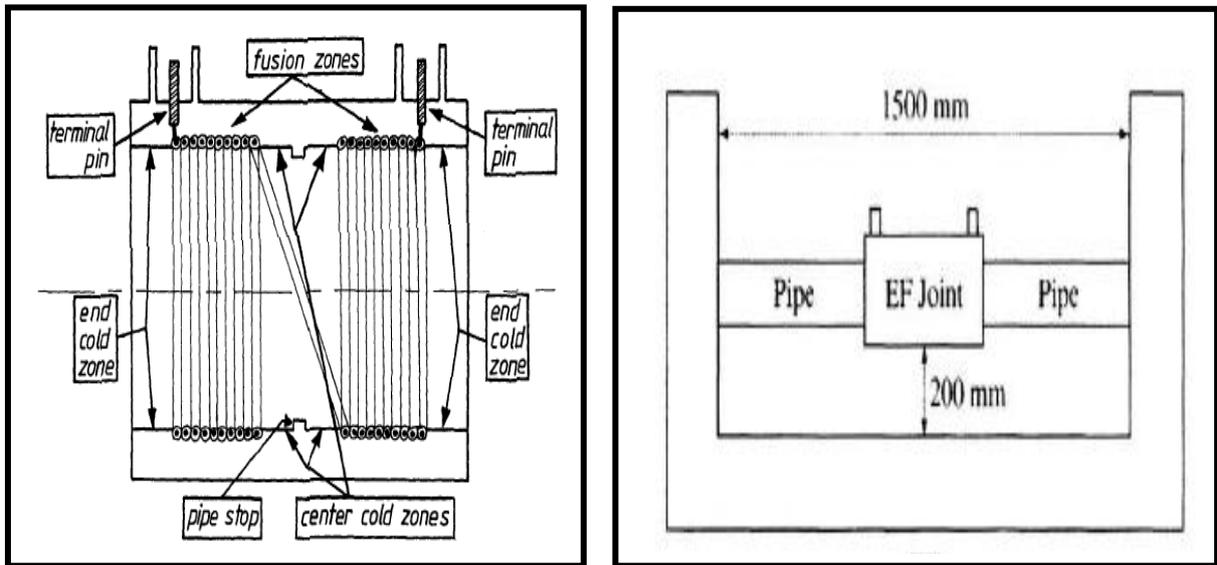


Figure 2.14 - croquis schématique d'un coupleur EF avec deux zones de fusion reliés électriquement.

L'opération de soudage est réalisée en plaçant en vis à vis la partie des pièces à souder et en raccordant le fil électrique bobiné à une source électrique (telle qu'une source de courant alternatif redressé) qui, par effet joule [11], va échauffer la résistance et provoquer le ramollissement jusqu'à fusion de la matière plastique environnante des pièces, réalisant ainsi le soudage.

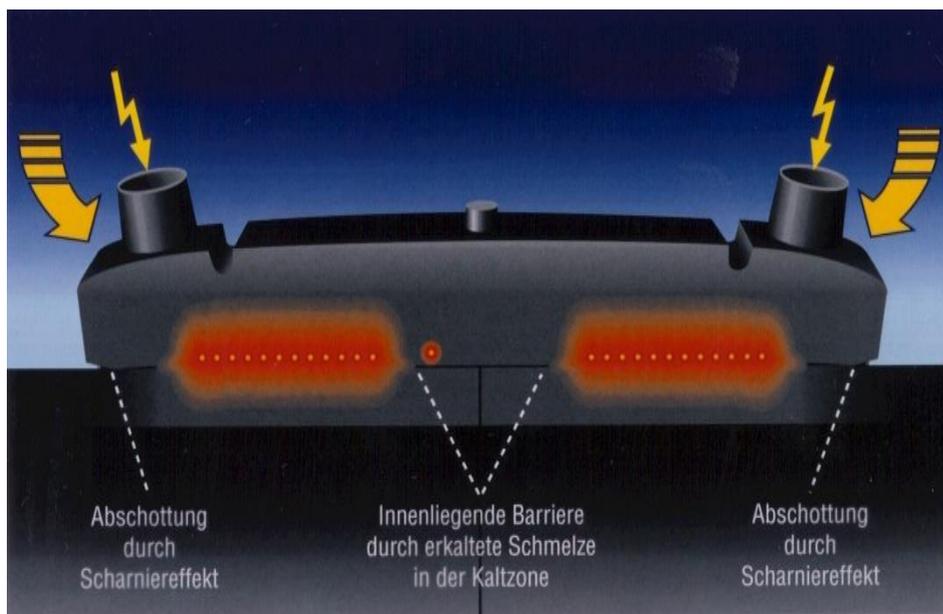
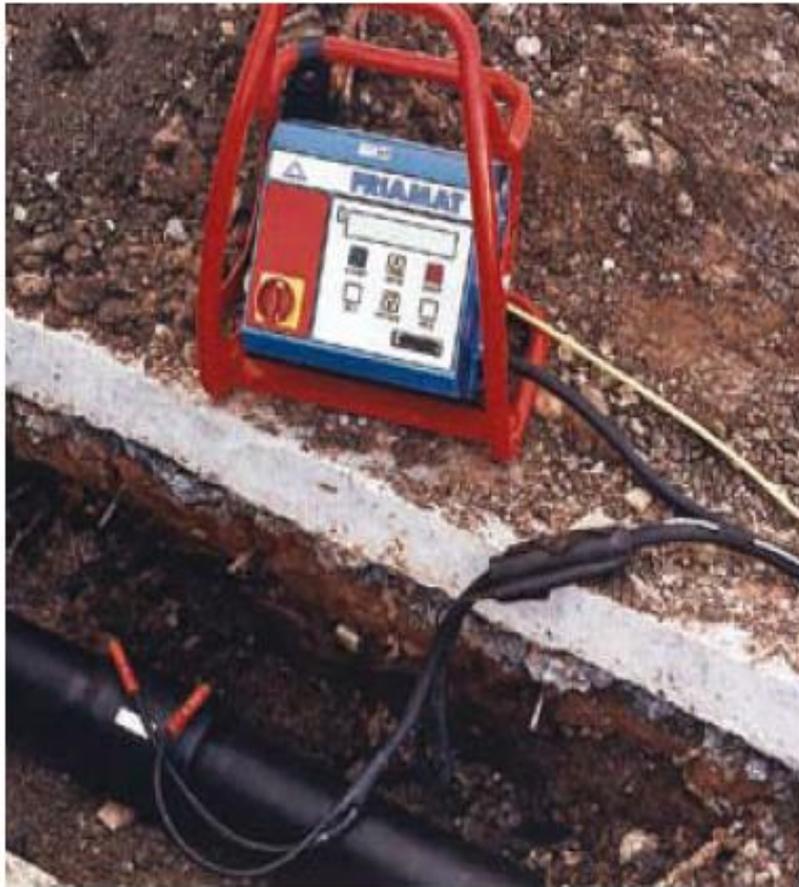


Figure 2.15 – représentation de la zone fondue dans la procédure électrofusion

***Le procédé de soudage par électrofusion est caractérisé par :***

- les pièces de raccordement : sont des systèmes compétitifs par rapport aux systèmes de jonction traditionnels tels que le soudage bout à bout. Ces raccords particuliers en polyéthylène présentent une résistance électrique sur la surface interne ; l'énergie thermique produite par la résistance sous tension provoque le réchauffement du tube et du raccord et la fusion postérieure des deux éléments (Figure 2.15). La plupart des raccords électrosoudables à partir du diamètre 180 mm possèdent une «poignée de transport» pour faciliter le déplacement au cours des opérations d'installation (Easy-grip).
- Une machine à souder spéciale fournit l'énergie suffisante pour la soudure en fonction du diamètre du tube, du type de raccord et de la température extérieure (Figure 2.16) [12].



**Figure 2.16- machine de soudage pour le soudage par électrofusion**

***Avantages de l'électrofusion :***

Chaque assemblage réalisé apporte un point fort à la canalisation.

L'opération d'électrofusion demande un outillage léger et peu encombrant, donc mobile et parfaitement adaptable aux conditions du chantier. Ce procédé permet d'intervenir rapidement sur les lignes de gaz ou d'eau déjà mises en œuvre ou en service.

Le réseau est homogène et il n'y a pas d'autre matériau que le PE en contact avec le fluide véhiculé, donc pas de discontinuité des avantages physiques ou chimiques.

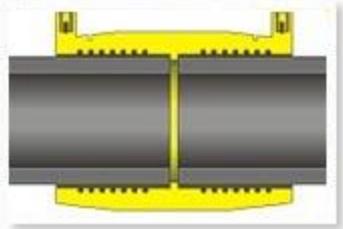
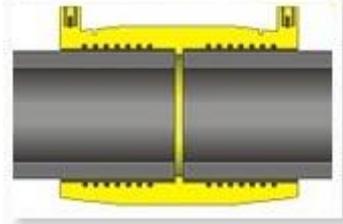
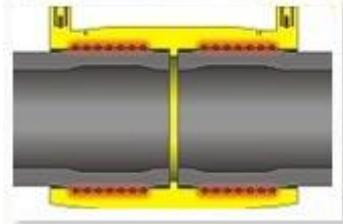
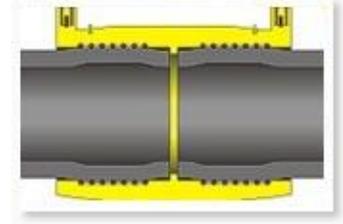
Par rapport au système de soudage par fusion bout à bout, l'électrofusion présente un certain nombre d'avantages. La surface sur laquelle s'étend la soudure est de 2 à 9 fois supérieure (en fonction du diamètre) et le raccord électrosoudable, une fois installé, constitue une véritable «coquille» qui enveloppe les éléments jointés et améliore leurs caractéristiques mécaniques.

Contrairement au système de jonction bout à bout qui permet de souder des tubes ayant la même classe de pression (même épaisseur), l'électrosoudure permet d'unir des tubes d'épaisseurs différentes, réalisés indifféremment en PE 80 et PE 100. L'expérience des utilisateurs confirme que la bonne réussite d'une jonction par électrofusion dépend du respect des procédures et de l'emploi de dispositifs d'alignement et de positionnement. Les paramètres réglant la soudure par électrofusion sont le temps, la température et la pression de contact entre les surfaces à souder. La température de soudage est un paramètre fixe (autour de 220-230°C) déterminé par les caractéristiques du polyéthylène : température de fusion et conductivité thermique. Le temps de soudage est un paramètre variable déterminé, d'une part, par l'étendue des surfaces à souder (donc en fonction du volume de matière à fondre) et d'autre part, par les caractéristiques de construction de la spire métallique (longueur, section et matériau). Contrairement à ce qui arrive dans la fusion bout à bout, la pression de soudage n'est pas déterminée par l'opérateur à travers la machine à souder, mais par le propre phénomène d'électrofusion. Le polyéthylène en fusion augmente de volume ; cette expansion est cependant limitée par les zones froides du raccord qui entourent la zone chauffante.

Les zones froides constituent de véritables «digues» qui empêchent la matière en fusion de déborder hors de la zone de soudure, d'entrer à l'intérieur du tube ou de sortir hors du raccord. L'expansion thermique du polyéthylène, qui se traduit par une augmentation du diamètre du tube, crée la pression de contact nécessaire à la soudure et favorise une homogénéisation parfaite des matériaux des éléments à jointer.

**déroulement d'un cycle de soudage par électrofusion :**

Le soudage par électrofusion peut être divisé en quatre phases distinctes (Tableau 2.2) [13],

Les phases	Figures ajustées
<p>Positionnement du manchon</p> <p>Positionner le manchon et l'aligner avec les tuyaux qui ont été préalablement grattés et nettoyés.</p>	
<p>Fusion de la matière</p> <p>Les spires sous tension se réchauffent et la matière qui se trouve autour commence à fondre.</p>	
<p>Augmentation de diamètre</p> <p>Le tube réchauffé augmente de diamètre et la matière en fusion limitée par les zones froides atteint la pression nécessaire.</p>	
<p>Jonction complète</p> <p>La machine à souder interrompt le débit d'énergie ; à l'issue du temps de refroidissement, la jonction est terminée.</p>	

**Tableau 2.2- illustration le cycle de soudage par électrofusion**

***Les étapes principales du soudage par électrofusion :***

Les étapes de soudage des raccords électrosoudables sont décrites en détail ci-dessous et représentées dans la (Figure 2.17).

Etape 1 : coupage et marquage

- Couper les tubes à joindre orthogonalement à l'axe. En se servant d'un chiffon propre, nettoyer les traces de terre et de boue du tube sur au moins 500 mm en partant des extrémités.
- Marquer la longueur d'introduction en approchant le raccord enveloppé à côté du tube.

- Marquer avec un feutre indélébile blanc la surface oxydée du tube à enlever en s'étendant sur une longueur supérieure à la longueur d'introduction que l'on vient de marquer.

**NE PAS SORTIR LE RACCORD DU SACHET PLASTIQUE DANS CETTE ETAPE.**

#### Etape 2 : grattage

- À l'aide d'un racleur manuel ou mécanique, retirer uniformément la pellicule superficielle des tubes à jointer marquée avec un feutre.
- Veiller à enlever tout déchet éventuel de PE.
- Le cas échéant, utiliser un miroir pour vérifier que le grattage est complet sous le tube déjà posé.

**NE PAS TOUCHER LES SURFACES GRATTÉES.**

#### Etape 3 : épaisseur d'introduction

- Extraire le raccord du sachet en plastique en évitant de toucher la surface intérieure.
- Introduire le raccord sur le premier tronçon de tube (celui qui est déjà posé) jusqu'à la butée et marquer la profondeur d'introduction avec un feutre indélébile.
- Enlever le raccord du premier tronçon de tube et répéter l'opération sur le deuxième tronçon de tube (celui qui n'est pas encore posé).

#### Etape 4 : alignement

- Introduire l'aligneur/positionneur sans serrer les mâchoires.
- Introduire le raccord électrosoudable en veillant à ce qu'il soit centré par rapport à l'aligneur et que les extrémités des tubes soit introduites correctement dans le raccord jusqu'à la ligne marquée précédemment.
- Serrer les mâchoires de l'aligneur/positionneur.
- Tourner légèrement le raccord en veillant à ce que les tubes soient alignés.

#### Etape 5 : soudage

- Vérifier que le générateur a une autonomie suffisante pendant toute la période de soudure et vérifier que la machine à souder n'affiche aucun message de panne.
- Enlever les couvercles des terminaux du raccord.
- Brancher les broches aux terminaux du raccord.
- Introduire les données du raccord (diamètre, temps de fusion (FUSE) et de refroidissement (COOL)) dans la machine à souder.
- Si vous utilisez une machine polyvalente, il est suffisant de passer le crayon optique sur le code à barres quand elle le demande.
- Appuyer sur la touche de mise en marche et s'assurer que le cycle de fusion s'accomplit.

#### Etape 6 : répétition

- Une fois le cycle de réchauffement terminé, les indicateurs de fusion devraient avoir monté.
- Si cela ne s'est pas produit, il faudra enlever le raccord en coupant les tubes et commencer une

nouvelle jonction.

- Attendre le temps de refroidissement est empilé sur le raccord (COOL).
- Enlever les broches d'alimentation et l'aligneur/positionneur.



Etape 1



Etape 2



Etape 3



Etape 4



Etape 5

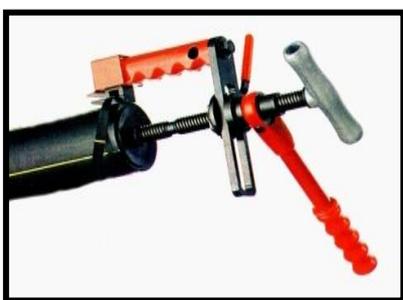


Etape 6

**Figure 2.17- Les étapes principales du soudage par électrofusion**

***Les procédures à respecter :***

Pour que ce soudage soit de bonne qualité, c'est-à-dire pour obtenir une jonction étanche aux fluides gazeux et une résistance mécanique satisfaisante, ce procédé consistant :  
 L'opération de nettoyage et de grattage des surfaces des éléments à souder est essentielle pour la bonne réussite du soudage. Le grattage doit être accompli à l'aide de racleurs manuels ou mécaniques (Figure 2.18) ; éviter tout autre moyen tel que râpe, toile émeri ou papier abrasif.



(a)



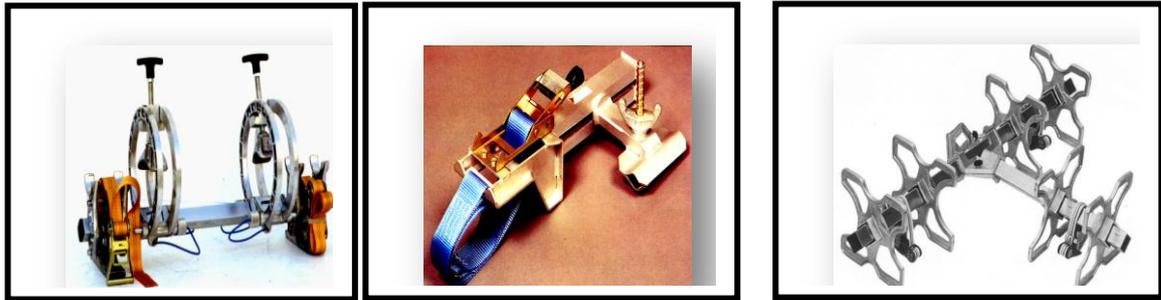
(b)

**Figure 2. 18 – a) grattage mécanique, b) grattage manuel**

Le positionnement/alignement est important dans le processus de soudage par électrofusion. Dans ce cas aussi, la bonne réussite du soudage dépend du travail de l'opérateur.

Le positionnement et l'alignement doivent être effectués au moyen d'outils spéciaux ; ces opérations sont essentielles pour garantir la co-axialité des éléments à joindre avec les raccords électrosoudables. Dans le cas des selles de dérivation, les positionneurs permettent de maintenir la position correcte par rapport à la tuyauterie et appliquent la pression nécessaire pour le soudage (Figure 2.19).

L'omission des appareils positionneurs/aligneurs ou le mauvais positionnement des éléments à joindre peut compromettre le résultat du soudage et donner lieu à des phénomènes d'encollage et de carbonisation.



**Figure 2.19- différents types de positionneurs**

Pour effectuer une jonction au moyen de raccords électrosoudables, il faut utiliser des machines à souder spécifiques qui débitent l'énergie requise par le soudage en fonction de la température ambiante et en signalant les problèmes de fonctionnement éventuels. Le temps de fusion pendant lequel la machine génère la tension électrique requise peut être paramétré manuellement ou relevé au crayon optique dans le code à barres appliqué sur les raccords (Figure 2.20). Chaque raccord est caractérisé par un temps de fusion bien précis qui doit être impérativement respecté. Le temps de chauffage doit être compris entre une durée minimale permettant d'obtenir après refroidissement un soudage correct entre les pièces, et une durée maximale inférieure à celle susceptible de provoquer une dégradation thermique des pièces. Avec les résistances actuelles du type fil électrique bobiné, on a remarqué que dans un certain nombre de cas la fusion et la mise en pression consécutive de la matière plastique des pièces induisent des contacts entre spires avec création de court-circuits, propres à induire justement des dégradations thermiques de la matière.



**Figure 2.20- crayon optique pour paramétrer le temps de soudage**

Au terme de la soudure, il est nécessaire d'atteindre le refroidissement de la jointure avant de retirer le positionneur. Dans cette phase, il ne faut pas bouger la jointure ni la soumettre à une contrainte extérieure quelle qu'elle soit. Le refroidissement doit s'accomplir de façon naturelle et pendant la durée établie indiquée sur le raccord.

Dans les systèmes de soudage actuels certains défauts de jonction peuvent également survenir, compte tenu de la relative imprécision des principes utilisés pour la détermination de la durée optimale du chauffage correspondant au "temps de soudage", c'est-à-dire à la durée pendant laquelle la résistance électrique va être alimentée en courant électrique.

Lorsque le temps de soudage est défini automatiquement, l'arrêt du soudage est souvent obtenu à l'aide de capteurs que l'on dispose dans des puits ménagés dans la pièce de raccordement dans des endroits localisés de la zone de soudage et à une distance non négligeable du fil électrique bobiné de chauffage. Compte tenu de l'espacement entre ces puits, de leur disposition et relativement de faible conductivité thermique des matières plastiques employées, si des court-circuits surviennent, ceux-ci ne peuvent au mieux qu'être détectés avec un certain retard.

On notera également que la réalisation d'un raccord électrosoudable avec un fil bobiné intégré nécessite une étape longue et délicate de bobinage du fil.

Une autre solution pour remédier en particulier aux inconvénients susmentionnés, par l'utilisation d'un élément chauffant constitué autour d'une mince couche ou feuille électriquement conductrice adaptée pour se rompre à une température optimum et pouvant être déposée sur un film polymère de préférence de nature différente du polymère plastique constituant les pièces à assembler [14].

### 2.3.2.2 Soudage bout à bout (Soudure par plaque ou lames chauffantes)

Le Principe est d'appliquer deux pièces sur une surface chauffée (miroir) jusqu'à la fusion des surfaces, puis on les serre l'une contre l'autre après escamotage du miroir (Figure 2.21) pour assurer le mélange intime et à laisser refroidir l'assemblage ainsi constitué.

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 2.22). Sa forme est utilisée généralement pour donner une première indication visuelle de la qualité de la soudure.

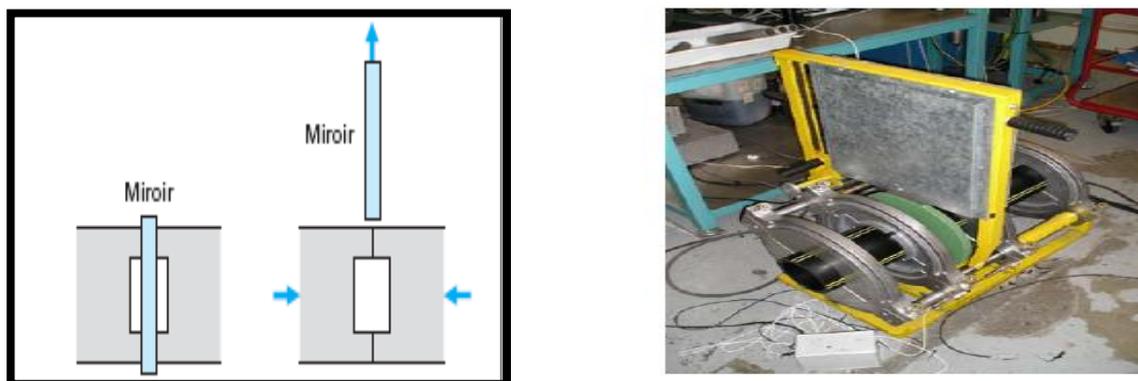


Figure 2. 21 - principe de soudage par miroir

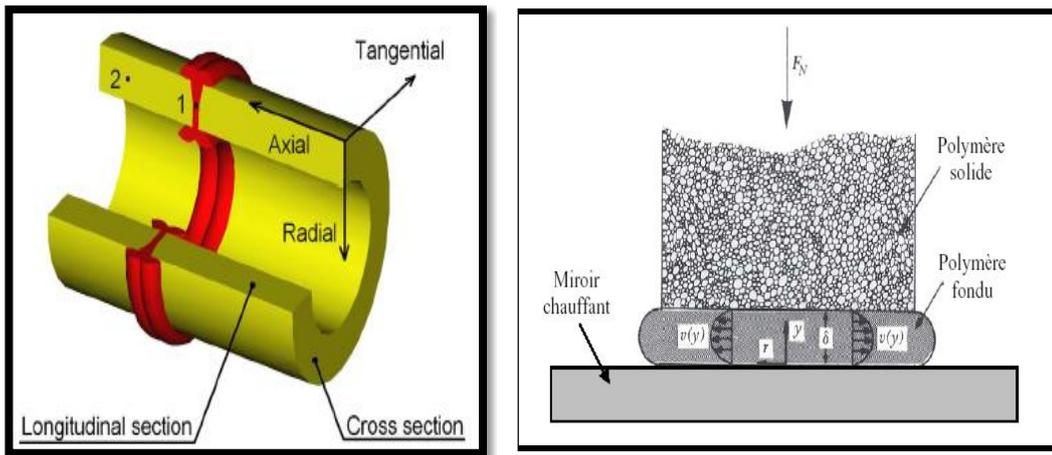


Figure 2.22 – Schéma de la formation du bourrelet au contact du miroir chauffant

*Les étapes principales du soudage bout à bout :*

Le soudage bout à bout peut être divisé en quatre phases distinctes (Figure 2.23), bien représentées sur un diagramme temps – pression - température (Figure 2.24), qui se retrouvent dans la plupart des études du procédé (Stokes [15] et Wolters et Venema [16]).

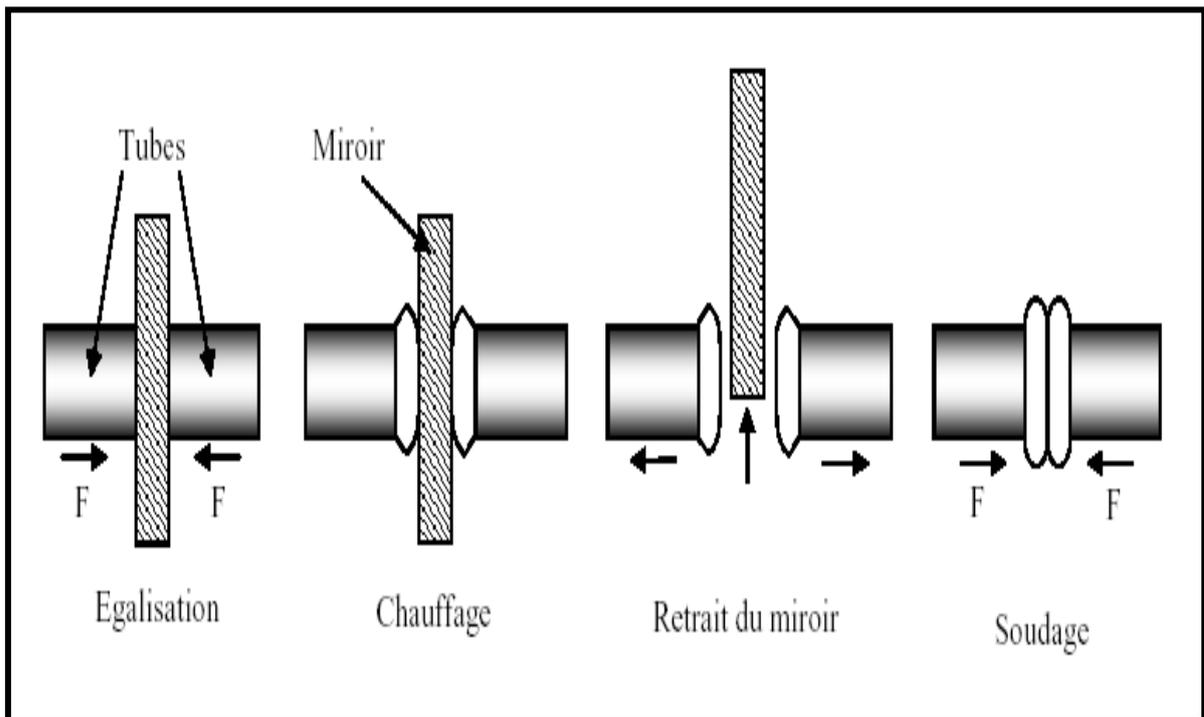


Figure 2.23 – Les étapes du soudage bout à bout

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.

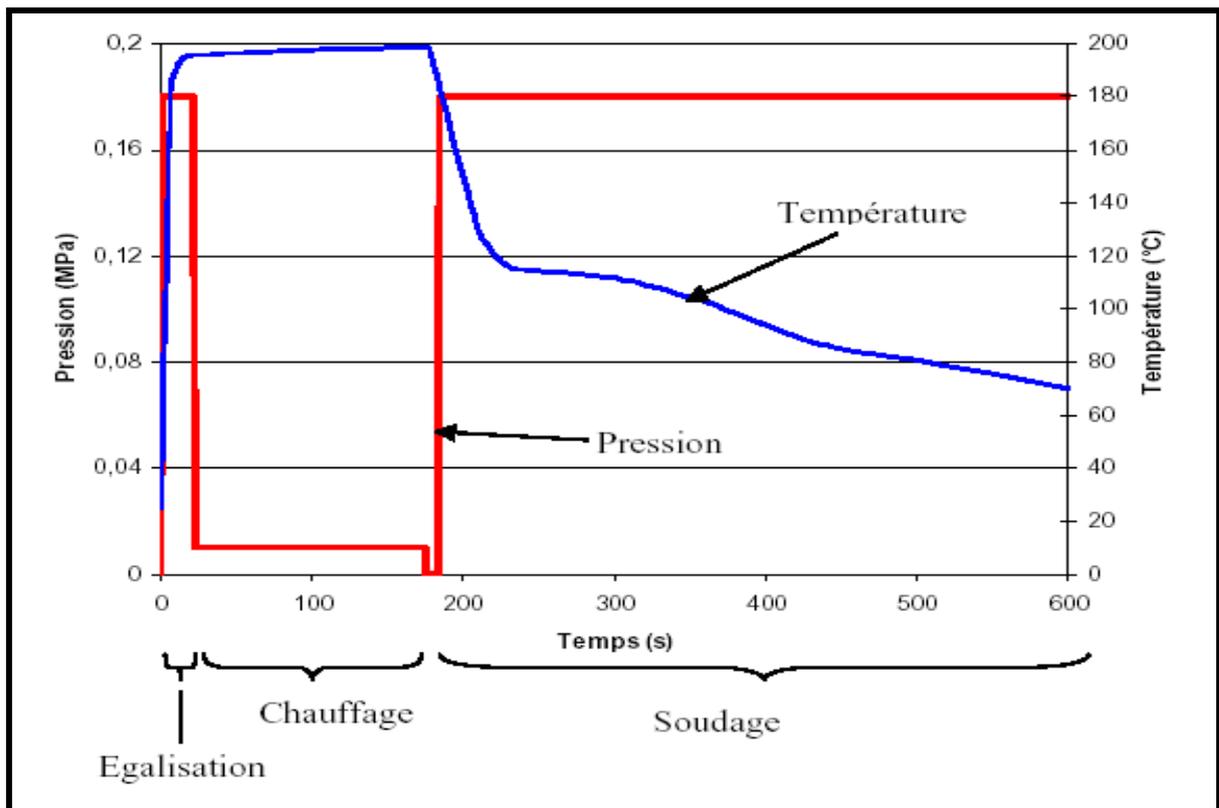


Figure 2.24 – Diagramme temps – pression – température

**Avantages de soudage bout à bout :**

- Pas d'achat de composants ou de faibles coûts
- Utilisable sur les très gros diamètres (180 et au-delà ) pour des coûts très inférieurs aux raccords électrosoudables .

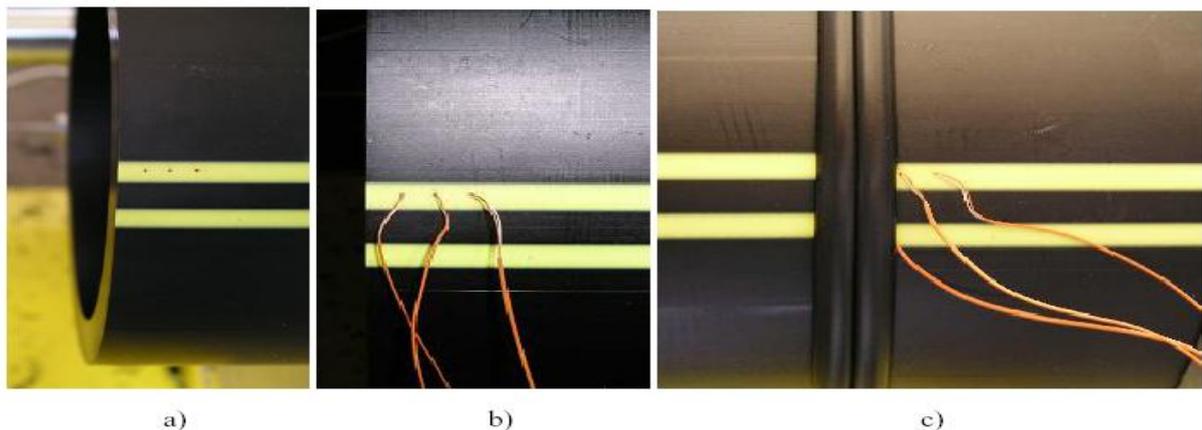
**Contrainte par rapport à l'électrofusion :**

- Pas de sécurisation (point fort des assemblages).
- Bourrelets résiduels intérieur et extérieur.
- Difficile à utiliser avec les tubes conditionnés couronnes et en tourets.
- Nécessite d'une mobilité longitudinale des tubes (réparations impossibles remblaiements à l'avance impossible).
- Outillage lourds, encombrant, souvent peut adapter aux conditions de chantier.
- Incompatibilité avec les intempéries puisque la zone de soudage est à nu pendant un certain temps.

Notre étude thermique est appliquée au procédé de soudage bout à bout. Les paramètres de soudage qui sont mentionnés ci-dessous seront utilisés comme valeurs de base pour la plupart des essais et sont appelées "Paramètres standards" ou "paramètres moyens". 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.

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 [17, 18], 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.

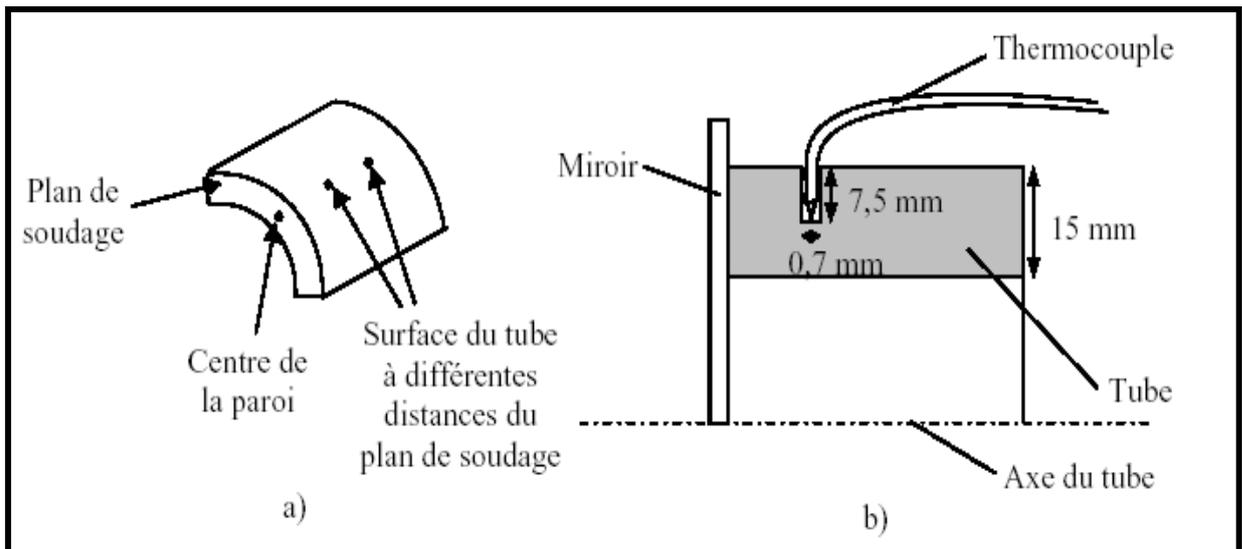


**Figure 2.25 – Positionnement des thermocouples dans les tubes : a) perçage des trous, b) mise en place des thermocouples, c) position des thermocouples après soudage**

Il est donc important de connaître l'évolution de la température de la matière en plusieurs endroits du tube. 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. on peut obtenir ces mesures à partir de la thèse de doctorat d'Olivier Hehn [19].

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. (Figure 2.26) montre le positionnement de trois thermocouples situés à différentes distances de l'extrémité du tube.



**Figure 2.26 – a) Quelques points de mesures de température dans le tube ; b) Implantation des thermocouples au centre de la paroi du tube (vue en coupe)**

#### 2.4. Conclusion

Pour bien comprendre la dégradation thermique du polyéthylène au cours de mise en œuvre et sous certaines conditions opératoires, il est possible de provoquer une dégradation des chaînes conduites une structure rigide irréversible donc il est important :

- De faire une présentation générale de phénomène et procédés de soudage.
- de contrôler et de régler les paramètres essentiels : température de l'interface, pressions, temps et courses.
- De se fait une optimisation des paramètres de soudage à partir des points suivants : déterminer la température de l'interface ; définir le temps de chauffage ; ajuster la course de soudage ; choisir les pressions de chauffage et de soudage. L'un de ces paramètres par exemple la température de soudage ne soit pas supérieure à la température de dégradation du matériau :

$$T_H = T_F + 70 \text{ C}^\circ$$

Nous avons terminés ce chapitre par les résultats expérimentaux de températures qui permettent notamment de déterminer les conditions aux limites thermiques et de valider les résultats obtenus.

## Introduction

La compréhension des phénomènes de dégradation thermique des polymères est extrêmement importante d'un point de vue scientifique et industriel. En conséquence, La première partie de ce chapitre sera consacrée à l'identification de phénomène de dégradation thermique du polymère par les méthodes d'analyse thermique, suivi par une deuxième partie qui illustre les effets possibles de la dégradation thermique sur un polymère en précisant la nature des mécanismes mis en jeu. La troisième partie consiste l'application des deux parties précédentes sur un polyéthylène haute densité. Dans la littérature, en polyéthylène il existe peu d'études consacrées à l'influence de l'oxygène sur ces mécanismes.

### 3.1. Identification des phénomènes

Afin de comprendre la dégradation thermique du polyéthylène pendant un chauffage à haute température sous gaz inerte (thermo-dégradation) ou sous air (thermo-oxydation), trois méthodes mentionnées auparavant (TG, DSC et DTA) (Tableau 3.1) peuvent fournir des informations concernant la stabilité thermique des matériaux et les changements d'enthalpies pendant la décomposition thermique ou pendant les changements de phase [20].

Technique	Paramètre mesure	Instrument utilisé
Thermogravimétrie (TG)	Masse	Thermo balance
Analyse Thermique Différentielle (DTA)	Différence de températures	Appareil DTA
Calorimétrie Différentielle Programmée (DSC)	Différence de flux de chaleur	Calorimètre DSC

**Tableau 3.1- Exemple de techniques d'analyse thermique**

#### 3.1.1. L'analyse thermogravimétrie

C'est une technique dans laquelle la variation de masse d'un échantillon est mesurée en fonction du temps ou de la température lorsque la température de l'échantillon change de façon contrôlée (dite aussi en mode programmée) dans une atmosphère déterminée. L'appareille de mesure est la **thermo balance**.les analyses thermogravimétriques (ATG) ont été réalisées pour suivre l'évolution de la perte de masse suivant un cycle thermique simple préprogrammé. Cette méthode est classiquement utilisée pour étudier la dégradation d'un large domaine de matériaux, et notamment les polymères [21,22].

Les données de TGA peuvent fournir des informations sur la stabilité thermique des différents matériaux polymères, le taux et le montant des produits volatils à laquelle ils donnent lieu en vertu d'une série de conditions bien contrôlées, et le montant du résidu solide correspondant. Les expériences impliquent à la fois des mesures isothermes de perte de poids et de

techniques non isotherme. La technique nécessite un chauffage isotherme presque instantané de l'échantillon de polymère à la température désirée. La technique non isotherme entraîne une augmentation linéaire de la température programmée de l'échantillon en fonction du temps. Il est également très pratique pour obtenir le taux de perte de masse en fonction du temps à partir de données de la dérivée de la thermogravimétrie (DTG) par différenciant la courbe TGA (Figure 4.1). DTG est une bonne procédure pour identifier la gamme de température au cours de laquelle les différentes étapes de la décomposition thermique de prendre place et l'ordre dans lequel elles se produisent. En plus de la vitesse de décomposition, la chaleur impliquée dans le processus de décomposition est également d'intérêt.

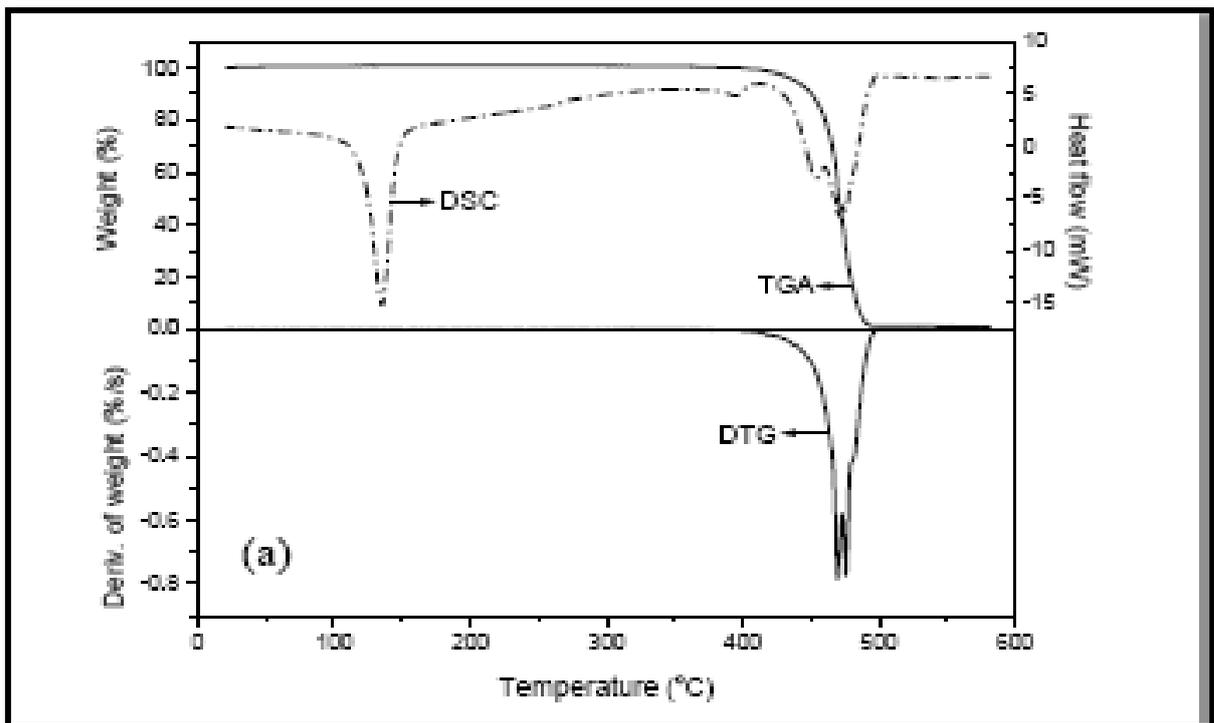


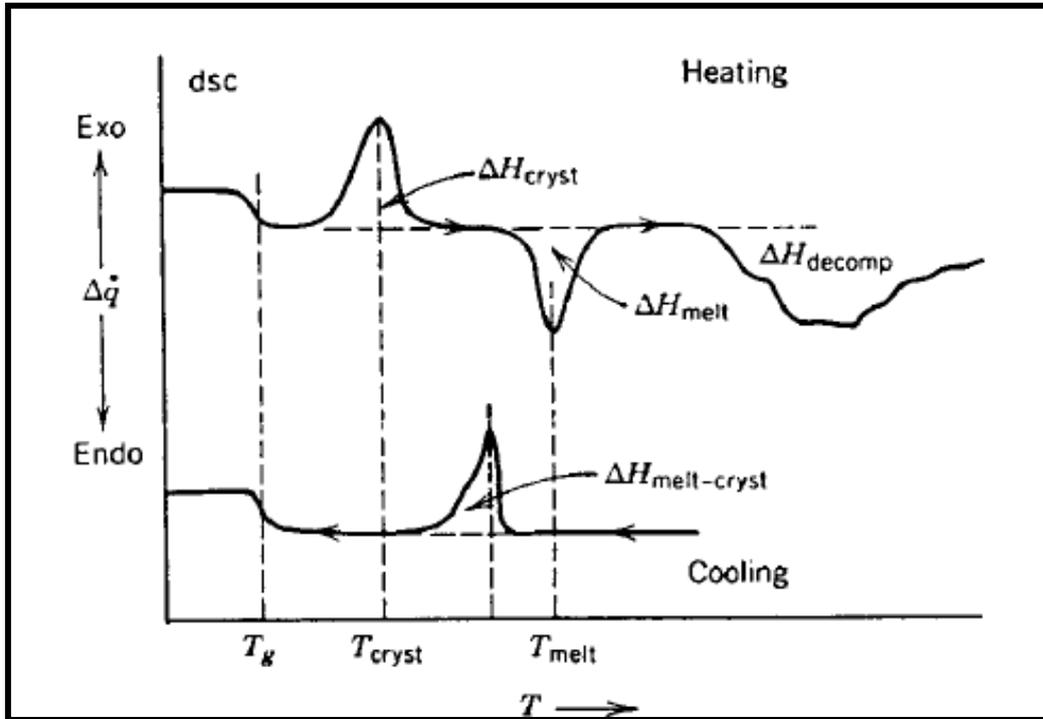
Figure 3.1 - courbe DTG et TGA du polyéthylène haute densité

### 3.1.2. Calorimétrie différentielle à balayage

#### 3.1.2.1. Description de la technique

La calorimétrie différentielle à balayage est aussi appelée Analyse Enthalpique Différentielle ou DSC (Differential Scanning Calorimetry). La DSC conventionnelle est une technique d'analyse des transitions thermiques dans les matériaux [23]. Elle fournit des informations sur les températures auxquelles se produisent les transitions, ainsi que sur la mesure quantitative de la température associée. Des températures de transitions thermodynamiques du premier ordre (fusion) ou de second ordre (transition vitreuse) peuvent ainsi être déterminées. Une courbe de DSC typique pour un polymère semi-cristallin [24] est montrée à la (Figure 4.2) où l'on peut voir un premier palier qui correspond à la transition vitreuse, un pic exothermique de cristallisation (transformation de la matière amorphe en matière cristalline) et le pic

endothermique de fusion. A des températures suffisamment élevées, le polymère peut se décomposer si la température de stabilité thermique du polymère est dépassée, des réactions de dégradation peuvent avoir lieu. Ces réactions peuvent être exothermiques ou endothermiques, selon la nature chimique du polymère et l'atmosphère environnant (inerte ou oxydative).



**Figure 3.2 - Courbe DSC d'un polymère semi-cristallin.  $T_g$ : température de transition vitreuse,  $T_{cryst}$ : température de cristallisation,  $T_{melt}$ : température de fusion,  $\Delta H_{cryst}$ : enthalpie de cristallisation,  $\Delta H_{melt}$ : enthalpie de fusion,  $\Delta H_{decomp}$ : chaleur de dégradation**

La MDSC (Modulated Differential Scanning Calorimetry) a été développée par Reading (TA Instruments) [25] ; cette technique est une extension de la DSC qui procure des informations supplémentaires sur la structure et le comportement des matériaux. Les fonctions offertes par cette technique fournissent des informations spécifiques:

- mesure de la chaleur spécifique et du flux de chaleur en un seul essai,
- découpage de transitions complexes en un nombre de composantes plus facilement interprétables,
- plus grande sensibilité pour la détection de petites transitions,
- plus grande résolution des transitions, sans perte de sensibilité,
- meilleure précision de mesure de la cristallinité des polymères,
- détermination directe de la conductibilité thermique et,
- dé-convolution du flux de chaleur total en un flux de chaleur dits "réversible" et un flux de chaleur "non réversible".

### 3.1.2.2. Température de fusion, enthalpie de fusion et taux de cristallinité

La fusion est une transition endothermique qui, au chauffage, fait passer un matériau d'un état solide cristallin ou amorphe à un état liquide. En calorimétrie la température de fusion  $T_f$  est déterminée à partir de l'extremum du pic de fusion. L'enthalpie de fusion  $\Delta H_f$  est l'énergie nécessaire à la fusion et elle est calculée par intégration du pic DSC en fonction du temps. Le taux de cristallinité est calculé à partir du rapport entre l'enthalpie de fusion de l'échantillon  $\Delta H_f$  et celle du même matériau entièrement cristallisé  $\Delta H_f^\circ$  pour le PEHD  $\square \Delta H_f^\circ = 259\text{J/}$  [26].

### 3.1.2.3. Principe du Calorimètre Différentiel

Tandis qu'un calorimètre classique mesure le flux de chaleur absorbé ou dégagé par un échantillon, un calorimètre différentiel mesure le flux de chaleur nécessaire à un échantillon pour maintenir sa température à la même température qu'une référence inerte soumise au même cycle thermique. Par convention, quand la chaleur est absorbée par l'échantillon une transition endothermique a lieu et l'échantillon dégage de la chaleur, il s'agit d'une transition exothermique (Figure 3.3).

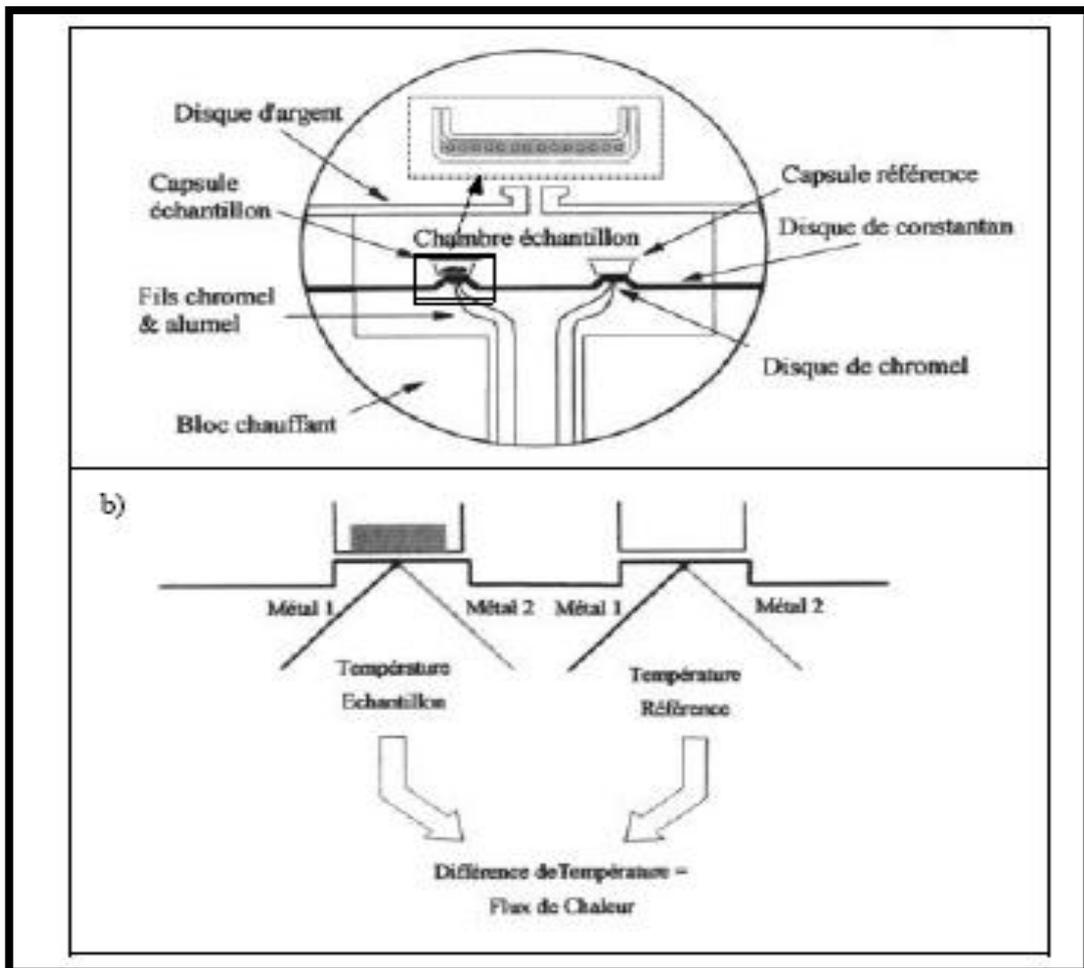


Figure 3.3 - (a) Schéma de la cellule DSC/MSDC. (b) Mesure du flux de chaleur

**(TA Instruments).**

L'équation générale décrivant la réponse calorimétrique :

$$\frac{dQ}{dt} = C_p \frac{dT}{dt} + f(t, T)$$

$\frac{dQ}{dt}$  : flux de chaleur

$\frac{dT}{dt}$  : vitesse de chauffe

$C_p$  : chaleur spécifique de l'échantillon

$t$  : temps

$f(t, T)$  : Fonction dépendant du temps et de la température qui régit la réponse cinétique de n'importe quelle transition physique ou chimique observée en DSC.

Cette équation montre que le flux de chaleur total est constitué de deux composantes : l'une dépend de la vitesse de chauffe [ $C_p (dT/dt)$ ], tandis que l'autre ne dépend que de la température absolue [ $f(t, T)$ ]. En d'autres termes, l'une des composantes (la composante de chaleur spécifique) suit directement la vitesse de chauffe modulée, et l'autre ne suit pas cette vitesse (composante cinétique).

La MDSC mesure le flux de chaleur total ( $\phi_{FC}$ ) et le sépare en deux composantes : un flux de chaleur "réversible" ( $\phi_{REV}$ ) et un flux de chaleur "non réversible" ( $\phi_{NREV}$ ). La définition de ces différents flux correspond à certains événements thermiques identifiés [27,28]:

- $\Phi_{REV}$ , composante de capacité calorifique : transitions thermodynamiques telles que la fusion ou la transition vitreuse
- $\Phi_{NREV}$ , réponse dite cinétique (phénomènes se déroulant dans le rythme de la modulation) : telles que la cristallisation à froid, la décomposition, la polymérisation, la relaxation des contraintes ou encore l'évaporation.

Le flux de chaleur total ( $\phi_{FC} = \phi_{NREV} + \phi_{REV}$ ) contient les mêmes informations qu'une réponse de DSC classique, aussi bien qualitativement que quantitativement [29].

## 3.2. Effets et mécanismes de la dégradation thermique

### 3.2.1. Effets de la dégradation thermique

Comme nous l'avons vu précédemment, un polymère subit des phénomènes de dégradation thermique lorsqu'il est porté à température élevée. Cette dégradation est un **vieillessement chimique** qui s'accompagne de modifications structurales irréversibles du réseau macromoléculaire (par opposition au vieillissement physique, majoritairement réversible). Les effets de la dégradation thermique sont nombreux et varient fortement en fonction du polymère et des conditions de vieillissement considérées [30]. Selon l'environnement gazeux considéré, il faudra tenir compte de la dégradation par **thermolyse**, processus purement thermique et, en présence d'oxygène, de la **thermo-oxydation**, qui implique les effets combinés de la température et de l'oxydation. Les effets potentiels de la dégradation thermique sont :

### • L'oxydation surfacique du polymère

Ce phénomène de thermo-oxydation s'accompagne généralement d'un changement de couleur en surface du polymère [31]. Il s'explique par la diffusion de l'oxygène de l'air au sein du polymère suivi par des réactions d'oxydation qui conduisent à la formation d'une couche oxydée en surface (Thin Oxidized Layer, TOL) [32, 33,34]. Après [35] L'effet de l'oxydation du polyéthylène est un effet exothermique apparaît à la température 490°C attribué à l'oxydation du polyacétyle obtenu par processus de réticulation de l'éthylène recueilli de la dépolymérisation à une température T=310°C, avec une perte de masse de 14% suivi d'un deuxième effet à T=400°C (perte de masse 46%).

Les travaux de Verdu, permettent d'estimer l'épaisseur de la TOL en considérant les vitesses respectives de diffusion de l'oxygène au sein du polymère et de consommation de cet oxygène par des réactions d'oxydation. Cette épaisseur est généralement une fonction décroissante de la température, mais l'observation inverse peut être réalisée si l'énergie d'activation des réactions d'oxydation est inférieure à l'énergie d'activation de diffusion [36]. Il est évident que ce processus d'oxydation n'a pas lieu lors de vieillissement sous atmosphère inerte sur lesquels nous reviendrons.

### • Scissions de chaînes & réticulation

Verdu distingue quatre familles de processus pouvant avoir lieu lors du vieillissement thermique sous atmosphère inerte, à savoir les **coupures statistiques** de chaînes, qui interviennent aléatoirement le long du réseau, la **dépolymérisation**, c'est à dire la reformation des unités structurales initiales, la **réticulation** et les **réactions au niveau des groupements latéraux** [37]. D'après Van Krevelen, les effets les plus importants de la dégradation thermique sont la dépolymérisation et les coupures statistiques de chaînes [38]. De même, différents auteurs mettent en évidence la fragilité des nœuds de réticulation et donc l'importance du mécanisme de dépolymérisation [32, 39]. Les avis divergent sur l'importance relative à accorder aux mécanismes purement thermiques de **thermolyse**. Pour Pogany, la dégradation thermique est même plus sévère sous atmosphère inerte qu'elle ne l'est sous air puisque l'effet néfaste des coupures de chaînes n'est même pas partiellement compensé par la re-réticulation qu'il observe après vieillissement en présence d'oxygène. En effet, le vieillissement thermique peut conduire à la formation de **radicaux libres** susceptibles de se recombinaison et donc d'augmenter le degré de réticulation du réseau [40]. De nombreux auteurs pensent que ces recombinaisons couplées avec des **réarrangements moléculaires** aboutissent à la formation d'un résidu chimique thermiquement plus stable [40, 41, 42]. Selon eux, ce résidu aurait une structure chimique complexe.

### *Le processus de décomposition thermique :*

La décomposition thermique est un phénomène endothermique qui nécessite l'apport d'une énergie supérieure à l'énergie des liaisons chimiques des macromolécules (de 200 à plusieurs centaines de kJ.mol<sup>-1</sup>). Les énergies des principales liaisons chimiques

et les densités d'énergies cohésives (DEC) de quelques matériaux polymères sont présentées successivement en (Tableau 3.2) [43] (Tableau 3.3) [44].

Liaisons	Energie (kJ.mol <sup>-1</sup> )	Liaisons	Energie (kJ.mol <sup>-1</sup> )
C≡N	875	P-O	376
C=C	837	Si-O	372
C=O	728	C-O	364
C=C	607	N-H	351
C-C (aromatique)	519	C-C (aliphatique)	348
C-F	498	C-Cl	327
P=O	460	C-Br	288
O-H	460	C-S	276
C-H (éthylénique)	443	C-N	272
C-H (méthane)	410	O-O (péroxyde)	268
N-H	391	C-I	214

Tableau 3.2 - Energies de quelques liaisons chimiques

Polymer	Repeat Unit	Cohesive Energy Density (J/cm <sup>3</sup> )
Polyethylene	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	259
Polyisobutylene	-CH <sub>2</sub> C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> -	272
Polyisoprene	-CH <sub>2</sub> C(CH <sub>3</sub> )=CHCH <sub>2</sub> -	280
Polystyrene	-CH <sub>2</sub> CH(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )-	310
Poly(methyl methacrylate)	-CH <sub>2</sub> C(CH <sub>3</sub> )(COOCH <sub>3</sub> )-	347
Poly(vinyl acetate)	-CH <sub>2</sub> CH(OCOCH <sub>3</sub> )-	368
Poly(vinyl chloride)	-CH <sub>2</sub> CHCl-	381
Poly(ethylene terephthalate)	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCOC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> COO-	477
Poly(hexamethylene adipamide)	-NH(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> NHCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CO-	774
Polyacrylonitrile	-CH <sub>2</sub> CHCN-	992

Tableau 3.3 - densités d'énergies cohésives de quelques polymères

Le processus de décomposition thermique est généralement caractérisé par un certain nombre de paramètres expérimentaux [38], le (Tableau 3.4) résume plusieurs paramètres importants sur la décomposition thermique de certains polymères:

- 1- la température de la décomposition initiale,  $T_{\text{initiale}}$  ou  $T_{99\%}$
  - 2- la température du taux maximal de décomposition,  $T_{\text{max}}$ , au cours de laquelle le taux de perte de masse est de maximum.
  - 3- la moyenne de l'énergie d'activation,  $E_a$ , déterminée à partir de la dépendance en température du taux de perte de poids, en supposant que le processus de décomposition est une réaction de premier ordre.
  - 4- rendement char, le résidu solide à gauche température très élevée.
  - 5- une chaleur de décomposition,  $\Delta H$ , chaleur dégagée ou absorbée lors de la décomposition.
- En outre, il a été constaté que la température au maximum du flux de chaleur (sommet de la courbe DSC) est très proche de la température au taux de perte de masse maximale (pic de la

courbe DTG), ce qui indique que la chaleur et la perte de masse, événements lors de la décomposition sont interdépendants.

Polymers	T <sub>99%</sub> <sup>a</sup> (°C)	Max. Mass loss rate (10 <sup>3</sup> /s)	T <sub>max</sub> <sup>b</sup> (°C)	T <sub>max'</sub> <sup>c</sup> (°C)	ΔH <sup>d</sup> (J/g)	Char Yield (%)	Ea <sup>e</sup> (kJ/mol)	ΔT <sup>f</sup> (°C)
PMMA <sup>g</sup>	167	2.06	370	371	687	0	254 46 158	147-170 199-282 312-412
Poly(chloral)	194	1.19	221	277	380	0	-	-
P(α-M-S) <sup>g</sup>	202	2.52	336	340	443	0	47 149	155-285 285-344
PVC <sup>h</sup>	246	1.74	294	285	140	6	140 206	183-300 383-458
PAN <sup>h</sup>	283	5.0	310	291	-444 <sup>i</sup>	39	158	240-313
POM	316	4.56	384	386	937	0	232	312-395
PS	336	5.29	417	418	683	0	289	351-420
PBT	350	4.18	404	402	281	0	298	331-411
PP	363	5.23	461	450	370	0	97 394	316-376 408-477
Nylon 66	372	3.45	452	452	140	0	238	356-474
BPC II- polyarylate	372	0.6	472	466	-302 <sup>i</sup>	51	166	290-393
PET	382	3.70	440	432	174	8	281	347-450
PPO	397	2.48	456	461	150	23	306	417-453
HDPE	413	6.4	471	471	256	0	242 476	387-452 453-495
PTFE <sup>h</sup>	456	2.9	573	579	447	0	247 368	416-506 537-588
PC	448	3.8	514	478	111	17	298	430-520
PI	461	0.5	602	602	62	52	106	445-594
PPhS	481	1.71	573	-	-	42	226	480-575
PHA <sup>h</sup>	250 586	0.4	633	-	-	56	43 366	227-354 567-593
Kevlar <sup>®</sup>	513	1.96	576	578	228	31	368	515-571
PEEK	539	2.2	586	-	-	46	512	530-576
PBZT	659	0.38	729	707	338	58	286	653-718

**Tableau 3.4 - les paramètres importants sur la décomposition thermique de certains polymères**

Les indices si dessous indiquent les valeurs suivantes :

A : Température de 1% de perte de poids

b : Température au taux maximum de perte de masse

C : Température au sommet du flux de chaleur (déterminée à partir de la courbe DSC)

d : Chaleur de décomposition (déterminée à partir des courbes DSC)

E : l'énergie d'activation calculé selon les courbes de TGA

f : Plage de température pour les calculs de Ea

g : Plusieurs stades de décomposition, selon le poids moléculaire

h : deux stades de décomposition distinctes

i : pic exothermique de décomposition

- **Perte de masse**

Verdu note que la majorité des processus de dégradation s'accompagne de dégagement gazeux et qu'il est donc possible d'utiliser des critères gravimétriques (vitesse de perte de poids due à l'émission de volatils) pour réaliser un classement des stabilités. Au contraire, Dyakonov et al. Concluent que, si les produits de dégradation formés sont non volatils, il peut se produire de nombreuses coupures de chaînes sans pour autant observer une importante perte de masse [45]. Cette opinion est partagée par Hilaire qui rappelle qu'il existe de nombreux mécanismes de dégradation qui, par scissions de chaînes sans production de volatils, conduisent à une baisse des propriétés mécaniques sans pour autant s'accompagner d'une perte de masse [32]. Pour lui, les produits de dégradation seront, soit volatils, soit dissous dans la matrice et éliminés lentement par diffusion. Pour ces auteurs, il est donc délicat de tirer des conclusions sur les mécanismes de thermodégradation seulement à partir de données gravimétriques [45, 31,32]. Néanmoins, la majorité des études de la littérature utilisent les techniques gravimétriques afin d'expliquer les mécanismes de vieillissement thermique [45, 46, 47, 48, 31]. Les auteurs comparent la stabilité thermique, soit de différents polymères, soit du même produit sous différentes conditions. Ainsi [49] applique La méthode isoconversionnelle à l'étude de la cinétique de la dégradation thermique et thermo-oxydatif du PS, PE et PP. La méthode a donné des dépendances de l'énergie d'activation effective de la mesure de la dégradation du polymère. Rao et Rao déterminent une corrélation entre l'énergie d'activation de dégradation et la microstructure chimique d'une famille de thermoplastiques [Rao, 1999]. Rose compare la stabilité thermique de réseaux TGMDA/DDA et TGMDA/DDS et obtient des énergies d'activation respectives de  $124 \pm 3$  et  $128 \pm 3$  kJ/mole, elle conclue donc aux mêmes mécanismes de dégradation thermique quel que soit le système étudié [42]. Marais et al. expliquent l'évolution de masse au cours du vieillissement thermique sous air d'une résine bismaléimide en décomposant la dégradation thermique en trois stades [50], une perte de masse initiale et rapide causée par le départ des produits volatils dont l'eau, suivi d'une prise de poids par diffusion de l'oxygène au sein du polymère, cet oxygène pouvant, soit se lier chimiquement au réseau, soit être piégé dans le volume. Enfin, une perte de masse par rupture des chaînes et départ des produits de dégradation volatils ainsi formés.

### 3.3. La dégradation thermique du polyéthylène haute densité

Dans la plupart des cas, un polymère solide, lorsqu'il est chauffé à une certaine température, il se décompose pour donner des quantités variables de produits volatils et les résidus solides. Ces résidus peuvent être charbonneux (char), inorganique (provenant de hétéroatomes contenus dans le polymère d'origine, soit au sein de la structure ou à la suite de l'incorporation d'additifs), ou une combinaison des deux [51]. La raison de l'absence de cendres en HDPE (Tableau 3.5), il décompose complètement sans formation de résidus tant pour les taux de chauffage (Tableau 3.6).

Substance	Moisture (%)	Volatile matter (%)	Fixed carbon (%)	Ash (%)	C (%)	H (%)	N <sup>a</sup> (%)	O <sup>b</sup> (%)
HDPE	0	100	0	0	84.95	14.30	0.55	0.2

**Tableau 3.5 - La composition chimique du PEHD**

a : Sec, sans cendres.

b : Par différence.

	Heating rate (°C/min)	First stage		Second stage		Third stage		Residue (wt %)	Maximum percentage degradation per minute
		TR (°C)	PT (°C)	TR (°C)	PT (°C)	TR (°C)	PT (°C)		
HDPE	05	400-500	490					00	16
	20	418-520	501					00	57

**Tableau 3.6 - température de dégradation du PEHD**

Dans le cas de résine du PE le mécanisme de la décomposition thermique tel que la scission aléatoire de la chaîne est une voie de dégradation primaire, il peut également se résulter la ramification de la chaîne du polymère [52]. Les deux (scission et la ramification) se produisent simultanément donnant au lieu une étape de la perte de masse. Le mécanisme en chaîne de dégradation du PE, d'après les travaux de Bockhorn et coll. [53], est présenté sur la (Figure 3.4).

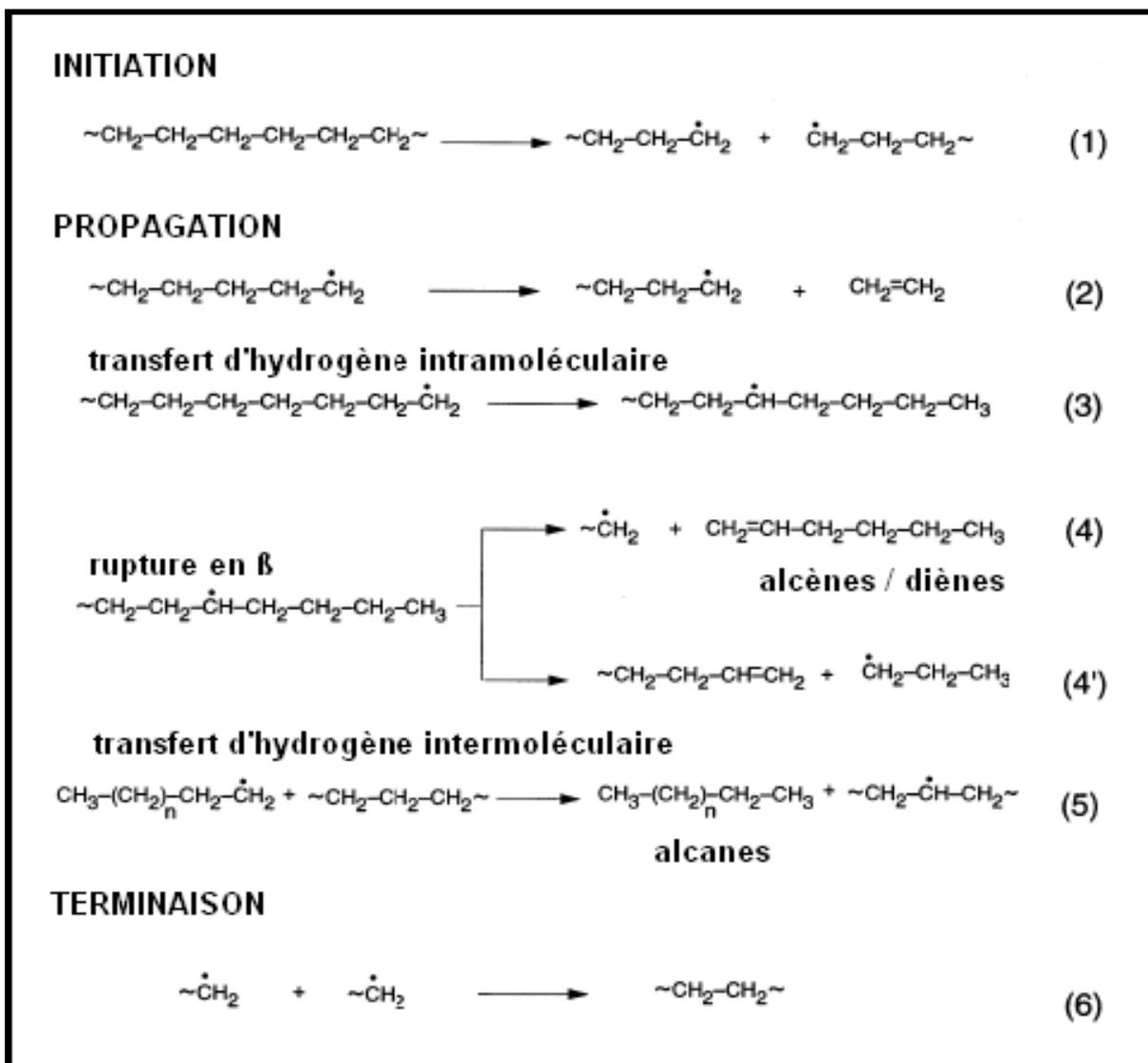


Figure 3.4 - Mécanisme de dégradation du polyéthylène [BOC 99]

Comme on peut le voir sur les (Figures. 3.5 (a) et (b)), la nature de courbes de thermo gravimétrie (TG) et thermo gravimétrie différentielle (TGD) pour la dégradation thermique du polyéthylène haute densité ne change pas avec la vitesse de chauffage. Il peut être remarqué sur la courbe TG que la perte de masse se produit en une seule étape et le décalage de la courbe vers la droite pour un taux plus élevé de chauffage. La Décomposition en une seule étape se traduit également par un seul pic de la courbe DTG. La dégradation de HDPE commence à 400 C° et se termine par environ 500 C° pour une vitesse de chauffage de 5 C° / min. Comme le montre (le tableau 3.6).

les valeurs de TR et la température de peak TP sont passés à une température plus élevée sur l'augmentation du taux de chauffage de 5 à 20 C° / min. Il montre également la plus forte valeur du taux maximum de perte de masse avec le taux de chauffage. Un tel changement se produit en raison de l'endothermicité de deux étapes [54], à savoir, la fusion de HDPE et de sa dégradation.

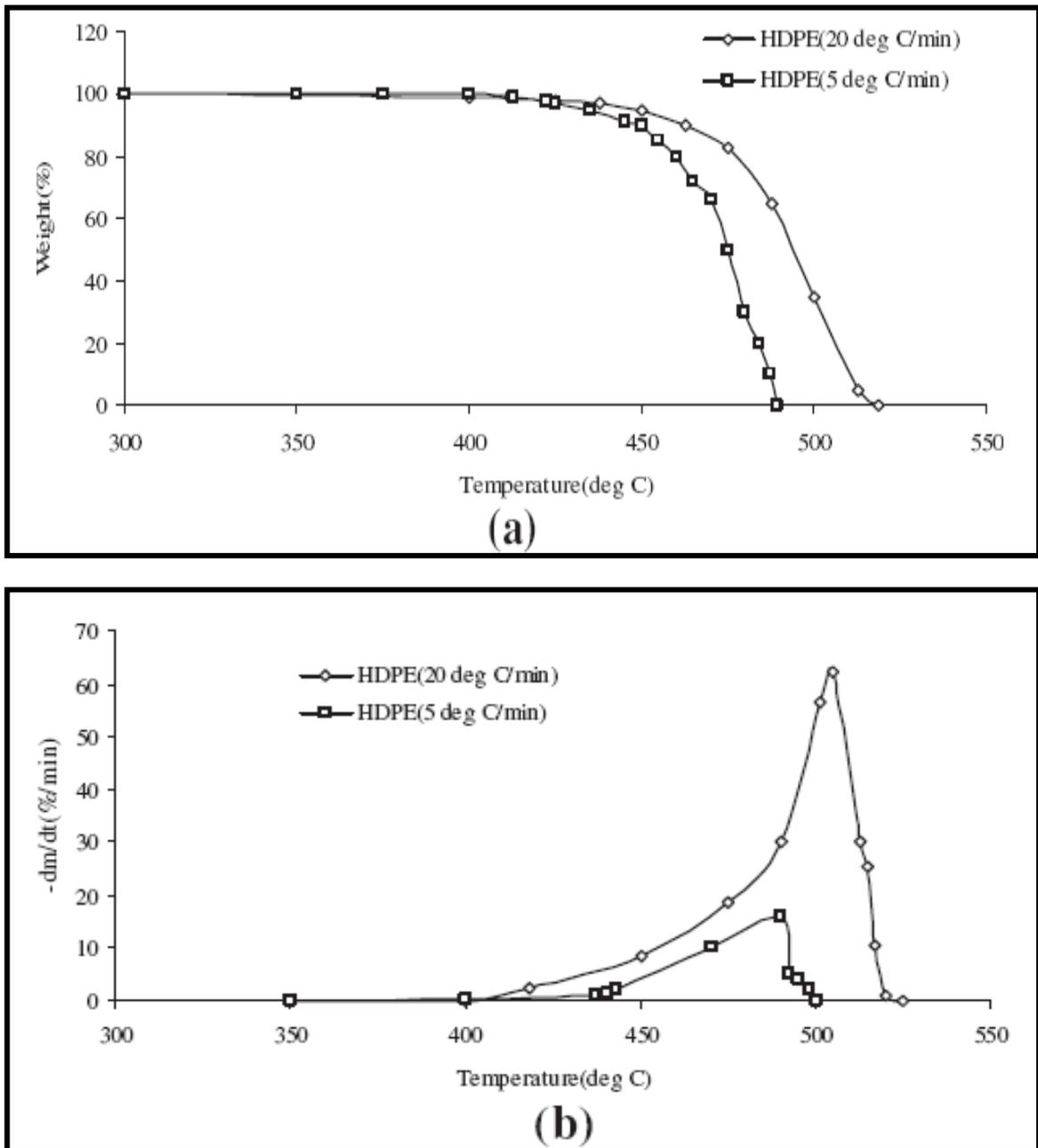


Figure 3.5 - courbes. (a) TG et (b) DTG du HDPE en différents taux de chauffages.

### 3.4. Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis de mettre en évidence la complexité des mécanismes de dégradation thermique ainsi que l'influence généralement importante de l'environnement gazeux considéré, Il ressort de cette étude qu'il est préférable d'associer l'étude de l'évolution des propriétés du matériau aux techniques d'analyses gravimétriques qui permet de déterminer les paramètres cinétiques de la dégradation dont, le plus important, l'énergie d'activation ( $E_a$ ) qui fera déterminer au chapitre ultérieur .

## 4. Modélisation de soudage bout à bout

### Introduction

La modélisation thermique va nous permettre de simuler l'évolution des champs de température dans une pièce lors de procédé de soudage (Figure 4.1). Cette modélisation thermique prendra en compte les cinétiques de fusion et de dégradation thermique du matériau. Comme nous le verrons, un des points difficiles de cette modélisation est la détermination des conditions limites. Pour ce faire, les résultats expérimentaux seront utilisés pour calibrer le modèle afin qu'il soit réaliste.

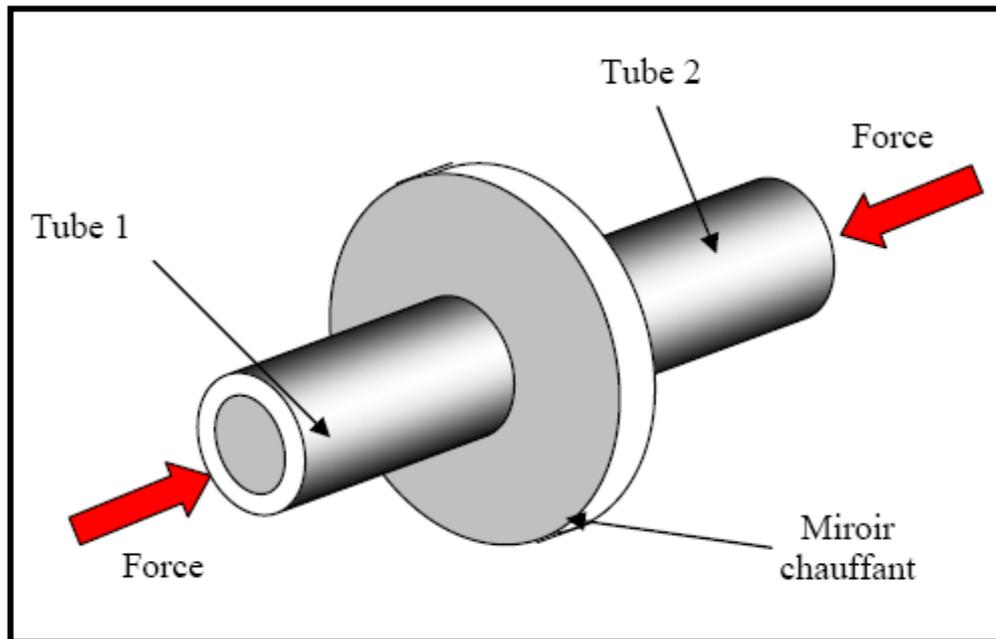


Figure 4.1 – model de chauffage des tubes lors du soudage bout à bout

### 4.1. 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" [19] 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.

#### 4.1.1 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.

### ***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 :

$$q_{cond} = -\lambda \cdot grad(T) \quad (4.1)$$

Où  $\lambda$  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 4.2).

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

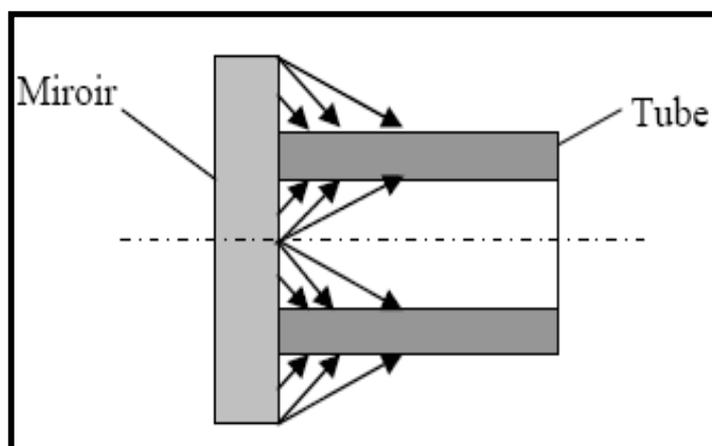
$$q_{r1-2} = \mathfrak{S}_{1-2} \sigma_r (T_1^4 - T_2^4) \quad (4.2)$$

Où  $\mathfrak{S}_{1-2}$  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  $\sigma_r$  est la constante de Stefan ( $5,67 \cdot 10^{-8}$ ).

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

$$\mathfrak{S}_{1-2} = \frac{1}{\frac{1}{F_{1-2}} + \frac{S_1}{S_2} \left( \frac{1}{\varepsilon_2} - 1 \right) + \left( \frac{1}{\varepsilon_1} - 1 \right)} \quad (4.3)$$

Où  $S_1$  et  $S_2$  sont respectivement les surfaces des corps (1) et (2),  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  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 4.2 – 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 [55] :

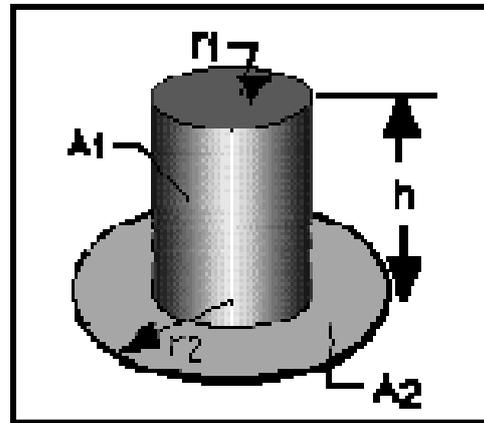
- Le miroir rayonne sur la surface externe du tube :

$$F_{1-2} = \frac{B}{8RH} + \frac{1}{2\pi} \left\{ \cos^{-1} \left( \frac{A}{B} \right) - \frac{1}{2H} \left[ \frac{(A+2)^2}{R^2} - 4 \right]^{1/2} \cos^{-1} \left( \frac{AR}{B} \right) - \frac{A}{2RH} \sin^{-1} R \right\} \quad (4.4)$$

Où

$$R = \frac{r_1}{r_2}, H = \frac{h}{r_2}, A = H^2 + R^2 - 1 \text{ et } B = H^2 - R^2 + 1 \quad (4.5)$$

$r_1$  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 :



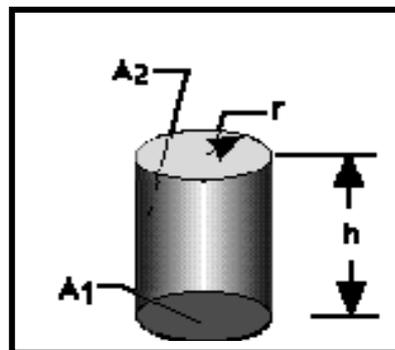
$$F_{2-1} = \frac{S_1}{S_2} F_{1-2} \quad (4.6)$$

- Le miroir rayonne sur la paroi interne du tube :

$$F_{1-2} = 2H[(1 + H^2)^{1/2} - H] \quad (4.7)$$

Ou

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



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

$$F_{2-2} = (1 + H) - (1 + H^2)^{1/2} \quad (4.8)$$

Où

$$H = \frac{h}{2r}$$

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

$F_{tube-extérieur} = 1$  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  $S1/S2$  tend vers zéro.

La formule (4.3) devient donc :

$$\mathfrak{F}_{1-2} = \varepsilon_1 \quad (4.9)$$

### 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 :

$$q_{conv} = h_T \Delta T \quad (4.10)$$

où  $h_T$  est le coefficient de transfert thermique par convection entre l'élément et l'air et  $\Delta T$  est la différence de température entre l'élément et l'air.

## 4.2. Ecriture du bilan

La mise en équation du bilan de conservation de la chaleur dans une plaque en PEHD

De dimensions finies, on la met en contact avec une surface chauffée à une température supérieure. Les échanges thermiques par conduction, convection et rayonnement, devraient tous être pris en compte. Comprend trois termes :

- un terme d'accumulation de la chaleur
- un terme de transfert de la chaleur par conduction
- un terme source qui introduit l'enthalpie de changement de phase par fusion ou de la réaction chimique de thermodégradation du polyéthylène.

Ce bilan s'écrit de la façon suivante (équation 4.11) :

$$\rho C_P \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \nabla^2 T + \dot{w} \quad \text{dans } \Omega \quad (4.11)$$

*Capacité thermique moyenne du milieu*      *conduction thermique loi de Fourier*      *terme source (réaction chimique, fusion, déformation)*

$\rho$  et  $C_P$  sont respectivement la densité du matériau et la capacité calorifique.

### 4.3. Difficultés de la modélisation réelle

- La modélisation doit être de deux dimensions, axisymétrique et tous les modes de transfert de chaleur apparaissent.
- La gamme des températures de fonctionnement est très large (de  $20C^0$  à  $600C^0$ ). Cela engendre de forts niveaux de contraintes et de fortes dépendances du comportement du matériau par rapport à la température. En effet, le comportement n'est pas élastique ; des phénomènes visqueux apparaissent. De plus, les paramètres des lois qui modélisent le comportement deviennent fortement dépendants de la température.
- On prend en compte l'étude rhéologique de la matière.
- la source de chaleur interne est difficile à quantifier (quelle est la part d'énergie qui doit faire la fusion et la cristallisation du matériau soudé, la part de chaleur qui traduit la déformation et on outre quelle est la part d'énergie qui représente la perte de masse).

### 4.4. Les hypothèses

- On néglige le phénomène de l'interdiffusion des chaînes macromoléculaires.
- On néglige le couplage thermo-mécanique et l'étude rhéologique du polymère.
- On ne prend pas en considération la cinétique de cristallisation à chaud.
- On prend la surface de la plaque inférieure à la surface réelle au tant que le rayonnement du miroir vers le tube sera négligeable au niveau des surfaces où il n'y a pas de contact entre les deux éléments. 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 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.

### 4.5. Les conditions aux limites

L'équation (4.11) est résolue en considérant quatre types de conditions limites :

- **La conduction** qui consiste en un échange thermique entre deux solides (entre tube et plaque chauffante). Elle s'exprime de cette façon :

$$-\lambda \text{grad}(T) \cdot \vec{n} = h_c \cdot (T - T_m) \quad \text{sur} \quad \partial\Omega_1 \quad (4.12)$$

où  $T_m$  : est la température de la plaque chauffante.

$hc$  : est le coefficient de transfert entre le tube et la plaque chauffante

- **La convection** qui consiste en un échange thermique entre le tube et l'atmosphère environnante.

Elle s'exprime de cette façon :

$$-\lambda \text{ grad } (T) \cdot \vec{n} = h_{cv} \cdot (T - T_A) \quad \text{sur} \quad \partial\Omega_2 \quad (4.13)$$

Où  $T_A$  est la température ambiante,  $h_{cv}$  est le coefficient de transfert entre le tube et l'atmosphère extérieure.

- **Le rayonnement** vers l'atmosphère environnante. Il s'exprime de cette façon :

$$-\lambda \text{ grad } (T) \cdot \vec{n} = h_r \cdot (T^4 - T_A^4) \quad \text{sur} \quad \partial\Omega_3 \quad (4.14)$$

$h_r$  : le coefficient de transfert par rayonnement.

- **La condition de Neumann** qui consiste à imposer un flux de chaleur sur la surface. Elle s'exprime de cette façon :

$$-\lambda \text{ grad } (T) \cdot \vec{n} = \Phi \quad \text{sur} \quad \partial\Omega_4 \quad (4.15)$$

Où  $\Phi$  est le flux imposé.

#### 4.6. Etude des paramètres thermiques

On s'est intéressé dans un premier temps à la plage de traitement thermique de la plaque du PEHD, dans laquelle l'enthalpie de la réaction de thermodégradation et de changement de phases ne sont pas négligeables. Le Terme source de chaque phénomène à prendre en compte dans une plage de température, telle que :

- Le phénomène de fusion à prendre en compte dans une plage de température de 25C° à 200 C°.
- La réaction de thermodégradation à prendre en compte dans une plage de température de 200C° à 600 C°.

##### 4.6.1. Propriétés thermo-physiques de matériaux à changement de phase

Les relations entre la température et les propriétés du matériau d'une résine de polyéthylène, que la conductivité thermique, la densité et la chaleur spécifique, sont présentés dans les (Figures. 4.3) [56] :

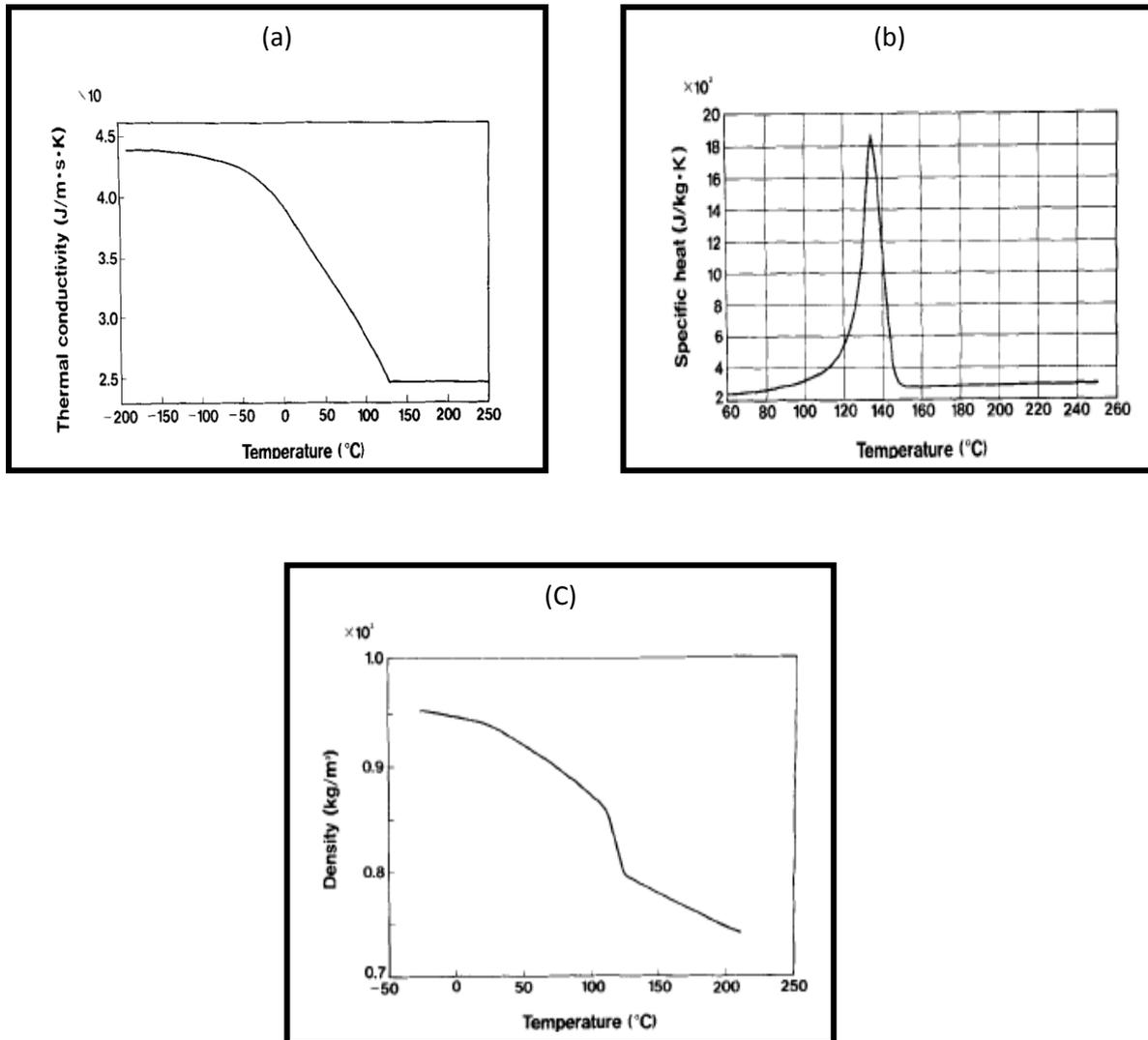


Figure 4.3 - (a) ; relation entre la température et la conductivité thermique  
(b) ; relation entre la température et la chaleur spécifique  
(c) ; relation entre la température et la masse volumique

- Conductivité thermique  $\lambda(T)$

La conductivité thermique des matériaux à changement de phase est très influencée par la température. Dans le cas du PEHD ce paramètre évolue fortement dans une gamme de température de -200 à 150°C, la gamme de fusion, est constante à partir de 150°C : ( $\lambda=2.5 \cdot 10^{-1}$ ), la gamme de décomposition.

- Chaleur latente  $\Delta H$  et chaleur spécifique  $C_p(T)$

La variation de l'enthalpie avant et après changement de phase donne la valeur de chaleur latente de conversion chimique. Dans notre modèle, nous intégrons cette valeur (par ex. le PEHD  $|\Delta H| = 148 \text{ Jg}^{-1}$  pour une température de fusion 130°C [57] et  $|\Delta H| = 256 \text{ Jg}^{-1}$  mesuré

à 471°C dans le cas de décomposition après (Tableau 3.4 chapitre 3) dans terme source de l'équation de la chaleur.

La chaleur spécifique utilisée dans notre modèle est évolue fortement avec l'évolution de température dans le cas de la fusion et être constante dans le cas de la décomposition à partir de 150°C:

( $C_p=2.5 \cdot 10^2 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

- *Mass volumique*  $\rho(T)$

L'analyse TG permet de tracer la courbe de perte de masse en fonction de la température. Les pertes de masse sont généralement associées aux réactions de changement de phase (fusion, décomposition...).

A partir de la (Figure 4.3) (C) on peut diviser la gamme de variation de la *Mass volumique* en deux intervalles une qui correspond à l'état de fusion et l'autre la *Mass volumique* à haute température à l'état de décomposition. Enfin, la variation de masse volumique correspond à la perte totale de masse de matériaux [58].

#### 4.7. La source de chaleur

La source de chaleur  $\dot{W}$  peut être exprimée comme étant la somme de deux types de contribution :

$$\dot{W} = q_v + Q \quad (4.16)$$

On ne prenant pas en considération la puissance de déformation transformée en chaleur (couplage thermomécanique) [19,59].

$$\dot{W} = Q \quad (4.17)$$

$Q$  : est une source de chaleur interne tenant compte de l'enthalpie de décomposition et de fusion

##### 4.7.1. Cinétique de fusion :

###### Cinétique de fusion et identification

Comme le montre par exemple un thermogramme obtenu en analyse enthalpique différentielle, la fusion d'un polymère apparaît de façon progressive, et non à une température constante, malgré des vitesses de chauffe lentes. Ainsi il est nécessaire, dans un modèle thermique, d'introduire progressivement le terme endothermique de fusion ; d'où l'idée de «cinétique de fusion». En effet il est généralement considéré que la fusion se décompose en deux phases (deux phénomènes physiques). Le premier terme est un terme thermodynamique qui traduit la destruction des cristaux c'est-à-dire l'éloignement des chaînes macromoléculaires les unes des autres. Le second est un terme de diffusion représentatif du réarrangement aléatoire des chaînes c'est-à-dire leur perte d'orientation pour revenir à un état complètement amorphe.

Dans la littérature les travaux de Czornyj et al. [60] 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. [61] 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. [62] et semble bien représenter la fusion. Dans la présente étude, la loi utilisée est proche de celle utilisée par Maffezzoli et al.

#### 4.7.1.1. Implémentation de la cinétique de fusion dans le modèle

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),  $\alpha_L$ , qui sera calculé par choix d'une loi de fusion dont la forme ressemble à la loi d'Avrami[63,64,65,]. Celui-ci est tracé sur la (Figure 4.4) en fonction de la température et de la vitesse de chauffage : 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, cette loi 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. Ce qui nous intéresse.

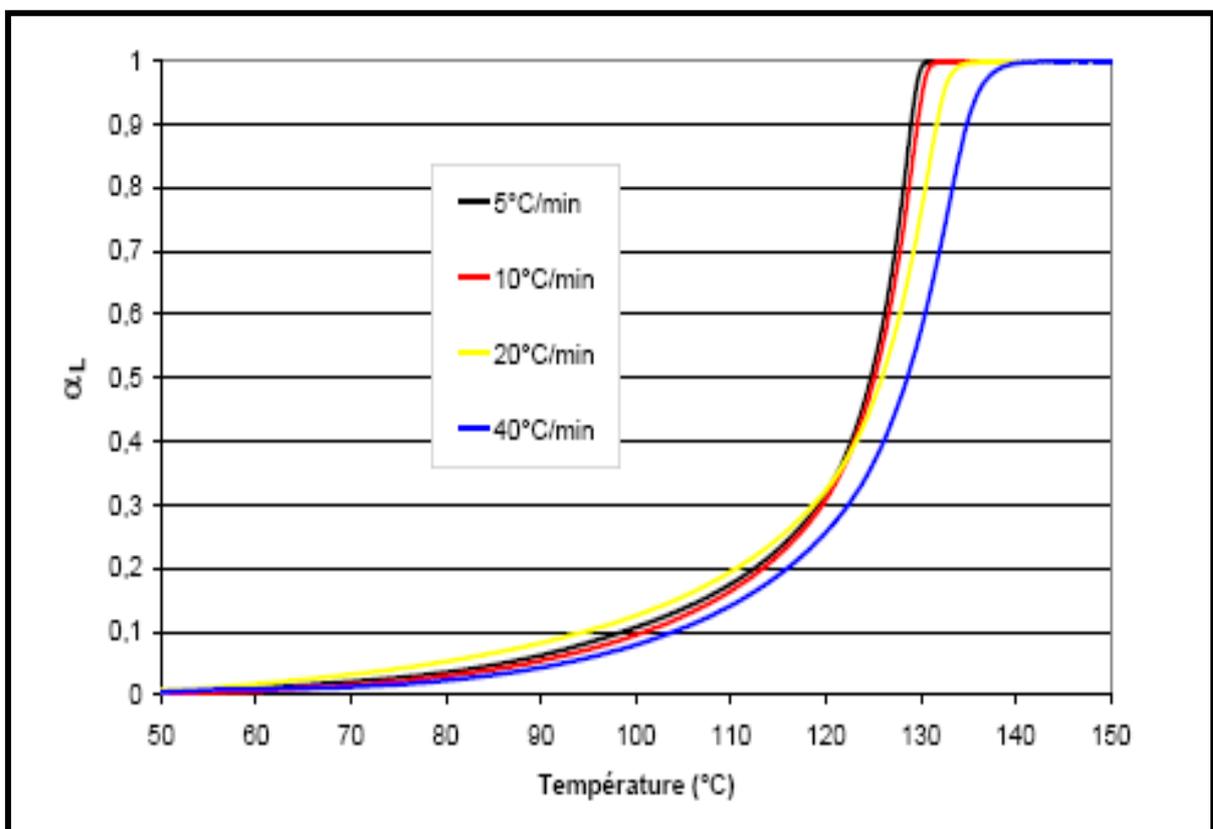


Figure 4.4 – Evolution du taux de transformation lors de la fusion,  $\alpha_f$ , en fonction de la température à différentes vitesses de chauffage

On peut dire que, la fusion dépendrait de la température et du temps à partir de la (Figure 4.5) qui montre que la vitesse de chauffe a influencé sur le pic de fusion du matériau.

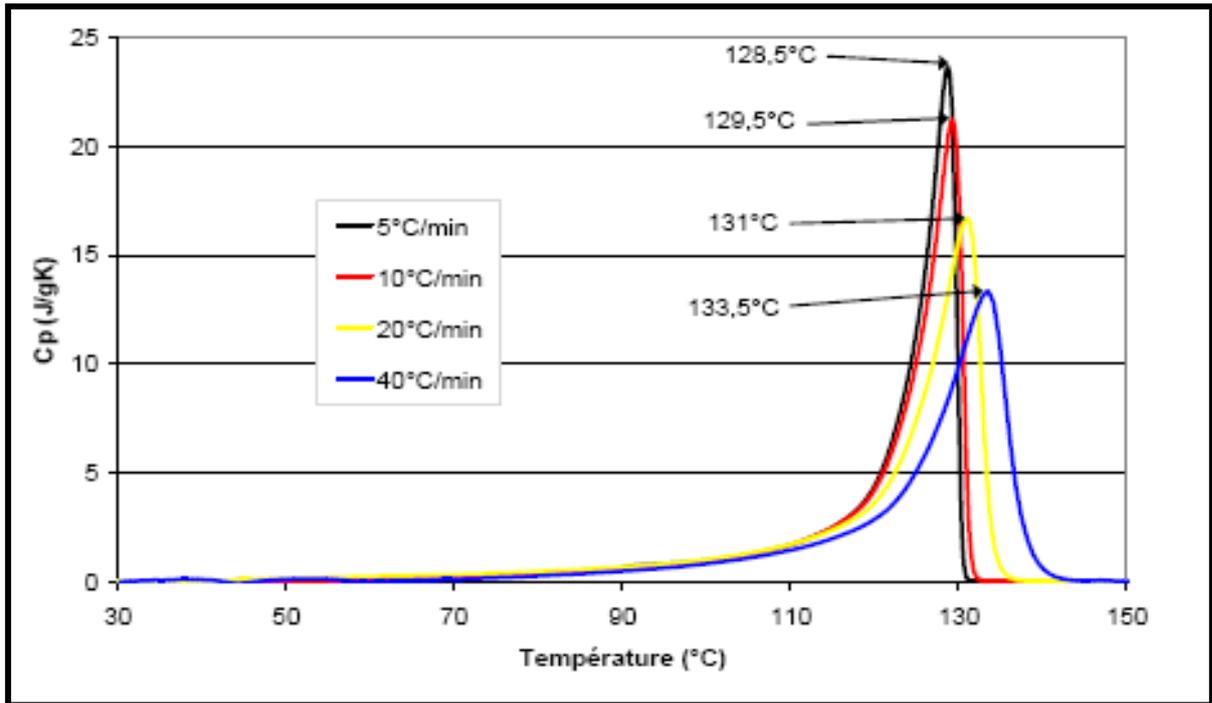


Figure 4.5 – Représentation des courbes de capacité thermique,  $C_p$ , obtenues par DSC lors de la fusion du polyéthylène utilisé, en fonction de la température et de la vitesse de chauffage

Il y a un décalage significatif de la température du pic de fusion lorsque la vitesse varie :

- 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 :  $T_f = 133,5^\circ\text{C}$ .

L'objectif est alors de modéliser ce pic de fusion par une loi mathématique de façon à prendre en compte l'enthalpie de fusion.

#### *Détermination de la loi de fusion et de ses paramètres*

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 [66] et permet de connaître le taux de transformation en fonction du temps et de la température lors du chauffage :

$$\alpha_L(t) = 1 - \exp[-K_{A \text{ fusion}}(T) \cdot t^n] \quad (4.18)$$

où  $A_{\text{fusion}} K$  est une constante comparable à la constante d'Avrami, et égale à :

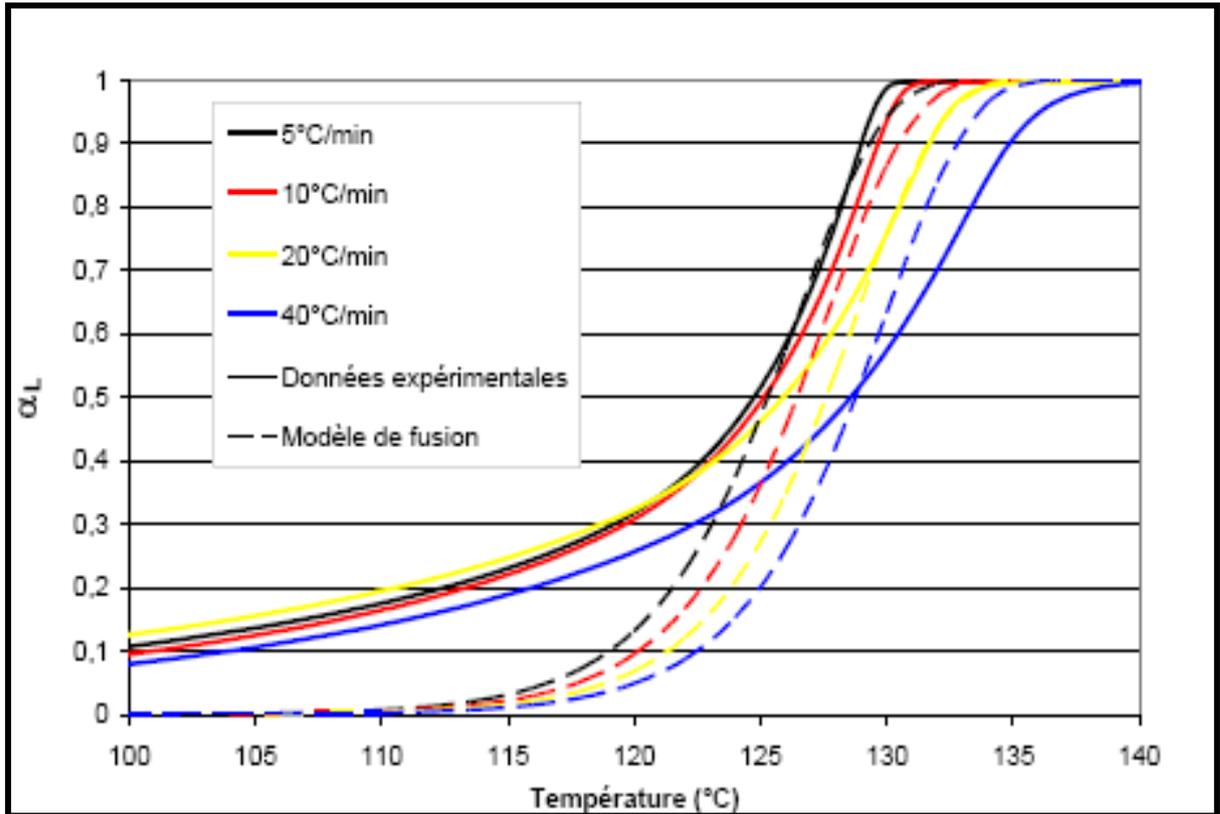
$$K_{A \text{ fusion}}(T) = \left( \frac{\partial K_o^{\text{fusion}}(T)}{\partial T} \right)^n \quad (4.19)$$

Où  $K_{o\ fusion}$  est une constante comparable et de même forme à la constante d'Ozawa :

$$K_{o\ fusion} = \exp(A'T + B') \quad (4.20)$$

où  $A'$ ,  $B'$  et  $n$  sont des constantes.

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  $n = 0,5$ . (Figure 4.6)



**Figure 4.6 – Evolution du taux de transformation  $\alpha_L$  en fonction de la température à différentes vitesses de chauffage. Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs du modèle de fusion**

Finalement, la variation du taux de phase liquide  $\alpha_L$  s'écrit comme suit :

$$\frac{\partial \alpha_L}{\partial t} = n \cdot \frac{\partial K_{o\ fusion}^{1/n}(T)}{\partial T} (1 - \alpha_L) \cdot \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - \alpha_L} \right) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad (4.21)$$

Avec

$$\frac{\partial K_{o\ fusion}^{1/n}(T)}{\partial T} = \frac{A}{n} [\exp(AT + B)]^{\frac{1}{n}}$$

Donc

$$\frac{\partial \alpha_L}{\partial t} = n \cdot C_F (1 - \alpha_L) \cdot \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - \alpha_L} \right) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad (4.22)$$

Avec  $n=0,5$  et  $C_F = 0,6[\exp(0,3T - 121.1)]^{\frac{1}{0,5}}$   
L'équation de la chaleur avec terme source de fusion s'écrit [67]:

$$\rho C_P \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \nabla^2 T + \rho \Delta H_f \frac{\partial \alpha_L}{\partial t} \quad (4.23)$$

#### 4.7.2. Cinétique de dégradation :

Dans la littérature les travaux s'intéressant à la cinétique de dégradation, le couplage thermochimique ou thermocinétique va introduit au problème de dégradation de manière de perte de masse au cours de la cinétique de décomposition [68].

- **Modèle de cinétique de dégradation**

La Détermination du **taux de perte de masse** s'appuie sur la détermination des paramètres cinétiques, et principalement de l'énergie d'activation de la dégradation thermique, à partir de données gravimétriques en conditions dynamiques ou isothermes, et parallèlement sur le facteur de conversion de la réaction du matériau  $\alpha$  ou degré d'avancement de la réaction qui compris entre 0 et 1 ce degré traduit la perte de masse relative [69] :

$$\alpha = \frac{\text{perte de masse actuel}}{\text{perte de masse finale}} = \frac{m_i - m(t)}{m_i - m_f} \quad (4.24)$$

avec  $m(t)$ , la masse de l'échantillon à l'instant  $t$ ,  $m_i$ , sa masse initiale, et  $m_f$ , sa masse au niveau de la fin de la dégradation thermique. Pour les polyéthylènes haute densité il n'y a pas les résidus chapitre dégradation thermique (Tableau 4.6):

$$\alpha = 1 - \frac{m(t)}{m_i} \quad (4.25)$$

Si la décomposition thermique du PEHD est supposée être une réaction de premier ordre, l'énergie d'activation moyenne,  $E_a$ , peut être déterminée à partir de la dépendance en température du taux de perte de poids est configurée dans la (Figure 4.7), selon l'équation 4-26 [70].

$$\ln \left( -\frac{1}{m} \cdot \frac{dm}{dt} \right) = \ln A - \frac{E_a}{RT} \quad (4.26)$$

Où  $m$  est la masse de l'échantillon,  $dm/dt$  est le taux de perte de masse,  $A$  et  $E_a$  sont respectivement les constants pré-exponentiel (s-1) et l'énergie d'activation (J / mol), pour la réaction de décomposition et  $R$  (8.314 J / mole K) est la constante universelle des gaz.

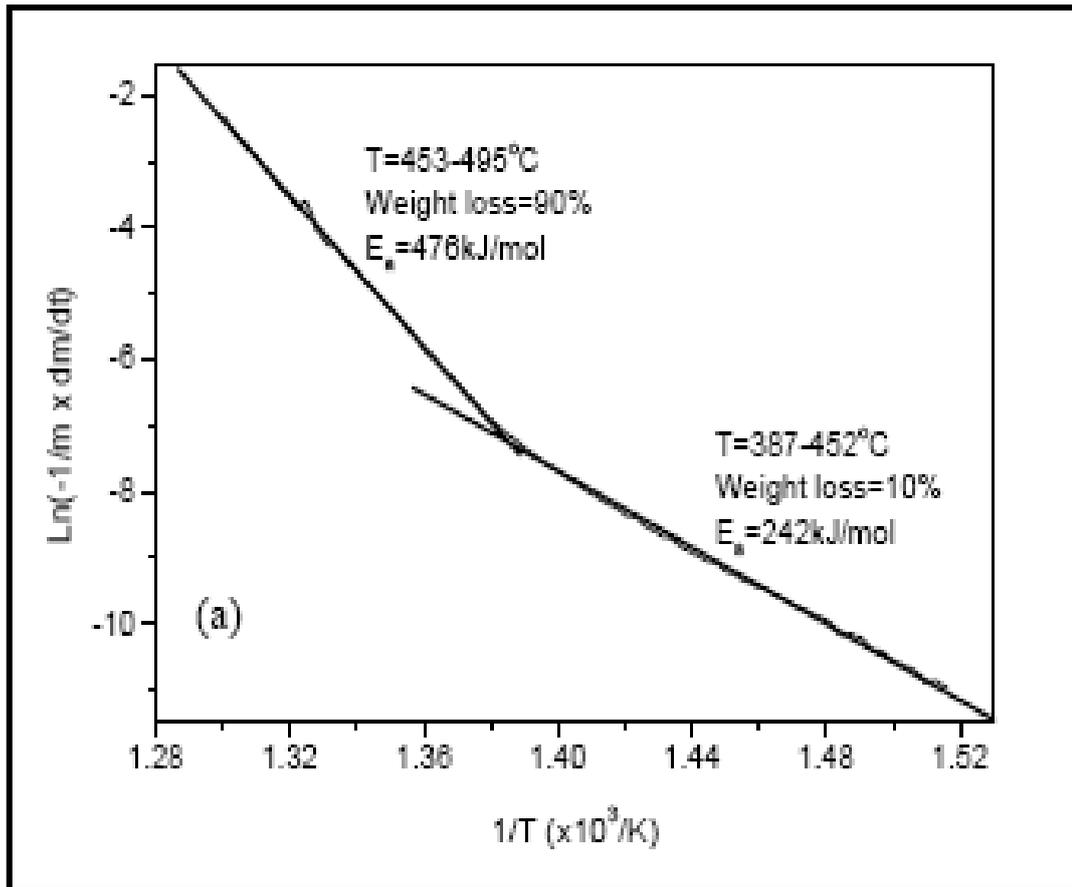


Figure 4.7 - Énergies d'activation de la décomposition thermique calculée par DATA TGA ( PEHD),

Après la (Figure 4.7) l'énergie d'activation du PEHD variée avec le taux de perte de masse dans chaque plage de température (Tableau 4.1) :

chaleur de décomposition $\Delta H = 256 \text{ J/g}$	387-452C°	453-496 C°
L'énergie d'activation ( $E_a$ ) kJ/mol	242	476
constant pré-exponentiel (s-1)	$2,28.10^{14}$	$2,02.10^{31}$
Perte de masse (m/mi) %	10	90

Tableau 4.1 – paramètres de cinétique de dégradation du PEHD en chaque plage de température

D'où en doit calculer Le terme source dans les deux valeurs de l'énergie d'activation

#### 4.7.2.1. Implémentation de la cinétique de dégradation dans le modèle

L'effet du terme source dans l'équation de chaleur peut correspondre à une réaction endothermique  $Q > 0$  ou  $Q < 0$  pour une réaction exothermique en PEHD, l'effet est endothermique. Le terme source conditionné par la chaleur latente  $\Delta H$  associée à la réaction chimique de décomposition [71]:

$$Q = \dot{m}''' \Delta H = \Delta H \frac{d\rho_r}{dt} \quad (4.27)$$

Avec :

$\rho_r$ : La masse volumique des composants chimiques réactifs (kg.m<sup>-3</sup>).

$\dot{m}'''$  : est le taux de perte de masse par unité de volume

$$\dot{m}''' = \frac{1}{v} \frac{dm}{dt} \quad (4.28)$$

A partir de l'équation (4.26) :

$$\dot{m}''' = -\rho_r A \exp^{-Ea/RT} \quad (4.29)$$

Où

$$\rho_r = \rho_0(1 - \alpha) \quad (4.30)$$

D'une autre façon on peut écrire le taux de perte de masse en fonction de la vitesse de la réaction de décomposition  $\frac{d\alpha}{dt}$  :

$$\frac{d\alpha}{dt} = kf(\alpha) \quad (4.31)$$

Où k est une constante de vitesse, à une température donnée. Cette constante de vitesse suit une loi de variation avec la température de type Arrhenius.

$$k = A \exp^{-Ea/RT} \quad (4.32)$$

Et  $f(\alpha)$  pour les réactions de premiers ordres égale à :

$$f(\alpha) = (1 - \alpha) \quad (4.33)$$

L'équation de la chaleur avec terme source de dégradation thermique s'écrit :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \nabla^2 T + \Delta H_d \frac{d\rho_r}{dt} \quad (4.34)$$

#### 4.8. Conclusion

Ce chapitre nous a permis de mieux connaître le comportement du polyéthylène utilisé au cours du soudage bout à bout. Les procédés de soudage conduisent à des modifications de microstructure et aux changements d'enthalpies pendant la décomposition thermique ou pendant les changements de phase qui jouent un rôle important sur la stabilité thermique des matériaux et la tenue de qualité des assemblages. La modélisation de ce type de problème nécessite la résolution simultanée de l'équation de la chaleur avec les équations décrivant la cinétique de chacune des phases (fusion ou dégradation) :

La loi de fusion permet de connaître le taux de phase liquide en fonction du temps et de la température, 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.

La loi de dégradation permet de déterminer le **taux de perte de masse** est s'appuie sur la détermination des paramètres cinétiques, et principalement de l'énergie d'activation de la dégradation thermique. Cette une loi du type Arrhenius. La dégradation se fait sur une plage de températures d'environ 200°C et la transition se fait aux alentours de 350 °C en fonction de la vitesse de chauffage.

La connaissance des conditions aux limites est d'importance extrême pour résoudre l'équations, nous examinons dans ce chapitre deux types de conditions aux limites: la convection et le rayonnement .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.

## 5. Analyse numérique

### Introduction

Le problème du calcul du champ de température au travers d'une étude thermique progressive d'une plaque au cours de soudage met en jeu simultanément des phénomènes de rayonnement, de conduction et de convection. Les conditions aux limites possèdent une loi de comportement non linéaire à cause de phénomènes de rayonnement contrairement au phénomène de convection qui lui associés. Les relations entre la température et les propriétés du matériau conduiront une évolution non linéaire de la température en fonction du temps. Pour toutes ces raisons, on peut affirmer que nous avons à résoudre un problème de thermique transitoire non linéaire. Il convient donc de choisir une procédure de résolution appropriée aux problèmes de thermique transitoire non linéaire. Le premier paramètre évolutif avec le temps dans le modèle sera donc la température. Ainsi à chaque pas de temps un champ de température est calculé puis lui est associé par calcul de la variation du taux de phase liquide ou de la masse volumique qui, à son tour, va nous donner le champ de température au cours de soudage ,principalement au cours de chauffage, avec et sans dégradation thermique serait calculée grâce à un modèle Eléments Finis (EF).

### 5.1. Difficultés de la simulation numérique

- On prend en compte la thermo dépendance des propriétés thermiques de la matière et le temps de soudage est très souvent trop court pour que la réponse thermique du tube chauffé ait le temps d'atteindre un état stationnaire ; le problème est non linéaire transitoire donc il y a des couplages des techniques itératives de résolution des systèmes non linéaires avec des techniques d'intégration dans le temps.
- Les gradients thermiques sont très élevés, dans la longueur du tube. Le maillage doit donc être assez fin pour bien évaluer les gradients. Cela augmente le nombre de degrés de liberté du modèle éléments finis.
- La modélisation numérique doit prendre en compte la variation par rapport au temps et de la température de deux taux (taux de transformation en liquide  $\alpha_L$  et le taux de perte de masse  $\dot{m}$  ce qui consistera la réactualisation le calcule.
- des difficultés de résolution du problème thermique. Le choc thermique doit être contrôlé au cours de la simulation.
- Les conditions aux limites thermiques sont difficiles à simulés (rayonnement et échanges convectifs de la paroi du tube, la charge thermique est une variable en fonction du temps et de la distance à la plaque chauffante, et une résistance thermique existe entre la plaque chauffante et le tube)
- La simulation géométrique doit prendre en compte les éléments de contact entre le tube et la plaque chauffante.

## 5.2. Discrétisation

### 5.2.1. Discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis

A fin de ramener le problème continu comportant une infinité d'inconnues vers un système algébrique à un nombre fini de degrés de liberté. Elle fait appel aux trois domaines suivants :

- les sciences de l'ingénieur pour la formulation mathématique du problème physique.
- les méthodes numériques pour la construction du système algébrique à résoudre.
- les techniques informatiques pour l'exécution des calculs de simulation.

La discrétisation en espace utilisée pour notre problème est de type éléments finis.

La méthode des éléments finis est l'une des méthodes de simulation numérique les plus pratiquées de nos jours. Elle consiste à utiliser une discrétisation simple de la géométrie tel-que la solution du problème (4-23) non pas sur l'ensemble du domaine  $\Omega$  de calcul mais sur des partitions du domaine  $\Omega_e$ . La géométrie est donc découpée en un nombre fini de petits éléments qui, dans CASTEM, sont de forme triangulaire. L'ensemble de ces éléments forme un maillage du domaine  $\Omega$  :

$$\Omega = \cup \Omega_e, e \in \mathcal{E} \quad (5.1)$$

Où  $\mathcal{E}$  désigne le maillage.

A chaque élément  $\Omega_e$  du maillage, on associe des fonctions d'interpolation pour approcher l'inconnue du problème  $T$ . Le choix de cette fonction est très important car elle définit la précision des résultats. Dans le code CASTEM, l'élément implémenté est le P1 qui présente le meilleur compromis entre le coût de calcul et la précision des résultats [72].

La plupart du temps, tous les éléments d'un maillage sont différents. Ainsi, les fonctions de bases ne sont pas identiques sur les éléments. Alors tous les codes éléments finis utilisent la notion d'élément de référence. Il s'agit d'un 'élément aux formes et dimensions simples, dans un espace de référence, qui est commun à tous les éléments du même type voir (Figure 5.1).

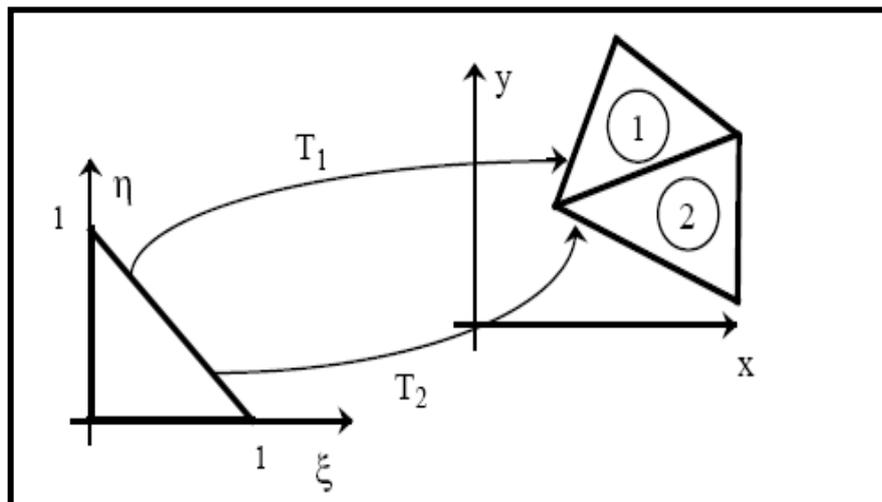


Figure 5.1 – élément de référence et transformation géométrique

On rappelle la formulation mathématique du problème thermique de chapitre (modélisation) dans le cas de la fusion :

$$\rho C_P \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \nabla^2 T + \rho \Delta H_f \frac{\partial \alpha_L}{\partial t} \quad (4.23)$$

$$\frac{\partial \alpha_L}{\partial t} = n \cdot C_F (1 - \alpha_L) \cdot \left( \ln \left( \frac{1}{1 - \alpha_L} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}}$$

$$\text{avec } n = 0,5 \text{ et } C_F = 0,6 [\exp(0,3T - 121,1)]^{\frac{1}{0,5}}$$

Les deux points essentiels de la méthode d'éléments finis utilisée pour résoudre les problèmes aux limites tels que le problème modèle (4-23), sont:

- i) la formulation **variationnelle** ou **faible** des problèmes aux limites.
- ii) la solution approchée de la formulation variationnelle à travers l'utilisation des fonctions d'éléments finis.

- **Formulation variationnelle**

Pour résoudre l'équation (4-23) par la méthode des éléments finis, nous utilisons la méthode variationnelle qui donne une formulation variationnelle équivalente au système d'équations aux dérivées partielles. Cette forme intégrale prend en compte l'équation locale et les conditions aux limites [73].

**Transformation de la forme intégrale :**

Partons de l'équation locale :

$$\rho C_P \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \nabla^2 T + \rho \Delta H_f \frac{\partial \alpha_L}{\partial t}$$

$$\rho C_P \frac{\partial T}{\partial t} - \left( \lambda \nabla^2 T + \rho \Delta H_f \frac{\partial \alpha_L}{\partial t} \right) = 0 \quad (5.2)$$

Multiplions l'équation (5-2) par une fonction arbitraire  $T^*$  et intégrons sur le domaine  $\Omega$  :

$$\int_{\Omega} T^* \left( \rho C_P \frac{\partial T}{\partial t} - \left( \operatorname{div}(\lambda \overrightarrow{\operatorname{grad}} T) + \rho \Delta H_f \frac{\partial \alpha_L}{\partial t} \right) \right) dV = 0 \quad (5.3)$$

La fonction  $T^*$  est appelée fonction de pondération (ou fonction test).

L'idée est de faire apparaître dans cette première forme intégrale les termes correspondant aux conditions aux limites sur la frontière en effectuant une intégration par parties. Nous supposons que les fonctions de pondération utilisées sont suffisamment dérivables. En utilisant la relation :

$$\operatorname{div}(f \vec{v}) = f \operatorname{div} \vec{v} + \vec{v} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}} f \quad (5.4)$$

Où  $f$  est un scalaire, l'équation (5.3) s'écrit :

$$\begin{aligned} & \int_{\Omega} T^* \rho c p \dot{T} dV - \int_{\Omega} \operatorname{div} \left( T^* (\lambda \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad} T}) \right) dV \\ & + \int_{\Omega} \overrightarrow{\operatorname{grad} T^*} \cdot (\lambda \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad} T}) dV - \int_{\Omega} T^* \dot{W} dV = 0 \end{aligned} \quad (5.5)$$

Transformons la deuxième intégrale de cette équation en intégrale de surface à l'aide de l'Application du théorème d'Ostrogradsky:

$$\begin{aligned} & \int_{\Omega} T^* (\operatorname{div}(\lambda \overrightarrow{\operatorname{grad} T})) dv \\ & = \int_{\partial\Omega_1} T^* \vec{n} \cdot (\lambda \overrightarrow{\operatorname{grad} T}) dS_1 + \int_{\partial\Omega_2} T^* \vec{n} \cdot (\lambda \overrightarrow{\operatorname{grad} T}) dS_2 \\ & + \int_{\partial\Omega_3} T^* \vec{n} \cdot (\lambda \overrightarrow{\operatorname{grad} T}) dS_3 + \int_{\partial\Omega_4} T^* \vec{n} \cdot (\lambda \overrightarrow{\operatorname{grad} T}) dS_4 \end{aligned} \quad (5.6)$$

et imposons la condition  $T^* = 0$  sur  $\partial\Omega_4$ , ce qui annule la dernière intégrale.

En utilisant la relation (5-4), l'équation (5-5) et les conditions aux limites (5.6), nous obtenons la formulation variationnelle faible d'un problème thermique .Donc trouver  $T(x;y;z;t)$  tel que:

$$\begin{aligned} & \forall T^* \\ & \int_{\Omega} \rho c \frac{dT}{dt} T^* dV + \int_{\Omega} \lambda \nabla T \cdot \nabla T^* dV - \int_{\Omega} \dot{W} T^* dV + \int_{\partial\Omega_1} h_c \cdot (T - T_m) \cdot T^* dS_1 + \\ & \int_{\partial\Omega_2} h_{cv} \cdot (T - T_a) \cdot T^* dS_2 + \int_{\partial\Omega_3} h_r \cdot (T^4 - T_a^4) \cdot T^* dS_3 = 0 \end{aligned} \quad (5.7)$$

Et la condition initiale :

$$T(x; y; z; t=0s) = T0(x; y; z) = 25C^\circ$$

Les fonctions  $T$  et  $T^*$  doivent être suffisamment régulières pour que les expressions ci-dessus aient un sens [méthode élément finis thermique]. La fonction  $T^*$  est appelée champ de température virtuelle.

Le calcul de la solution du problème variationnel (5-7) ne peut se faire analytiquement. Par ailleurs, comme il est formé d'un système d'équations de taille infinie, l'espace  $V(\Omega)$  étant de dimension infinie, on ne peut que tenter de lui trouver une solution approchée. La partie si dessous décrira la méthode de Galerkin qui permet d'obtenir une telle solution approchée.

- **La méthode Galerkin :**

Cette méthode consiste à remplacer la fonction inconnue (par exemple la température) par  $N$  inconnues réelles représentant la valeur de la fonction aux nœuds. On interpole en fait la fonction inconnue par l'intermédiaire de fonctions appelées fonctions de forme  $N_k$  et ne dépendant que de la forme des éléments :

$$T_h(x) = \sum_{k=1}^{N_0} N_k(x) T_k \quad (5.8)$$

Où  $N_0$  est le nombre de nœuds total sur le domaine  $\Omega$  et  $N(x) \in PI$  est la fonction d'interpolation linéaire sur l'élément.

Dans un premier temps, nous construirons, à partir des équations issues de ce modèle, un problème faible associé. En particulier, nous exhiberons les formulations variationnelles de l'équation de la chaleur.

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 :

$$[C] \frac{d(T)}{dt} + [K] \cdot (T) = Q \quad (5.9)$$

La formulation matricielle s'écrit ainsi :

$$[C]\{\dot{T}_n\} + [K]\{T_n\} = \{Q\} \quad (5.9a)$$

Où  $\{T_n\}$  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.

Avec  $i, j \in [1, \text{nombre de nœud}]$

$$C_{ij} = \int_{\Omega h} \rho c N_i N_j dV \quad (5.10)$$

$$K_{ij} = \int_{\Omega h} K \cdot \text{grad}(N_i) \cdot \text{grad}(N_j) dV + \int_{\partial\Omega 1} h_c N_i N_j dS + \int_{\partial\Omega 2} h_{cv} N_i N_j dS + \int_{\partial\Omega 3} h_r N_i N_j dS \quad (5.11)$$

$$Q_i = \int_{\partial\Omega 1} h_c \cdot T_m N_i dS_1 + \int_{\partial\Omega 2} h_{cv} \cdot T_a N_i dS_2 + \int_{\partial\Omega 3} h_r \cdot (T_a^4) N_i dS_3 - \int_{\partial\Omega h} N_i \dot{W} dV \quad (5.12)$$

### 5.2.2. Discrétisation temporelle

La résolution du système des équations continues nécessite, outre l'approximation spatiale, une approximation temporelle puisque les deux degrés de liberté  $T$  et  $\alpha$  dépendent du temps  $t$ . Les équations (5-9a) constituent un système d'équations différentielles résolu par la  $\theta$ -méthode qui s'illustre comme suit [74] :

La variable temporelle  $t$  est discrétisée en un nombre fini d'intervalles  $[t_i, t_{i+1}]$ ,

$i=0,1,2,\dots$  Supposons les champs thermique connus à la  $i^{\text{ème}}$  itération ; c'est à dire à l'instant  $t_i$ .

Il s'agit donc de calculer le champ thermique à l'instant  $t_{i+1}$ . Nous définissons alors les dérivés temporels par les équations suivantes :

$$\{\dot{T}_n\}_i = \frac{\{T_n\}_{i+1} - \{T_n\}_i}{\Delta t} \quad (5.13)$$

La  $\theta$ -méthode consiste à remplacer les inconnus  $\{T_n\}_i$  et  $\{Q\}_i$  par les expressions suivantes :

$$\{T_n\}_i \equiv (1 - \theta) \cdot \{T_n\}_i + \theta \cdot \{T_n\}_{i+1} \quad (5.14)$$

$$\{Q\}_i \equiv (1 - \theta) \cdot \{Q\}_i + \theta \cdot \{Q\}_{i+1} \quad (5.15)$$

$\theta$  sont des nombres qui peuvent être choisis dans l'intervalle  $[0,1]$ . On appelle schéma purement explicite un schéma de résolution du système d'équation en imposant  $\theta = 0$ .

Le schéma implicite correspond à  $\theta = 1$ .

Le schéma explicite requiert une condition pour sa stabilité, c'est à dire sa convergence. Dans le cas d'une diffusion unidirectionnelle suivant l'axe  $x$ , cette condition de stabilité est définie par :

$$a \frac{\Delta t}{(\Delta x)^2} \leq \frac{1}{2} \quad (5.16)$$

$\Delta t$  est le pas de temps,  $\Delta x$  une grandeur géométrique liée à la taille des éléments finis et  $a$  est la diffusivité thermique du matériau.

D'une manière générale, la stabilité d'un  $\theta$ -schéma est définie, en fonction de la valeur de  $\theta$  et pour toute valeur de  $0 \leq \theta < 1/2$ , par la formule suivante :

$$a \frac{\Delta t}{(\Delta x)^2} \leq \frac{1}{2(1 - 2\theta)} \quad (5.17)$$

Pour des valeurs de  $\theta \geq 1/2$ , le  $\theta$ -schéma est inconditionnellement stable et la valeur de  $\theta = 1/2$  correspond au schéma de Crank-Nicolson ou la règle trapézoïdale [75].

En portant les équations (5-13,5-14 et 5-15) dans les équations (5-9a) nous obtenons :

$$\begin{aligned} & \left( \frac{[C]}{\Delta t} + \theta \cdot [K] \right) \{T_n\}_{i+1} \\ & = \left( \frac{[C]}{\Delta t} + (\theta - 1) \cdot [K] \right) \{T_n\}_i + (1 - \theta) \cdot \{Q\}_i + \theta \cdot \{Q\}_{i+1} \end{aligned} \quad (5.18)$$

L'équation (5-18) forme un système algébrique à une seule inconnu dont la résolution numérique ne pose aucune difficulté.

### 5.3. Le choc thermique

A des calculs thermiques transitoires où interviennent de brusques variations des chargements, chocs thermique, tel qu'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. Cependant la méthode Galerkin décrite précédemment fonctionne bien pour des problèmes présentant des gradients thermiques raisonnables. Aliaga [76] a montré que des oscillations spatiotemporelles du champ de température apparaissent lors de chocs thermiques. Ceci entraîne des difficultés de résolution du problème thermique. Voir (Figure 5.2).

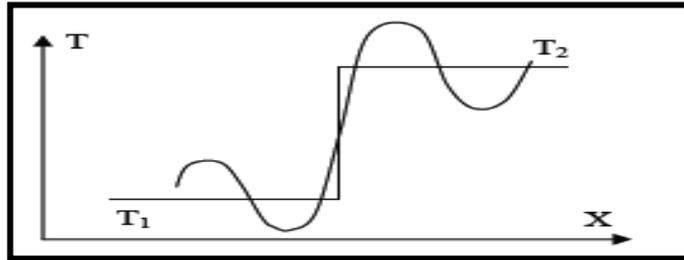


Figure 5.2 - oscillations de la température due au phénomène de choc thermique [77]

De plus, si on observe la variation de la température en un nœud au cours du temps, on note que la solution oscille et dépasse les valeurs minimale et maximale déterminées par les conditions initiales et les conditions limites. Ou encore, à un instant donné, on observe des oscillations spatiales. Les résultats de deux physiquement inacceptable viole ce qu'on appelle le « principe du maximum ».

#### *Conditions suffisantes pour le respect du principe du maximum au niveau discret :*

Une des caractéristiques de non respect du principe du maximum est l'apparition d'oscillations (temporelles ou spatiales). On cherche donc des conditions suffisantes sur  $\Delta t$ ,  $\mathbf{K}$  et  $\mathbf{C}$  pour que la solution n'oscille pas au cours du temps [78,79].

On cherche donc des conditions de non oscillation de la solution au cours du temps. Si celles-ci sont vérifiées, on vérifiera que les oscillations spatiales ont également disparu, et alors le respect du principe du maximum est assuré.

Pour pouvoir exprimer ces conditions suffisantes de non oscillation, il faut ajouter deux Hypothèses, l'une de ces hypothèses n'est pas vérifiée dans notre problème :

On considère que **la matrice de rigidité  $\mathbf{K}$  n'est formée que du terme volumique [78,79] :**

$$K_v = \int_{\Omega_e} \lambda \nabla \mathbf{N} \cdot \nabla \mathbf{N}^T dV$$

On peut utiliser des maillages très fins aux interfaces. Cela revient donc à augmenter le nombre de degrés de liberté du problème.

#### • *Ressentiment le choc thermique :*

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 :

$$t_p = \frac{y_p^2}{a}$$

D'après Aliaga [76] 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  $\Delta t_c$  tel que :

$$\Delta t_c = \frac{h^2}{4a}$$

Cette équation est dérivée de [80] 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 :

$$\Delta t \geq \Delta t_c$$

#### 5.4. Environnement de simulation

CASTEM est un logiciel de calcul de structures par la méthode des éléments finis et plus généralement de résolution d'équations aux dérivées partielles par la méthode des éléments finis. Il a été développé au Département de Mécanique et Technologie (DMT) du Commissariat à l'Energie Atomique (CEA). Bien que la programmation en langage GIBIANE soit plutôt difficile ce code est adaptable à différents problèmes physiques. Une banque de données, d'opérateurs et de procédures pour tous les domaines de la physique est intégrée au logiciel [81].

##### 5.4.1. Procédure de résolution d'un problème avec CASTEM

Tout problème mécanique, thermique, chimique, ... résolu avec CASTEM doit être construit de la manière suivante (Figure 5.3) :

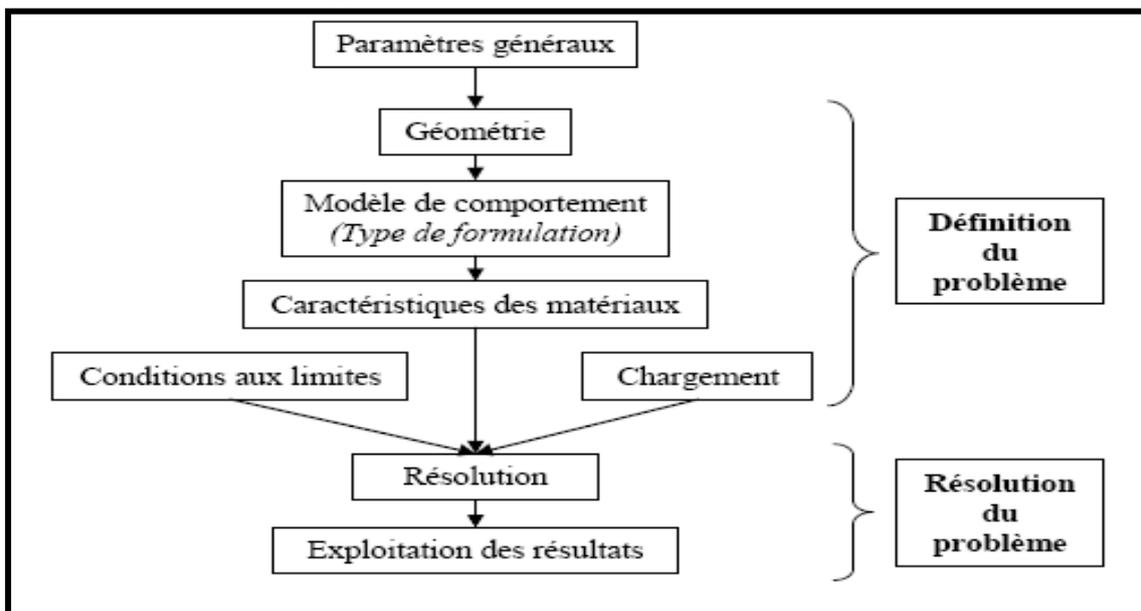


Figure 5.3 - organigramme de résolution du problème par le code CASTEM

- *Paramètres généraux :*

Il s'agit de définir les options générales du calcul. On précise notamment ici la dimension du problème (2D), le type d'éléments utilisés (triangulaire à 3 nœuds), les hypothèses de calcul (par exemple " planes axisymétrique").

- **Géométrie :**

La géométrie des différents éléments que l'on souhaite calculer se définit toujours selon la démarche suivante :

- construction des points,
- construction des lignes à partir des points,
- construction des surfaces à partir des lignes,
- construction des volumes à partir des surfaces.

- **Modèle de comportement :**

Le code CASTEM permet de gérer le problème thermique, comme les problèmes très variés (mécanique, fluide, ...). Il faut donc préciser avant tout calcul le modèle de comportement associé aux différentes géométries définies. Le chauffage se fait par conduction donc la formulation intégrée dans CASTEM est thermique. Cette formulations est associée une (ou plusieurs) loi de comportement.

- **Caractéristiques des matériaux :**

Le modèle de comportement choisi nous indique alors les différentes caractéristiques physiques ou mécaniques à préciser. Par exemple les trois principales caractéristiques influençant les transferts thermiques qui ont été incluses dans la procédure PASAPAS sont: la densité  $\rho$ , la capacité calorifique  $Cp$  et la conductivité thermique  $k$ , quand le modèle THERMIQUE est NON LINEAIRE on devra fournir ces caractéristiques sous forme des listes, Pour l'air et la plaque chauffante les coefficients d'échange thermique  $h$  sont pris en compte. Ces considérations permettent à la simulation d'être la plus proche possible des conditions matérielles réelles durant le chauffage.

- **Conditions aux limites et chargement :**

La définition des conditions aux limites et des chargements imposés à l'élément étudié est essentielle à la résolution de tout problème élément fini.

Par exemple, Pour un problème thermique, les conditions aux limites pourraient des températures imposées et les chargements des sources de chaleur qui sont détaillées ultérieurement.

- **Résolution :**

La résolution est dans la majorité des cas gérée par des opérateurs de CASTEM. Elle peut être linéaire (thermique stationnaire,...) ou non linéaire (thermique transitoire, ...). Dans ce dernier cas, la résolution est approchée à l'aide de méthodes numériques avec la résolution semi-implicite.

### **Boucle de calcul**

le calcul a été réalisé avec la procédure PASAPAS de calcul thermique. Pour cela il convient dans premier temps de définir une table TAB1 puis il faut préciser les options et les données nécessaire au calcul considéré.

Dans notre cas il convient de préciser :

-le modèle (MOT) : Le modèle de la procédure contient les termes issus de la convection (CONVECTION) et de la conduction (THERMIQUE) dans l'indice MODELE de la table.  
 -les caractéristiques (MAT) qui sont fonction de la température.

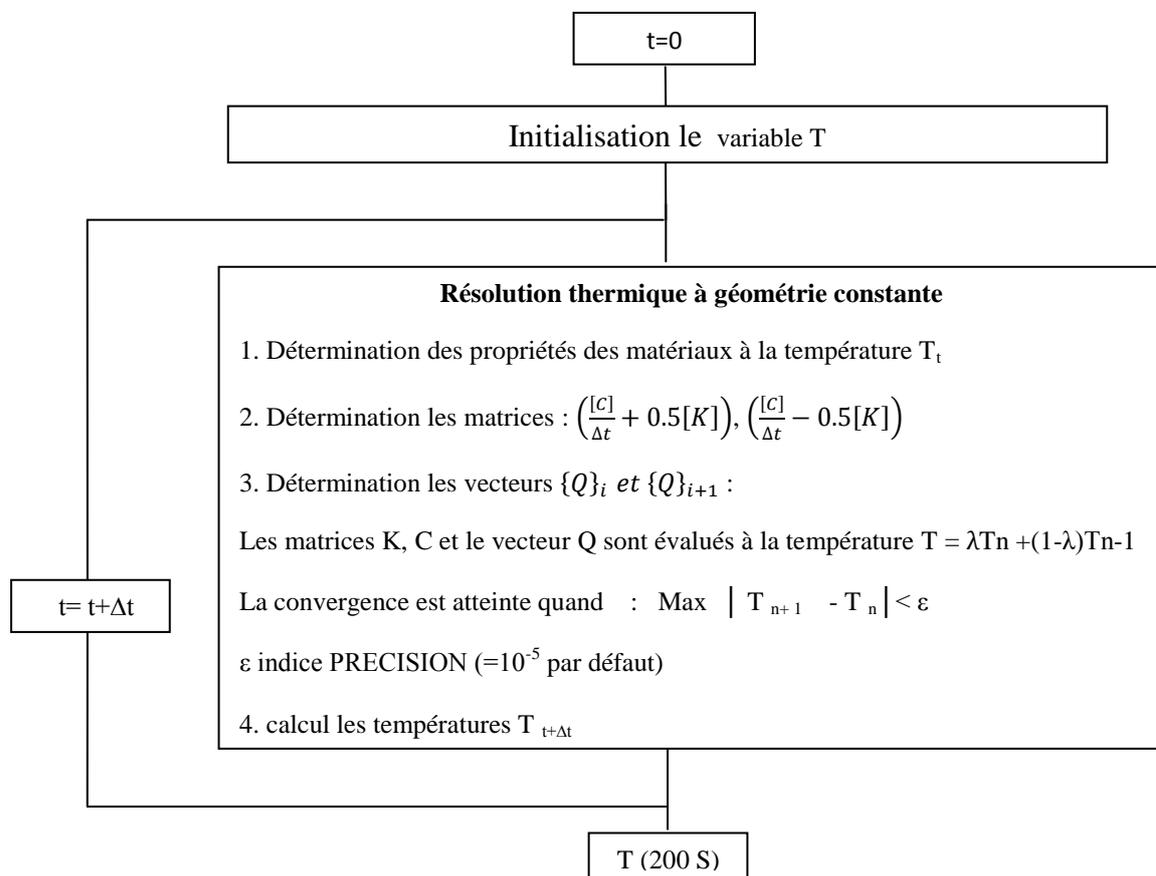
-la température initiale (TEM0=25 C°).

-le chargement (CHAT).

-le temps de calcul : le temps représentant les itérations du calcul PASAPAS (LIST1) sont aussi égaux aux temps du chargement

- la méthode numérique pour la discrétisation temporelle : la  $\theta$ \_méthode est souvent utilisée en code de calcul CASTEM (par défaut  $\theta = 0.5$ ).

L'algorithme de résolution par un schéma d'intégration de Crank-Nicolson est présenté par la (Figure 5.4). Le pas de temps est 0.5 alors choisi avec le critère de ressenti du choc thermique.



**Figure 5.4 - Algorithme de résolution thermique par un schéma d'intégration de Crank-Nicolson**

- la procédure thermique utilisée dans PASAPAS était la procédure NONLINEAIRE donc il faut ajouter le paramètre de SOUS\_RELAXATION ( $\lambda=0.5$  par défaut) .

- **Post-traitement :**

Post-traitement ou poste de visualisation où la résolution des problèmes **thermiques** donne accès à la **température** aux nœuds de la géométrie et à chaque instant t.

## 5.5. Géométrie et types de conditions aux limites utilisés pour la simulation

### 5.5.1. La géométrie

S'agissant d'une géométrie 2D axisymétrique, 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 5.5) représente ce plan de coupe vu en perspective.

La géométrie complète du tube s'obtient par révolution autour de l'axe de symétrie (Figure 5.6). 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.

Le miroir, dans sa forme 3D, est un disque de diamètre 180 mm.

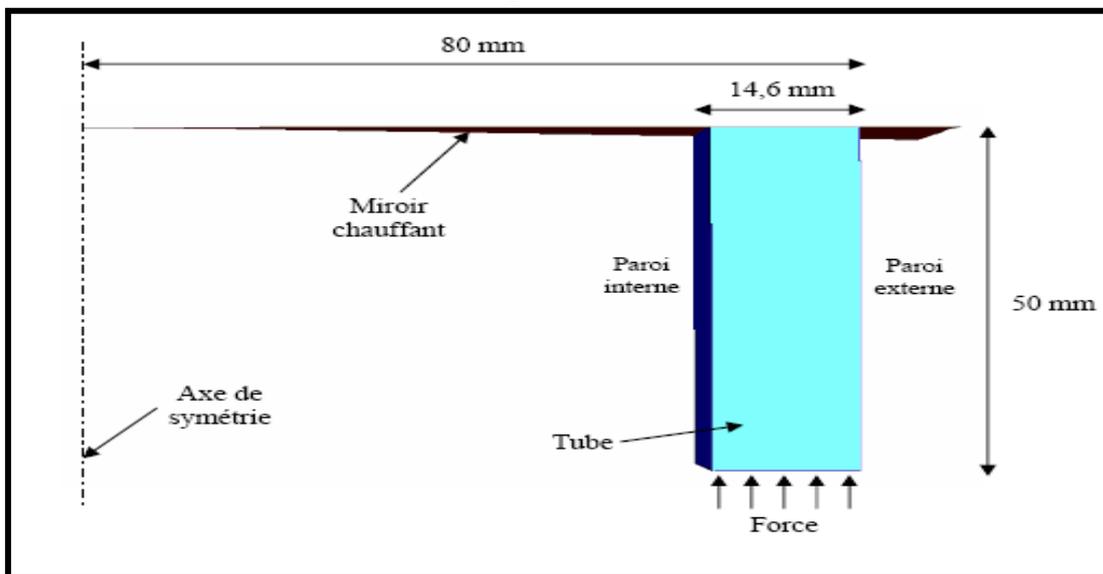


Figure 5.5 – Géométrie utilisée pour la simulation (vue en perspective d'une partie du tube)

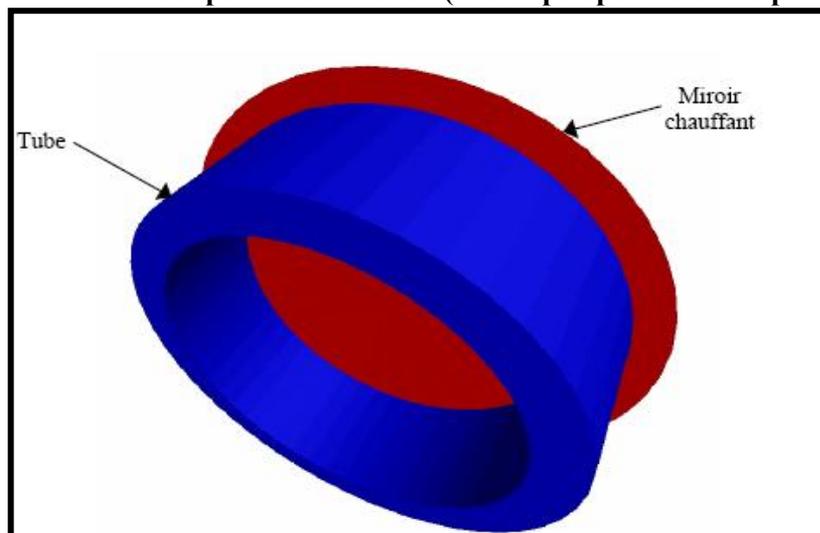


Figure 5.6 – Géométrie utilisée pour la simulation (vue en 3D)

### 5.5.2. Effet du raffinement du maillage :

Le raffinement du maillage est défini par l'utilisateur qui peut ainsi optimiser entre le nombre d'éléments triangulaires et la description la plus fidèle possible de la structure réelle matériau. Il faut garder ici à l'esprit qu'il est toujours nécessaire de trouver un compromis entre le temps de calcul, la taille des données à gérer et la précision des résultats souhaitée. D'une façon générale, quand la taille des cellules du maillage tend vers 0 on tend vers une solution exacte ; plus le maillage est fin, meilleure est la solution. Cependant, le temps de calcul doit être raisonnable. Nous souhaitons donc tester le «maillage-dépendance» du modèle, c'est à dire déterminer le maillage le plus grossier possible sans qu'il n'y ait d'influence sur les résultats. Le principe consiste donc à se concentrer sur l'évolution de la température d'un point, à faire évoluer le maillage vers un maillage de moins en moins fin, et ce tant que la solution reste identique à la solution initiale. Cependant, nous nous doutons que la finesse nécessaire dépendra des échanges thermiques imposés à la plaque. Ainsi, dans une zone de fort gradient thermique, un maillage très fin est nécessaire. En revanche, dans une zone où le gradient thermique est moins important, il n'est pas utile d'avoir un maillage si fin et la discrétisation avec un tel maillage conduirait même à accroître le temps de calcul de façon injustifiée. Ainsi, pour notre modélisation, nous envisageons de mailler la zone du tube proche du miroir chauffant (sur les cinq premiers millimètres à partir du contact tube/miroir) avec une finesse plus importante que l'autre partie en raison que cette partie du tube subit la majorité des phénomènes thermiques.

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 (Figures 5.7 et 5.8).

Ainsi, dans la partie du tube éloignée du miroir, les mailles ont une taille moyenne de 0,5 à 0,7 mm à l'interface tube/air. Dans la boîte de maillage (les cinq premiers millimètres), la taille moyenne des mailles est de 0,1 à 0,15 mm aux interfaces tube/air et de 0,1mm à l'interface 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.

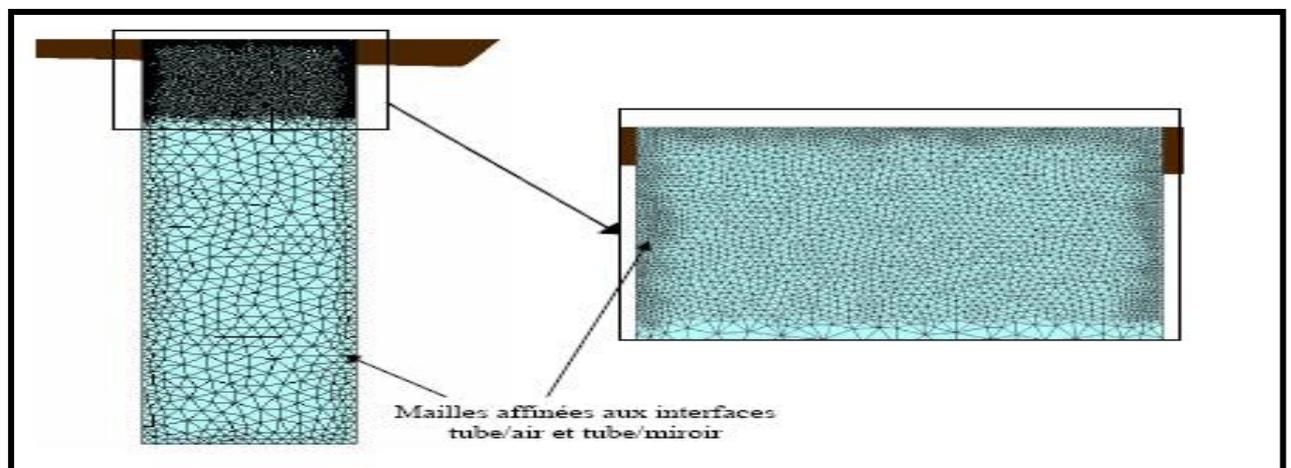


Figure 5.7 – Maillage du tube. Celui-ci est affiné dans la zone proche du miroir chauffant ainsi que sur les contours du tube

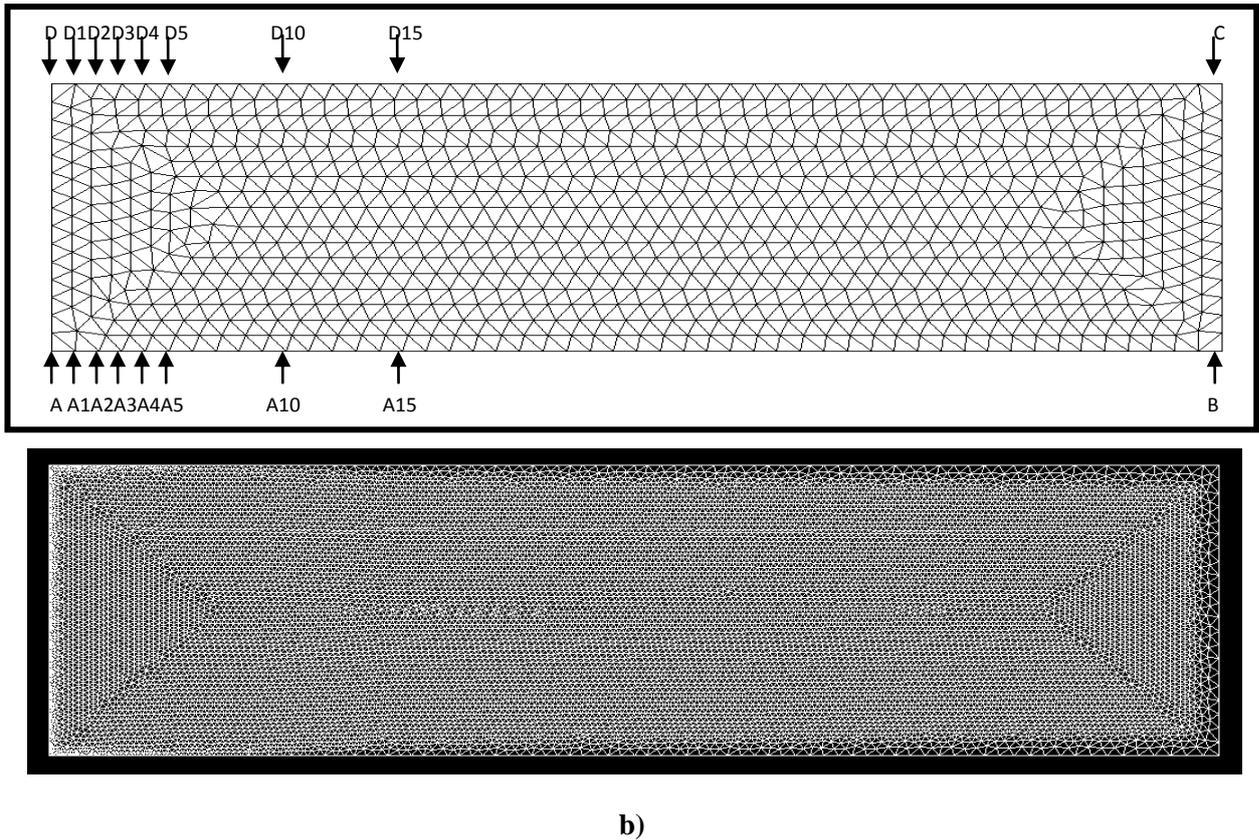


Figure 5.8 - a) maillage sans raffinement b) maillage avec raffinement

### 5.5.3. Les conditions aux limites thermiques de simulation spécificités des phases d'égalisation et de chauffage

#### a) Interface tube/miroir

##### *Prise en compte de la couche de la plaque chauffante*

Les échanges thermiques entre la plaque chauffante et la surface du tube peuvent être modélisés suivant deux méthodes.

La première consiste à modéliser le tube et la plaque chauffante. Nous réalisons alors un maillage classique (Figure 5.9) pour le système (plaque + tube) avec une condition de conduction entre les deux matériaux.

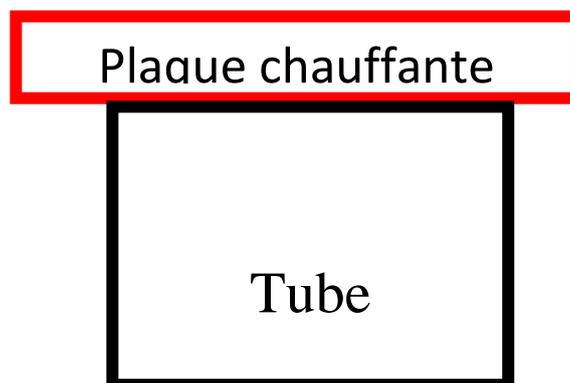
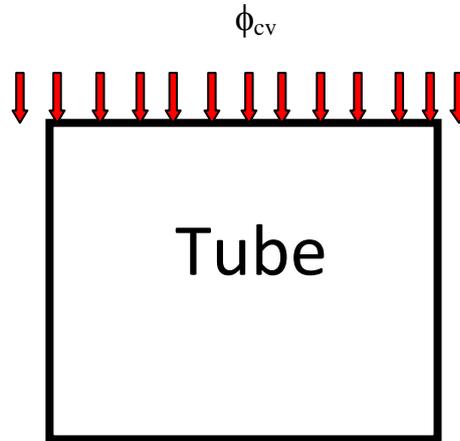


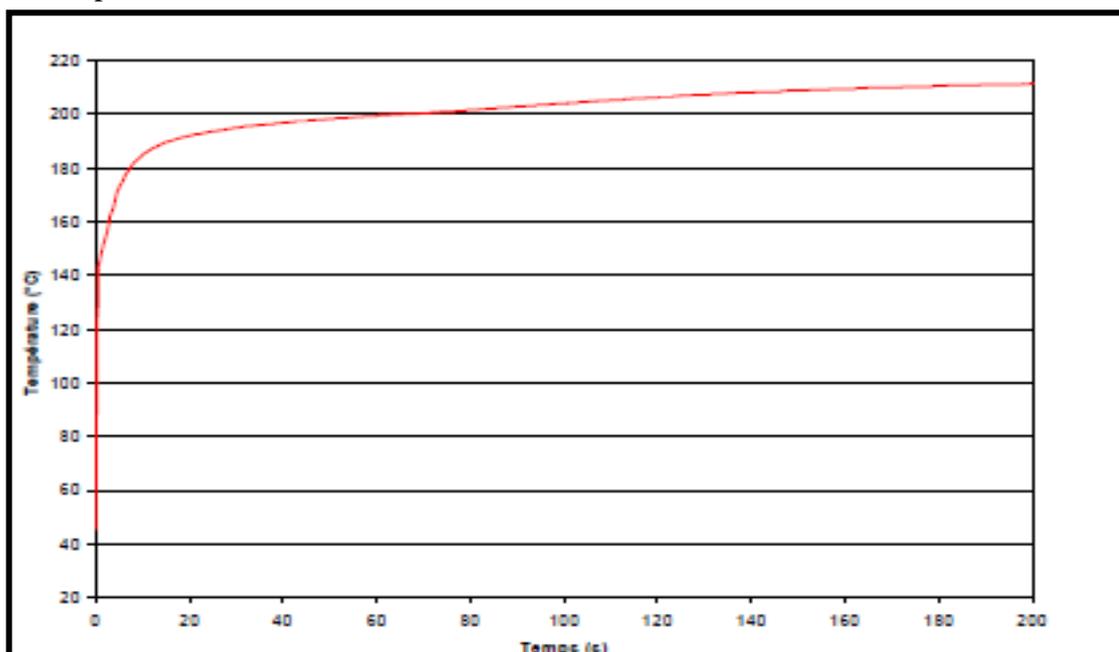
Figure 5.9 – Méthode I, maillage du système (plaque chauffante + tube)

Dans cette première méthode, le temps de calcul sera important à cause de la conductivité élevée de la plaque chauffante. Pour pallier à cet inconvénient, nous proposons une seconde méthode qui consiste à supprimer la couche de la plaque chauffante et à la remplacer par une condition de convection à l'interface tube/plaque chauffante (thèses hehn et nicodeau) (Figure 5.10).



**Figure 5.10 – Méthode II, l'acier est remplacé par un flux de convection**

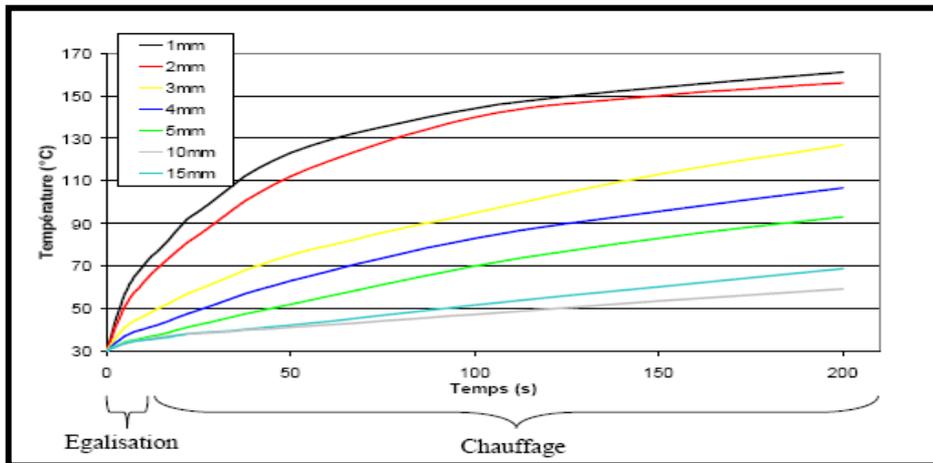
Les échanges de chaleur entre le miroir et la matière sont contrôlés par la température du miroir et le coefficient d'échange entre les deux parties quant la température du miroir est fixée à une valeur constante égale à  $220\text{C}^\circ$  alors le problème est alors de trouver une valeur de coefficient de convection  $h$  adéquate pour modéliser l'interface tube/plaque chauffante. Nous allons donc, dans un premier temps, connaître la variation de température entre le tube et la plaque chauffante mesurée par les thermocouples (Figure 5.11). 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.



**Figure 5.11 – Evolution de la température à l'interface miroir/tube mesurée lors des phases d'égalisation (0 à 22s) et de chauffage (23 à 197s)**

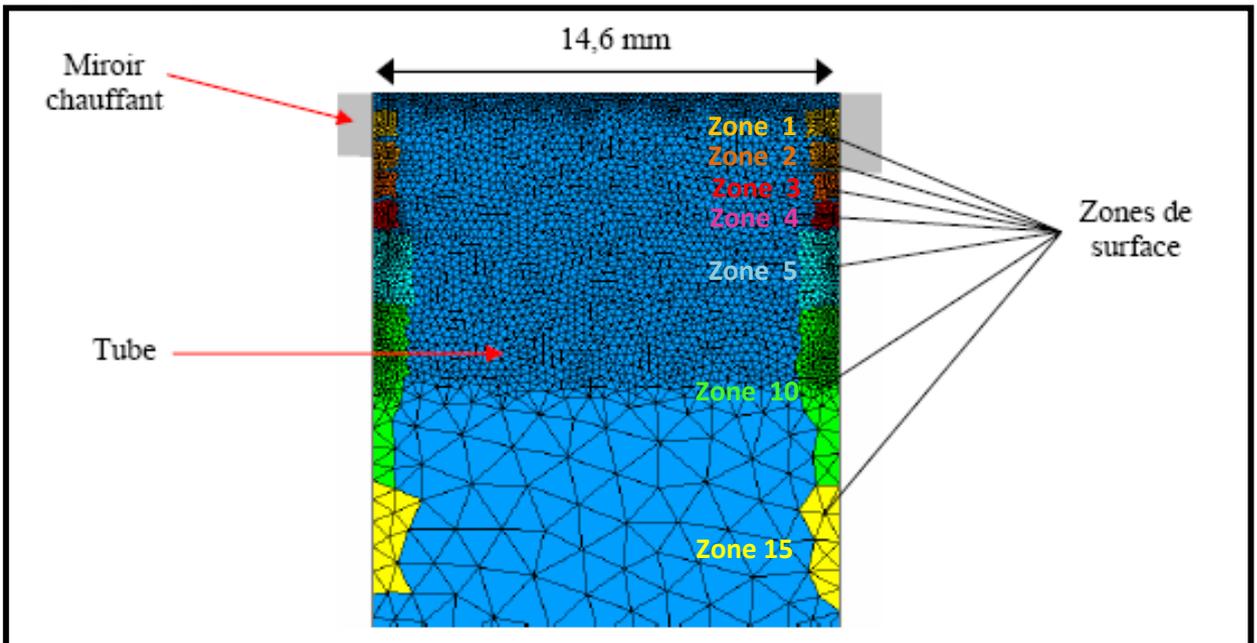
**b) Parois du tube**

Les résultats expérimentaux Dans le chapitre 2 de la thèse de hehn, ils ont été démontrés 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, et a été pris en compte de façon détournée en Cast3m. On impose une température et un coefficient d'échange entre le tube et l'air environnant (condition de "Neuman"). Pour contourner cette difficulté, premièrement on fait évoluer la température de l'air conformément aux profils de températures de la (Figure 5.12). 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.



**Figure 5.12 – 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**

Ces évolutions de température servent des conditions thermiques sur les zones des surfaces du tube à différentes distances du miroir. Ces différentes zones sont représentées sur la (Figure 5.13).



**Figure 5.13 – Représentation des zones de surface définies sur les parois du tube permettant de fixer les conditions thermiques sur le tube**

Deuxièmement on choisi un coefficient de transfert propres à chaque zone 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.

## **5.6. Détermination les paramètres des conditions aux limites :**

Dans les tableaux 5.1,5.2 et 5.3 on a varié l'ensemble des paramètres de calcul (le flux imposé sur les cotés DA ou [A10A15 et D15D10] de la géométrie , le coefficient d'échange avec le miroir  $H_m$  et les coefficients d'échange avec l'air de différentes zones : H1, H2, H3, H4, H5, H10 et H15) dans une géométrie raffinée et non raffinée et on a fait comparer les températures obtenus à la surface du tube à différentes distance au plan de soudage avec les mesures expérimentales dans les même points en fin de chauffage .

### **5.6.1. Les paramètres des conditions aux limites en maillage raffiné**

Le tableau 5.1 et les deux tableaux [5.2 et 5.3] présentent successivement les valeurs de températures par des calculs implémentés en maillage sans et avec raffinement. Pour mieux mettre en évidence l'effet de raffinement sur les résultats, il est nécessaire de les analyser après le raffinement, d'après la figure 5.14, le calcul dans un maillage raffiné avec les paramètres [FI=100 sur les cotés A10A15 et D15D10;  $H_m=150\text{w/mC}^\circ$  et les coefficients d'échange : H1=5, H2=10, H3=10, H4=5, H5=5, H10=5 et H15=20] donne aux points à distance de 4 et 5mm à la plaque chauffante des résultats plus approchés aux résultats expérimentaux qu' on le fait dans un maillage non raffiné et de même pour la plus part des phases de l'égalisation et de chauffage au point à distance de 3mm à la plaque chauffante. Ainsi la( figure 5.14) apparaisse les résultats au point à distance de 2mm à la plaque chauffant obtenu à partir d'un calcul en maillage non raffiné sont approchés aux températures expérimentales mais en réalité elles sont éloignés quant on a fait le même calcul dans une maillage raffiné par contre à distance de 1mm à la plaque chauffant le calcul en maillage non raffiné donne des résultats non approchés aux résultats expérimentaux et quant on a implanté ses paramètres de calcul en maillage raffiné les résultats sont bien approchés aux résultats expérimentaux .pour toutes ces raisons il est nécessaire de refaire le calcul dans une maillage raffiné avec des paramètres appropriés à ce type de maillage. Et la (figure 5.15) présente la différence des résultats entre les deux types de maillage.

Sans Raffin	Côté DA				Côtés A10A15 et D15D10			
$\Delta t = 0.5$	<b>T surface du tube calculé par simulation HM =100</b>							
Temp	H	FI=100	FI=700	FI=1000	H	FI=100	FI=700	FI=1000
160.7	5	170.05	173.37	175.06	5	169.54	169.68	169.75
155.535	7	143.03	145.64	146.96	7	142.64	142.86	142.96
128	10	122.61	124.09	124.85	10	122.42	122.70	122.84
110	5	107.95	108.99	109.51	5	107.85	108.29	108.50
95	7	96.223	96.996	97.384	7	96.198	96.817	97.123
68	10	66.388	66.578	66.673	10	66.889	70.095	71.703
59	50	51.373	51.415	51.435	50	51.901	55.121	56.737
	A	207.30	211.38	213.45	A	206.65	206.74	206.79
	D	207.42	211.55	213.63	D	206.75	206.85	206.90
	<b>Côtés DA</b>				<b>Côtés A10A15 et D15D10</b>			
	<b>T surface du tube calculé par simulation FI=200</b>							
Temp	H	HM=100	HM=200	HM=300	H	HM=100	HM=200	HM=300
160.7	5	170.60	197.48	209.37	5	196.82	196.84	196.86
155.535	7	143.47	164.76	173.90	7	164.25	164.28	164.31
128	10	122.86	136.93	144.16	10	136.59	136.64	136.68
110	5	108.13	117.58	122.01	5	117.41	117.48	117.54
95	7	96.352	103.47	106.74	7	103.40	103.49	103.59
68	10	66.419	68.401	69.346	10	68.890	69.426	69.960
59	50	51.380	51.859	52.096	50	52.385	52.920	53.456
	A	207.98	246.19	265.49	A	245.38	245.39	245.40
	D	208.11	246.37	265.66	D	245.56	245.57	245.58
	<b>Côtés DA</b>							
$\Delta t = 0.5$	<b>T surface du tube calculé par simulation FI=100</b>							
Temp	H	HM=100	H	HM=200	H	HM=100	H	HM=150
160.7	5	173.27	5	175.32	5	177.32	5	185.08
155.535	10	147.97	15	149.95	20	151.88	10	153.50
128	20	126.12	20	126.78	20	127.41	10	128.80
110	5	109.50	5	109.59	5	109.74	5	111.96
95	7	97.049	5	97.049	5	96.819	5	98.907
68	8	66.412	8	67.790	5	63.908	5	64.625
59	50	51.394	70	51.785	20	50.646	20	50.887
	A	209.25	A	210.44	A	211.61	A	229.44
	D	209.38	D	210.61	D	211.79	D	229.66
	<b>Côtés A10A15 et D15D10</b>							
	<b>T surface du tube calculé par simulation FI=100</b>							
Temp	H	HM=100	H	HM=200	H	HM=100	H	HM=150
160.7	5	172.75	5	174.81	5	176.81	5	184.70
155.535	10	147.59	15	149.58	20	151.52	10	153.24
128	20	125.93	20	126.59	20	127.23	10	128.67
110	5	109.40	5	109.49	5	109.66	5	111.91
95	7	97.028	5	97.017	5	96.820	5	98.937
68	8	66.917	8	68.240	5	64.531	5	65.257
59	50	51.923	70	52.256	20	51.290	20	51.534
	TA	208.59	TA	209.79	TA	210.95	A	228.95
	TD	208.71	TD	209.94	TD	211.14	D	229.15
					TM(x=0,y=7.3)	166.36	TM	205.37

Tableau 5.1- calcul en maillage non raffiné

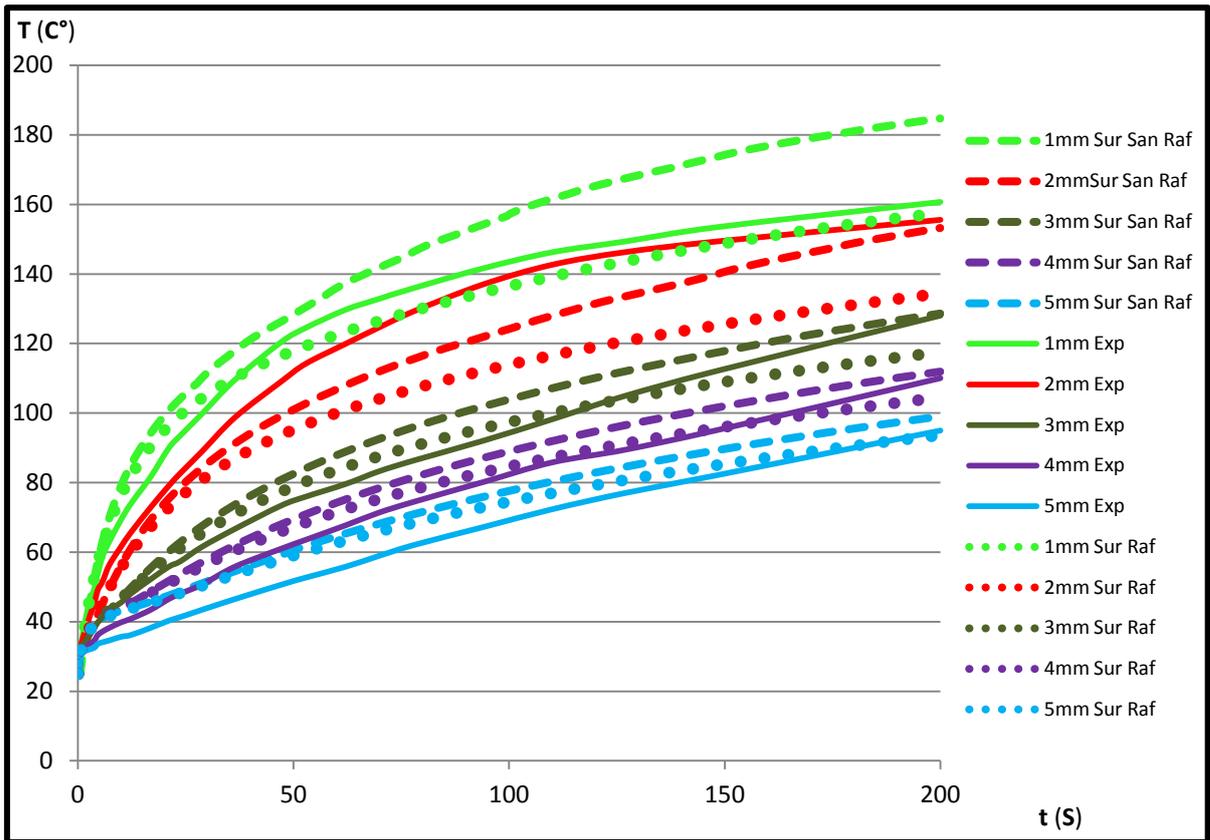
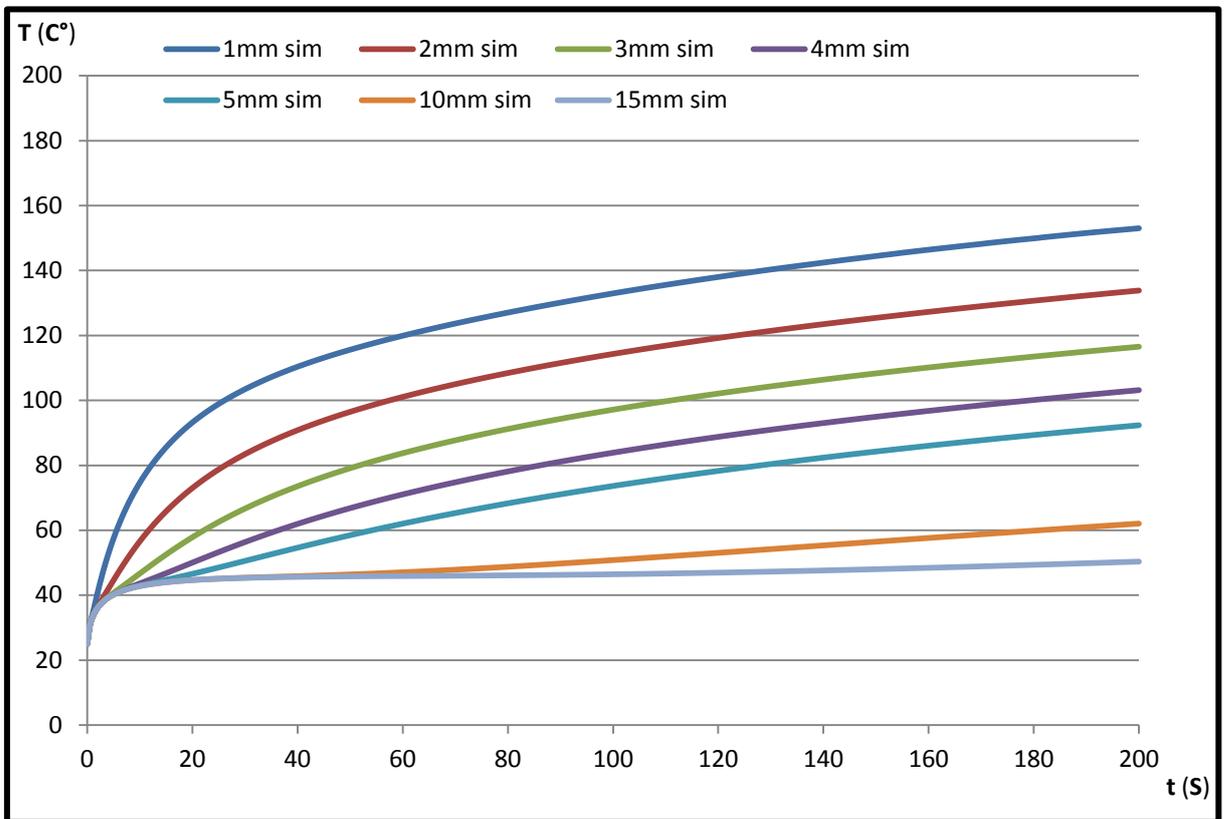


Figure 5.14 - Evolution de la température en surface du tube calculé par simulation et à 1mm de la surface mesuré des phases d'égalisation et de chauffage avec et sans raffinement



a)

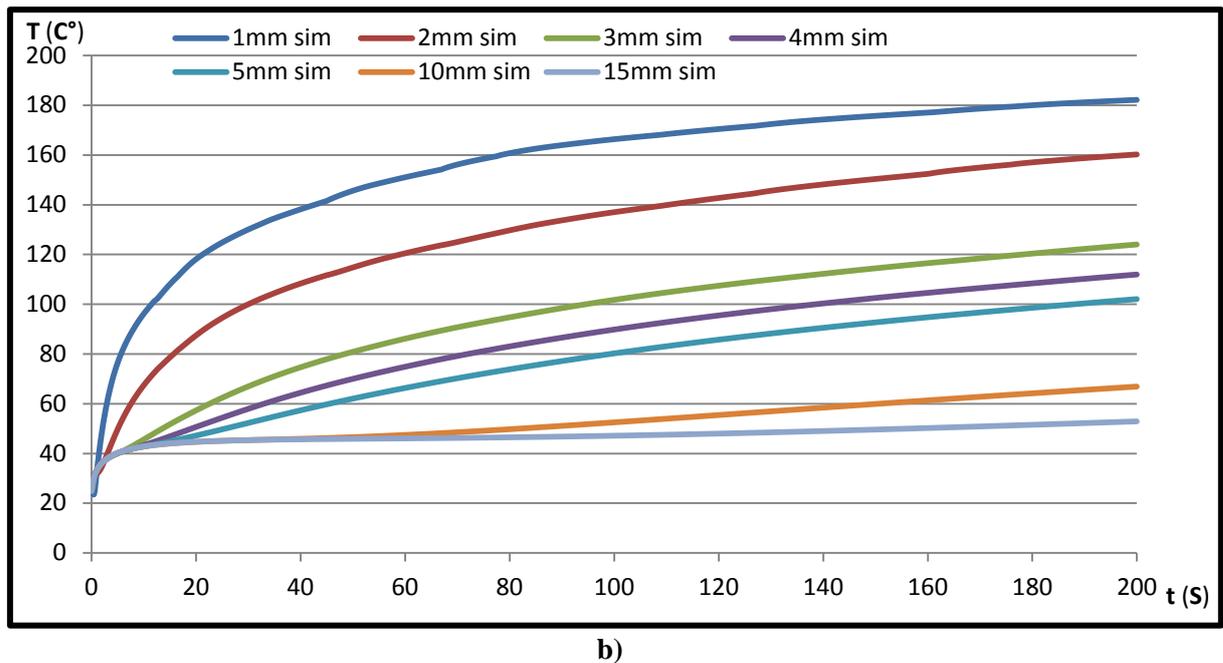


Figure 5.15 a) Evolution de la température au centre de la paroi du tube calculé avec raffinement

b) Evolution de la température au centre de la paroi du tube calculé sans raffinement

On note que le raffinement donne des résultats les plus réels et il est nécessaire de le faire, mais avec des conditions cités dans ce chapitre ; raffinement grossier que possible pour diminuer le temps de calcul, raffinement local qui s'intéresse sur la partie affectée thermiquement (sur les cinq premiers millimètres) que du reste de tube.

- **Le flux imposé**

Un flux de chaleur a été imposé de façon à ce que la température résultante du calcul corresponde à la mesure expérimentale. On a varié ce flux jusqu'à atteindre la valeur adoptée par le calcul.

**Détermination de la valeur et le côté d'imposition du flux :**

D'après le tableau 5.2 on a observé quand on a imposé un flux de chaleur sur la surface qui est en contact avec le miroir [Côté DA], le résultat de température a distance **1mm** de la plaque chauffante été très élevé par rapport au résultat donné par le thermocouple avec une erreur [ $e = 15.31$ ] malgré qu'à cette distance le coefficient d'échange avec l'air est petit [ $H1 = 5 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$ ], en plus le résultat de température a distance **15mm** s'impose un grand coefficient d'échange [ $H15 = 100 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$ ] pour obtenir une valeur plus au moins approchée à la valeur expérimentale tel que l'erreur [ $e = 6.869$ ]. ces observations nous montre bien la nécessité de changer le Côté de l'imposition de ce flux. Donc on a imposé un flux avec même valeur [ $1000 \text{ w}$ ] mais sur les [Côtés A10A15 et D15D10], on remarque que à :

- 1 mm le coefficient d'échange reste identique [ $H1 = 5 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$ ] et l'erreur  $\Delta T$  est diminué [ $e = 13.02$ ].
- 15 mm le coefficient d'échange a diminué [ $H15 = 50 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$ ] et aussi l'erreur  $\Delta T$  a diminué [ $e = 2.247$ ].

Raffin	T surface du tube calculé par simulation								
$\Delta t = 0.5$	Côtés DA								
	HM=200						HM=200		
Texp	H	FI=100	FI=150	FI=200	FI=250	FI=350	H	FI=100	Texp
160.7	5	169.11	169.26	169.41	169.55	169.85	5	170.63	160.7
155.535	40	145.49	145.6	145.70	145.80	146.01	80	147.54	155.535
128	70	124.84	124.9	124.96	125.01	125.13	80	125.73	128
110	40	109.74	109.77	109.80	109.84	109.90	40	110.44	110
95	145	95.21	95.226	95.243	95.260	95.294	150	95.614	95
68	300	75.171	75.173	75.175	75.178	75.183	200	73.657	68
59	300	53.5	53.501	53.502	53.502	53.504	300	53.506	59
Côtés DA									
	HM=230								
HM=200	FI=150	HM=210	FI=500		FI=100	FI=300		FI=100	FI=1000
H	Asimula	H	Asimula	H	Asimula	Asimula	H	Asimula	Asimula
5	170.03	5	174.02	5	173.23	173.71	5	173.83	176.01
60	146.74	120	151.34	80	149.42	149.74	80	150.88	152.29
80	125.63	120	128.3	80	126.94	127.13	120	128.45	129.35
50	110.25	40	111.08	40	111.21	111.33	20	111.07	111.78
150	95.381	60	96.85	150	96.066	96.131	20	97.974	98.521
300	75.177	60	71.639	200	73.748	73.758	20	66.89	67.021
300	53.501	300	53.58	300	53.535	53.537	100	52.104	52.131
TA			207.58		208.7	209.38		208.73	212.10
TD			207.66		208.67	209.36		208.70	212.08
Côtés A10A15 et D15D10									
	HM =200						HM =210		
H	FI=100	H	FI=100	H	FI=500	H	FI=500	H	FI=500
	Asimula		Asimula		Asimula		Asimula		Asimula
10	170.44	10	171.24	5	172.22	5	172.36	5	172.84
80	147.41	100	148.76	130	150.44	130	150.66	120	150.62
80	125.67	100	126.6	130	127.63	130	128.01	120	127.88
40	109.76	40	110.41	40	110.58	40	111.3	40	110.82
100	95.182	100	95.966	80	96.257	80	97.511	60	96.723
150	72.213	100	72.276	80	72.747	40	72.316	60	72.56
250	53.466	300	53.743	300	54.601	300	54.64	300	54.63
								TA	205.88
								TD	205.86
Côtés A10A15 et D15D10									
	HM =230								
Texp	H	FI=100	FI=300	FI=700	FI=1000	H	FI=1000	H	FI=1000
160.7	5	173.42	173.43	173.45	173.47	5	173.66	5	173.69
155.535	80	149.91	149.92	149.95	149.98	80	150.83	80	150.87
128	80	127.71	127.73	127.78	127.82	120	128.54	120	128.6
110	40	111.22	111.26	111.34	111.4	20	111.35	20	111.44
95	40	97.439	97.499	97.617	97.706	20	98.472	20	98.584
68	40	71.675	72.075	72.876	73.476	20	73.415	20	70.834
59	300	53.828	54.252	55.1	55.47	300	55.77	100	56.196
TA		208.59	208.6	208.61	208.62		208.71		208.73
TD		208.56	208.57	208.58	208.59		208.69		208.70
Côtés A10A15 et D15D10									
	HM =230	FI=1000							
Texp	H	Asimula							
160.7	5	173.72							
155.535	80	150.91							
128	120	128.65							
110	20	111.52							
95	20	98.71							
68	20	70.57							
59	50	56.753							
TA		208.74							
TD		208.72							

Tableau 5.2- calcul en maillage raffiné et coefficient d'échange supérieur à 20W/m<sup>2</sup>C°

On note que la valeur du flux imposé est variée en fonction de valeurs des coefficients d'échange pour obtenir un meilleur résultat.

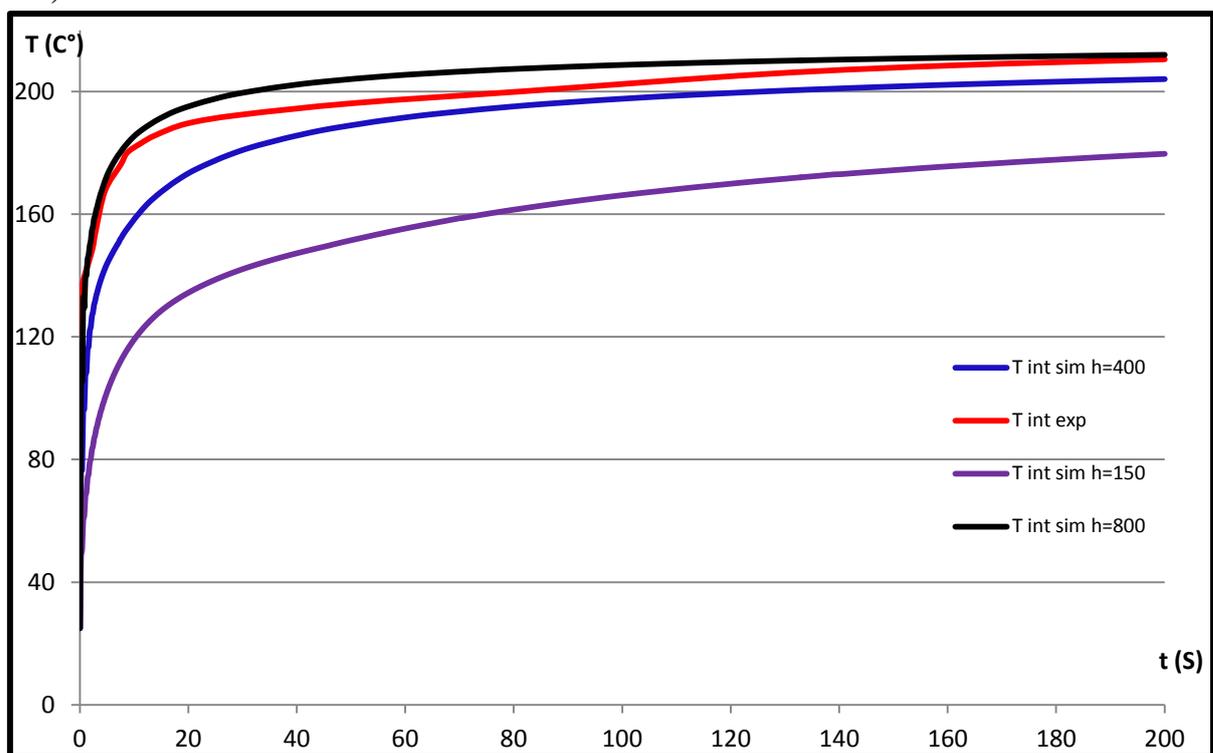
- **Le coefficient d'échange entre la matière et le miroir et les coefficients d'échange avec l'air en chaque zone**

Les trois tableaux 5.1, 5.2 et 5.3 présentent la variation de coefficients d'échange entre la matière et le miroir et les coefficients d'échange avec l'air en chaque zone et illustrent la dépendance de ces coefficients d'échanges entre eux.

#### *Le coefficient d'échange entre la matière et le miroir*

Le coefficient d'échange entre la matière et le miroir ont été déterminé de façon à ce que l'évolution de la température calculée à l'interface reproduit au mieux la variation de température mesurée par les thermocouples.

La (figure 5.16) 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 150, 400 et 800  $W/m^2C^\circ$ .



**Figure 5.16 – Evolution de la température à l'interface miroir/tube mesurée et calculée avec une température de miroir de 220 $^\circ C$  et des coefficients d'échange de 150, 400 et 800  $W/m^2 C^\circ$ . en phases d'égalisation et de chauffage**

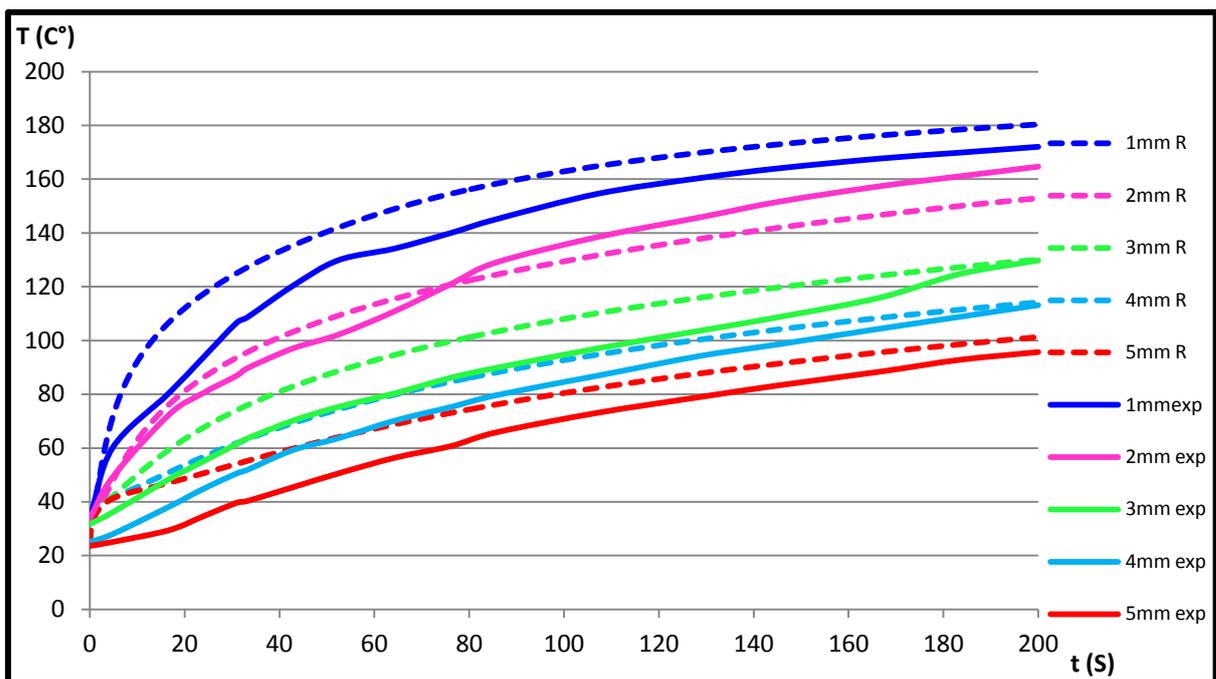
La température obtenue avec 150  $W/m^2C^\circ$  est bien inférieure à la température réelle et la température obtenue avec 800  $W/m^2C^\circ$  est bien approchée à la température réelle mais le début du phénomène d'oscillation et l'effet de bord s'apparaissent d'une manière significative avec cette valeur de coefficient. Donc le coefficient d'échange a été ajusté jusqu'à obtenir une évolution plus représentative de la réalité et qui ne donne pas l'oscillation.

La courbe à  $400 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$  montre que pendant la phase d'égalisation, la température enregistrée en simulation est bien inférieure à la température enregistrée expérimentalement. 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. L'écart de température qui existe au procédé de l'égalisation est rattrapé au début de la phase de chauffage et la courbe est légèrement en-dessous de la courbe expérimentale au cours de chauffage.

Finalement, le coefficient d'échange choisi pour le contact miroir/tube est de  $400 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$  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 avec légère effet de bord, sans oscillation et plus représentative de la réalité.

**Les coefficients d'échange avec l'air en chaque zone**

Pour la convection avec l'air on a fixé une température extérieure et un coefficient de transfert propre à chaque zone qui a été créée à différentes distances du miroir de façon que la matière soit instantanément à la température désirée.



**Figure 5.17 - Evolution de la température en surface du tube calculé par simulation et à 1mm de la surface mesuré des phases d'égalisation et de chauffage en maillage raffinement et coefficient d'échange inférieur à  $20 \text{ W/m}^2\text{C}^\circ$**

Aux points où les températures constatées par la simulation deviennent plus élevées que les températures expérimentales comme celui observé au point de la surface à distance 1mm à l'interface miroir/tube tel-que  $\Delta T=19.42\text{C}^\circ$ , il est possible d'évaluer la valeur du coefficient de convection et d'observer s'il existe des effets de bords. D'après les tableaux 5.2 et 5.3 la valeur du coefficient de convection miroir/tube a augmentée d'une valeur supérieure à

[400 W/m<sup>2</sup>C°], pour obtenir des valeurs de températures approchées aux valeurs expérimentales, la forme de la courbe reste identique mais l'effet de bord commencera à apparaître au point de la surface à distance 1mm à l'interface miroir/tube. Pour alléger cet effet il faut diminuer son coefficient d'échange avec l'air à 5 W/m<sup>2</sup>C° et augmenter les autres coefficients d'échange, aux points plus proches de cette distance, à des valeurs supérieures à 20 W/m<sup>2</sup>C° [80,120 W/m<sup>2</sup>C°] cette condition ne peut être uniquement atteinte que si une convection forcée est appliquée au système, ce qui n'était pas le cas dans le cadre de cette étude d'où nous passons au tableau 5.3 pour faire le calcul avec coefficients d'échange inférieur à 20 W/m<sup>2</sup>C° (figure 5.17). D'autre part la température atteinte à 1 mm du plan de soudage à la surface de la paroi en fin de chauffage soit sensiblement supérieure à celle obtenue par expérience. Ceci peut s'expliquer par le fait que les thermocouples, se déplacent avec le bourrelet, s'éloignent de la zone de contact entre le miroir et le tube (figure 5.18) diminuant ainsi l'apport de chaleur par conduction lors du chauffage.

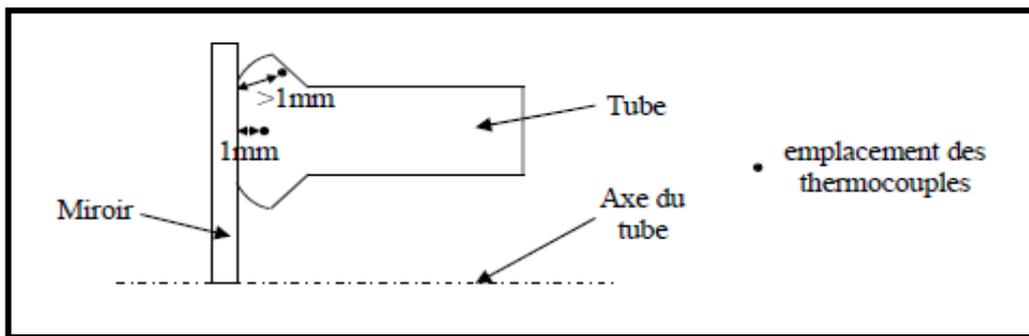


Figure 5.18 – Position en fin de chauffage des thermocouples placés initialement à 1 mm du plan de soudage au centre de la paroi et à 1 mm sous la surface du tube

Raffin	T surface du tube calculé par simulation								
Δt =0.5	Côtés A10A15 et D15D10								
	FI=800								
Tsur exp	H	HM =800		H	HM =600	H	HM =500	H	HM =400
160.7	20	188.64	186.14	20	186.08	20	184.34	18	181.52
155.535	16	161.49	159.31	16	159.20	10	157.77	15	155.29
128	18	136.8	134.97	18	134.91	12	133.9	13	131.93
110	5	118.55	117.29	15	117.31	10	116.87	10	115.47
95	5	104.58	103.61	15	103.49	10	103.7	9	102.57
68	18	71.775	71.419	18	71.244	8	71.151	9	70.842
59	5	57.172	57.053	16	56.74	20	56.652	10	56.773
	TA	243.77	236.06		236.05		231.19		225.05
	TD	243.73	236.02		236.01		231.15		225.01
	TM(x=0,y=7.3)	212.26	209.69		209.69		207.67		204.63
Côtés A10A15 et D15D10			Côtés A10A15 et D15D10			Côtés DA			
	HM =150	FI=100		Pas0.5	HM =400	FI=800		HM =400	FI=800
Aexp	H	Asimula		Aexp	H	Asimula		H	Asimula
160.7	5	157.59		160.7	5	180.12		5	181.43
155.535	10	134.41		155.535	15	152.60		15	153.50
128	10	117.54		128	13	129.86		13	130.20
110	5	104.48		110	10	113.81		10	113.68
95	5	93.669		95	9	100.84		9	100.27
68	5	63.359		68	15	70.125		15	64.738
	20	51.220		59	10	56.603		10	56.724
	TA	190.64			TA	224.73		TA	226.47
	TD	190.62			TD	224.69		TD	226.43
	TM(x=0,y=7.3)	179.47			TM(x=0,y=7.3)	203.95		TM(x=0,y=7.3)	205.73

Tableau 5.3- calcul en maillage raffiné et coefficient d'échange inférieur à 20 W/m<sup>2</sup>C°

On note que du coté informatique on peut remarquer que les valeurs de coefficients d'échange par convection influent sur le temps de calcul

### 5.6.2. Calcul le taux de changement de phase par simulation

Deux types d'essais qui peuvent être réalisés. Dans notre 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. En utilisant la loi d'Avrami qui peut s'écrire sous la forme suivante (voir chapitre modélisation) :

$$\alpha_L(t) = 1 - \exp[-K_{A\text{ fusion}}(T) \cdot t^n]$$

$$K_{A\text{ fusion}}(T) = \left( \frac{\partial K_o^{1/n\text{ fusion}}(T)}{\partial T} \right)^n$$

$$\frac{\partial K_o^{1/n\text{ fusion}}(T)}{\partial T} = \frac{A}{n} [\exp(AT + B)]^{\frac{1}{n}}$$

Pour la fusion, ces paramètres valent :  $A = 0,3$  ;  $B = -121,1$  et  $n = 0,5$ .

Les résultats obtenus pour la fusion sont présentés ci-dessous.

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.

#### Evolution à température constante

La fusion de la matière se fait principalement entre 120 et 150C°. Les évolutions du taux de phase liquide ont été calculées à l'aide de l'équation et paramètres présentés au paragraphe précédent pour de température constante de 130C°. Ces évolutions ont également été calculées en utilisant le logiciel Castem dans des conditions similaires (Figure 5.19).

On implémente le modèle de  $\alpha_L(t)$  à  $T= 130\text{ C}^\circ$  :

$$\alpha_L(t) = 1 - \exp[-K_{A\text{ fusion}}(403) \cdot t^{0.5}]$$

$$K_{A\text{ fusion}}(403) = \left( \frac{\partial K_o^{1/0.5\text{ fusion}}(403)}{\partial T} \right)^{0.5}$$

$$\frac{\partial K_o^{1/0.5\text{ fusion}}(403)}{\partial T} = 0.6[\exp(-0.2)]^2$$

$$\alpha_L(t) = 1 - \exp[-(0.402 \cdot t)^{0.5}]$$

$$\frac{\partial \alpha_L}{\partial t} = 0.201 \exp[-(0.402 \cdot t)^{0.5}] \cdot \left[ \ln \frac{1}{\exp[-(0.402 \cdot t)^{0.5}]} \right]^{0.5}$$

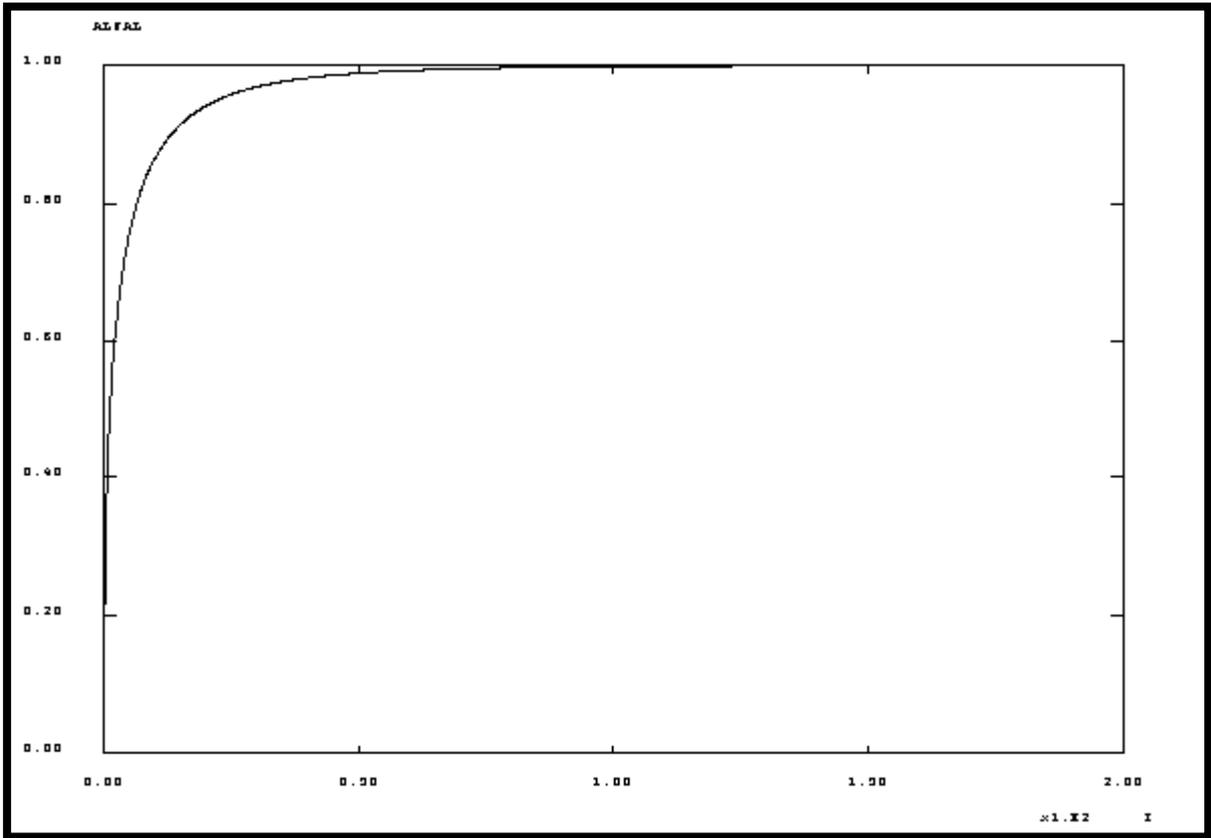


Figure 5.19 – Evolution du taux de phase liquide au cours de la fusion de la matière à température constante (130 C°) simulé par CASTEM

### 5.7. Résultats thermiques

Dans ce cas majeur, le résultat principal fourni par le modèle est un champ thermique, c'est-à-dire une valeur de **température** en chaque nœud et à chaque instant. la validation du modèle de résolution se fait par comparaison avec l'expérience (Figure 5.20).

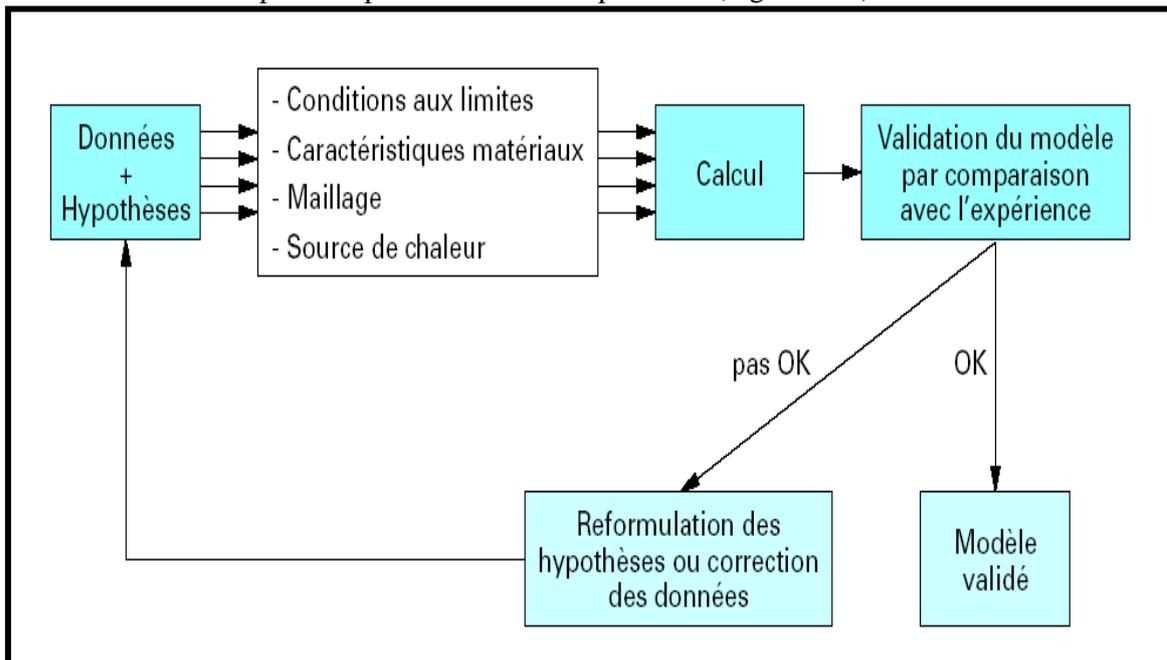
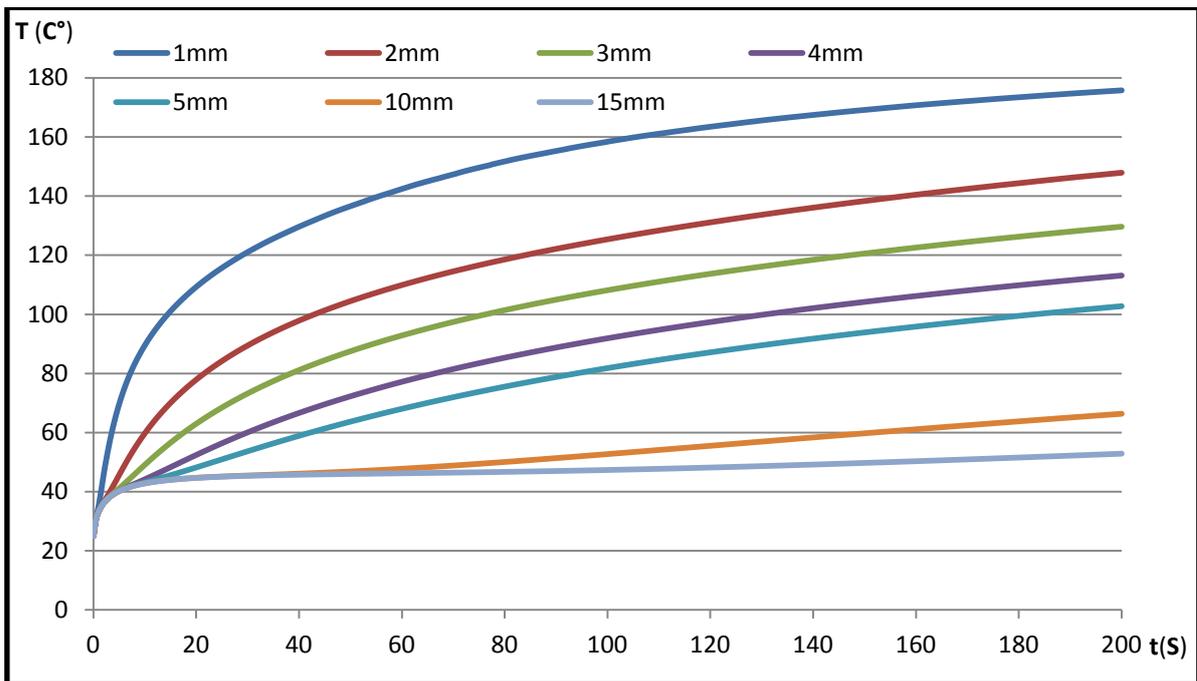


Figure 5.20 – Méthode de validation du modèle

### 5.7.1. Evolution de la température

Grâce à cette simulation nous obtiendrons l'évolution du champ de température, qui sera comparée aux résultats expérimentaux. (Figure 5.21) représente les solutions numériques avec  $x = (1, 2, \dots, 15)$  et  $t$  variables. On note une convergence à  $t \rightarrow \infty$  vers une température constante et les pentes de ces courbes sont diminuées quand la distance à la plaque chauffante augmente. Aussi, on peut constater que le champ de température évolue d'un état initial à un état final indépendant du temps et il est constitué de deux termes, le premier indépendant du temps, représente le régime final permanent, le second dépend de l'espace et du temps. Ce second terme devient nul pour un temps suffisant (lorsque  $t \rightarrow \infty$ ) et représente ici l'évolution du champ de température de l'état initial à l'état final.



**Figure 5.21 - Evolution de la température au centre du tube calculé par simulation des phases d'égalisation et de chauffage avec flux imposé coté A10A15 et D10D15**

#### 5.7.1.1. Analyse de température lors des phases de l'égalisation et de chauffage

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. En remarque presque dans tout les résultats que les évolutions de températures obtenus par simulation sont superposées aux évolutions expérimentaux et qui peut être justifier d'une part par les hypothèses qui sont posés au début de l'étude ; Dans un premier temps, l'évolution de la température obtenue à des distances 1, 2 et 3 mm du plan de soudage ont été étudiées, bien sûr, en fonction des déformations au cours du procédé de chauffage, les thermocouples au cours des essais expérimentaux se déplacent avec la matière (dilatation thermique), les températures mesurées dépendent donc des déplacements de matière. Cependant dans notre étude en n'introduit pas le couplage thermomécanique. Et d'autre part les résultats expérimentales tel que les mesures de températures présentent un inconvénient majeur : Le déplacement de chaque thermocouple,

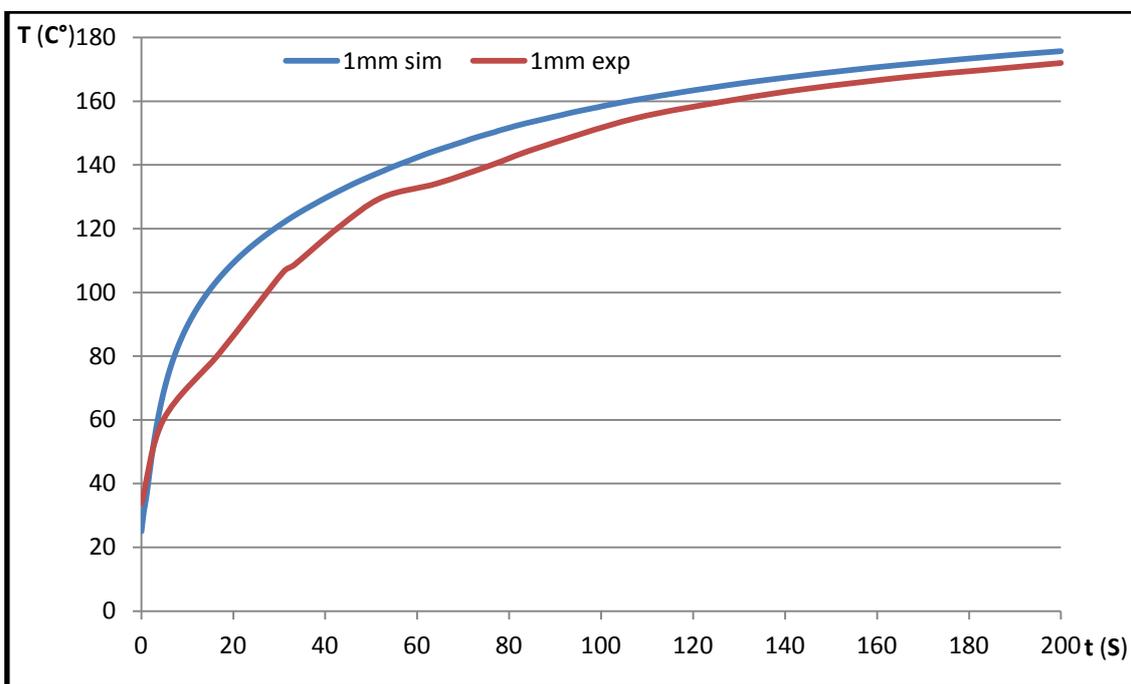
notamment ceux situés dans la couche de polymère fondu, est difficile à observer. Ainsi, le trajet des thermocouples au cours du soudage n'est pas bien connu et il faut donc utiliser les résultats avec précaution. Ces derniers traduisent l'imprécision des conditions aux limites qui peut aussi jouer un rôle en simulation.

On outre, la différence entre les courbes de température est due aussi au déplacement des tubes au cours des phases de chauffage et d'égalisation. 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.

#### *A une distance de 1 mm du plan de soudage*

La (figure 5.22) montre que pendant la majeure partie de la phase d'égalisation, la température enregistrée en simulation est bien supérieure à la température enregistrée expérimentalement (12,5C° de différence après 5s). Cette variation de température dès le début du procédé est due aux effets de bords car la zone à cette distance est plus proche à la tranche d'échange thermique.

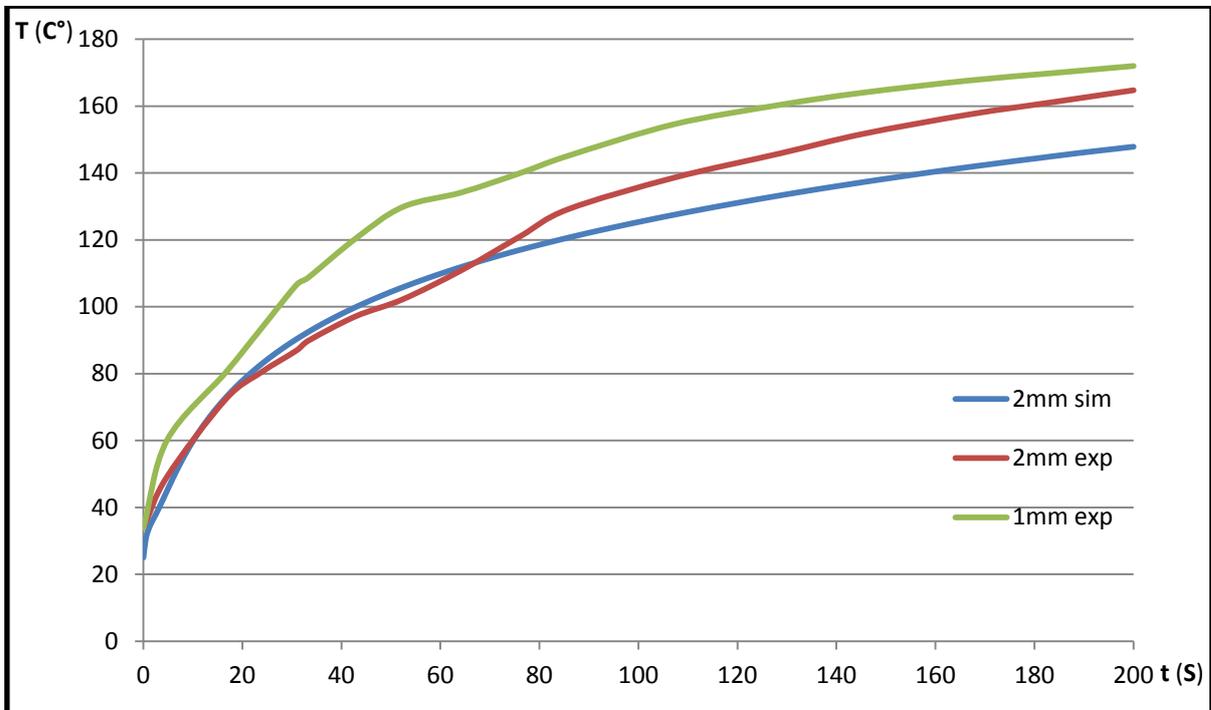
L'écart de température qui existe au début du procédé commence à diminuer à partir du début de fusion de polymère, au cours de la phase de chauffage, les évolutions des températures simulées et réelles sont rapprochés et très similaires à la fin du chauffage. La température atteinte en simulation en fin du chauffage est de 170,5C° et l'écart de température par rapport à la valeur expérimentale n'est que de 4C° (2,3% d'erreur).



**Figure 5.22 – 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 1 mm par rapport au miroir**

### A une distance de 2 mm du plan de soudage

La (figure 5.23) présente les évolutions de 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.



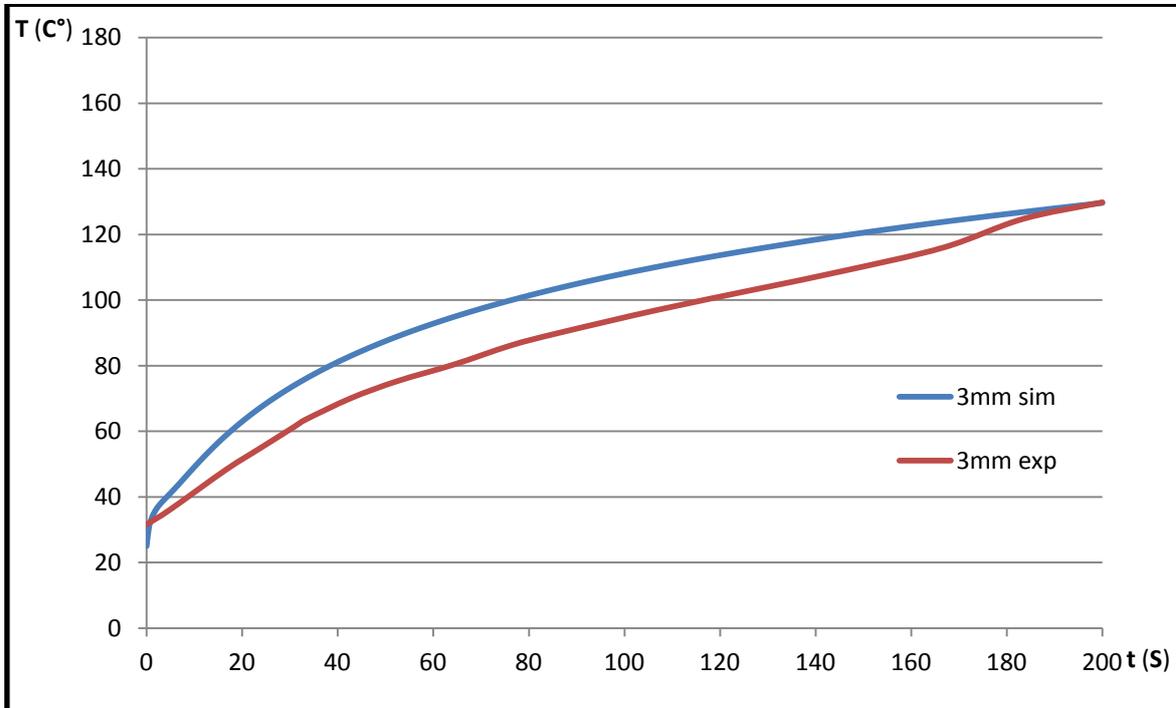
**Figure 5.23 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 2 mm par rapport au miroir. Les mesures réalisées à une distance initiale de 1 mm sont également représentées**

Au cours de la phase d'égalisation, les courbes des deux températures sont égales et cette tendance se poursuit dans les premières secondes de la phase de chauffage. Cependant, après environ 45s de chauffage, la température réelle devient supérieure à la température calculée par ce que les capteurs ne sont pas bien situés dans la zone enregistrant le plus de déformation du fait de la fusion de la matière et de la formation du bourrelet. Et la différence ne cesse de s'accroître jusqu'à la fin du chauffage. L'écart de température entre les deux courbes atteint 16.83C° à la fin de l'étape.

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 à cause de formation de bourrelet. Ainsi, il est possible que le thermocouple qui devait être à 2 mm du plan de soudage, se situe en effet entre 1 et 2 mm. Ceci pourrait expliquer que la courbe de la température expérimentale est haute que la courbe de la température simulée qui, elle, se rapproche de la courbe mesurée à 1 mm du miroir.

**A une distance de 3 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 3 mm par rapport au miroir.



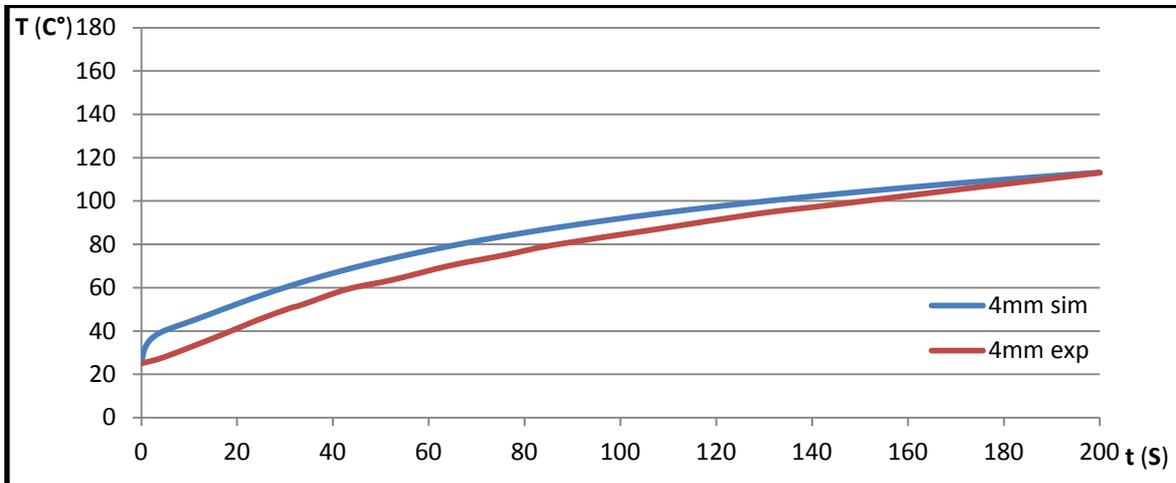
**Figure 5.24 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 3 mm par rapport au miroir**

Dans cette distance la courbe de simulation revient superposer sur la courbe expérimentale le fait qu'on a dépassé la zone de plus d'effet de déformation et de déplacement du bourrelet.

Au cours de la phase d'égalisation, les courbes des deux températures sont divergées et cette tendance se poursuit jusqu'à la moitié du chauffage. Cependant, après ce point, la température réelle et la température calculée convergent jusqu'à la fin du chauffage. L'écart de température entre les deux courbes atteint 0.196C° à la fin de l'étape.

### A une distance de 4 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 4mm par rapport au miroir.

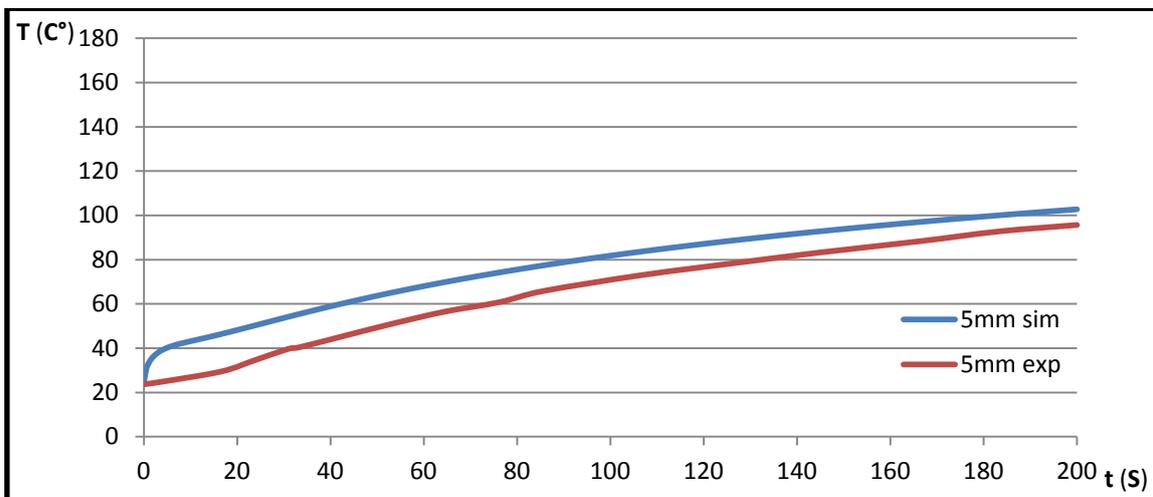


**Figure 5.25 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 4 mm par rapport au miroir.**

Malgré que la courbe de simulation soit superposée sur la courbe expérimentale, elle est plus proche de lui, quant en compare avec les résultats à une distance de 3mm. Au cours de la phase d'égalisation, les courbes des deux températures sont convergées et cette tendance se poursuit jusqu'à la fin du chauffage. L'écart de température entre les deux courbes atteint 0.066°C à la fin de l'étape.

### A une distance de 5 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 5 mm par rapport au miroir.



**Figure 5.26 – 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.**

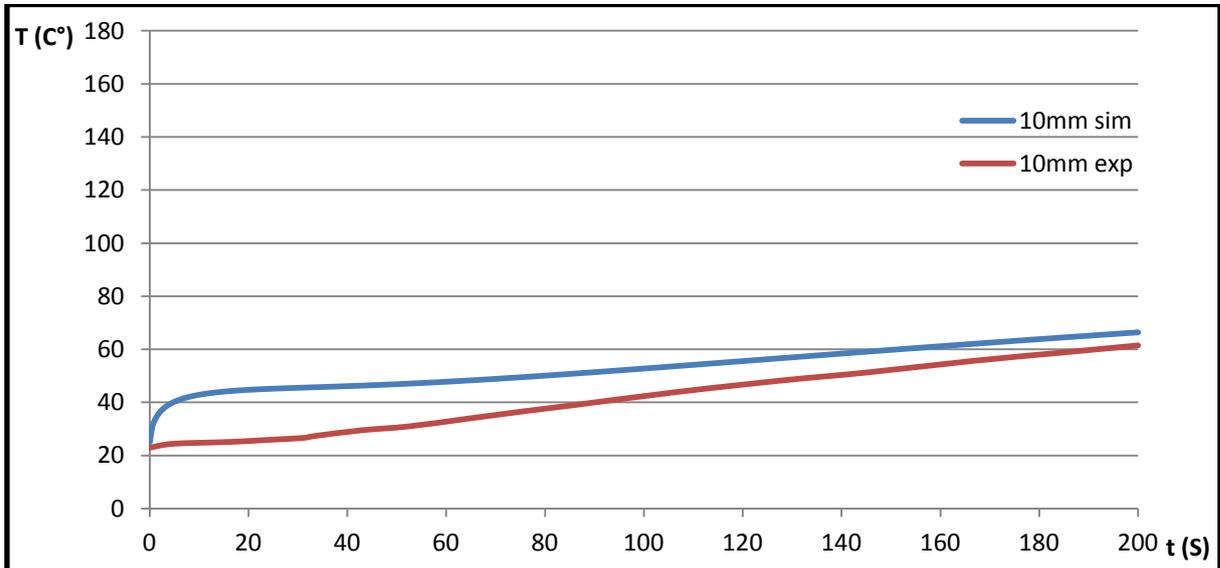
Pendant la phase d'égalisation, les deux courbes de température diffèrent de façon significative due au fait que le déplacement de la surface du tube, qui correspond au déplacement d'un mors qui maintient ce dernier s'éloigne du miroir. Ceci est dû au fait que la dilatation thermique du polyéthylène contrecarre la pression imposée sur les tubes, la couche de polymère fondu n'étant pas encore assez importante pour être éjectée latéralement.

Au cours de la phase de chauffage, expérimentalement on observe une légère avancée des tubes : de l'ordre de 60  $\mu\text{m}$ . 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.

A distance initiale 5 mm du miroir les résultats obtenus présentent et apparaissent bien l'effet de déplacement du tube, l'évolution de température obtenue par simulation diffère aux mesures expérimentales. La température réelle est bien inférieure à la température de la simulation jusqu'à la fin de chauffage. Cependant, cette dernière ne dépasse pas la température de fusion, qui est de l'ordre de 130C°, 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 5.27) 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 5.27 – 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.**

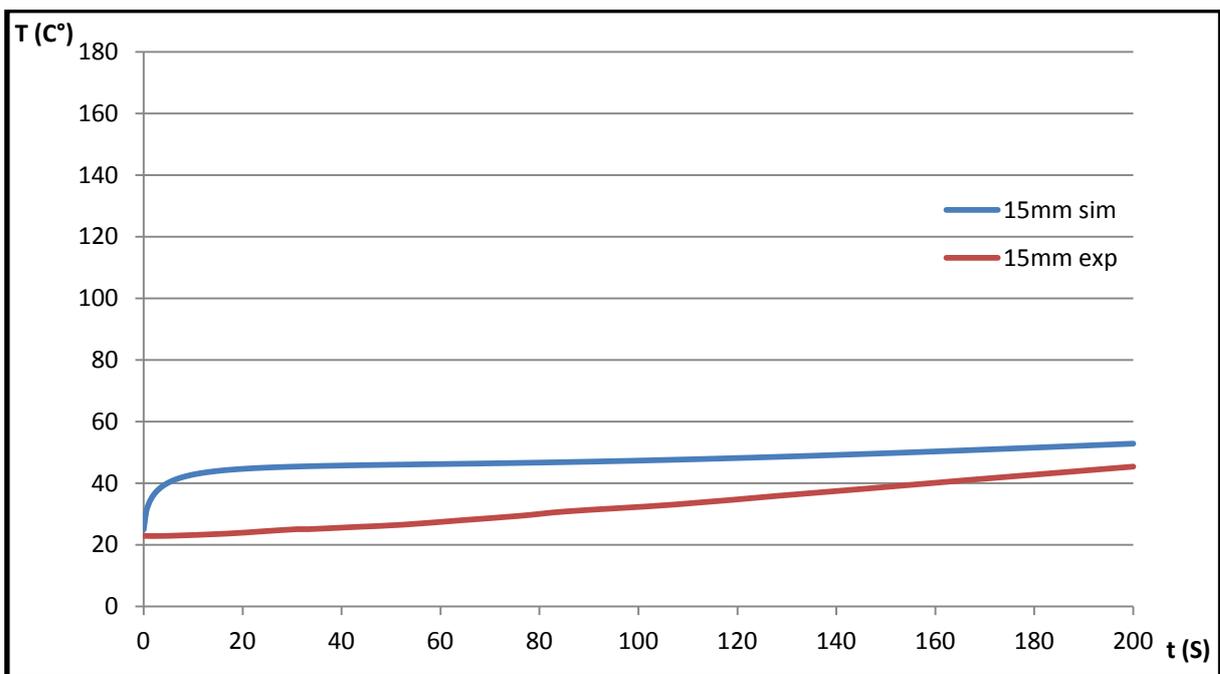
Au cours de la phase d'égalisation, la température calculée évolue brutalement jusqu'à 40.2 C° au 5 premiers secondes puis la température augmente progressivement à la fin de la phase alors qu'en réalité, la température commence à augmenter linéairement dès le début du procédé, Cependant, cette augmentation est faible (égale à environ 2C°).

Au cours du chauffage, la température que ce soit réelle ou simulé augmente de façon quasi linéaire. Avant d'augmenter linéairement avec les mêmes pentes en fin de chauffage. L'écart maximal entre les deux courbes est de  $1.75\text{C}^\circ$ .

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.

#### A une distance de 15 mm du plan de soudage

La (figure 5.28) 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.



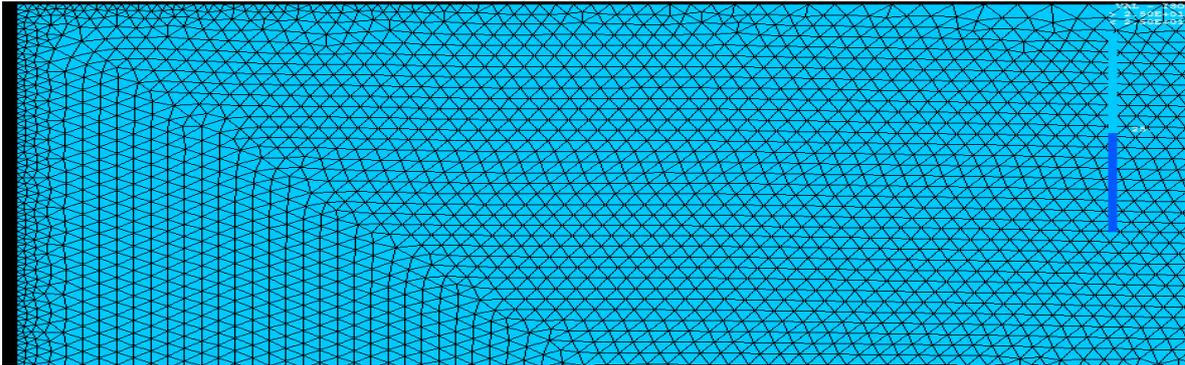
**Figure 5.28 – Evolution de la température au cours de l'égénération (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 15 mm par rapport au miroir.**

Les allures de ces courbes sont semblables à celles observées à 10 mm du plan de soudage. De la même façon, le rayonnement du miroir et non la conduction de chaleur dans le tube est responsable de la montée en température en début de phase.

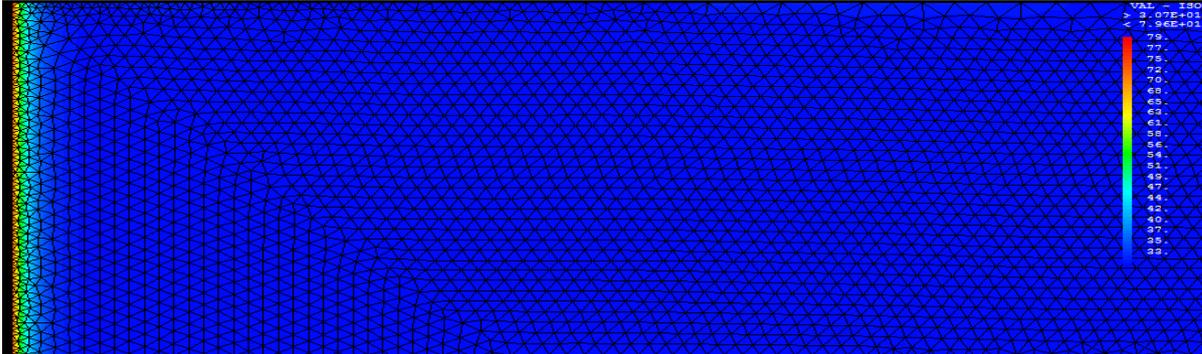
Les différences observées peuvent s'expliquer pour les mêmes raisons qu'à 10 mm du miroir.

Les (figures 5.29 et 5.30) montre l'évolution de la température dans le tube au cours de la simulation des étapes du soudage (égénération et chauffage).

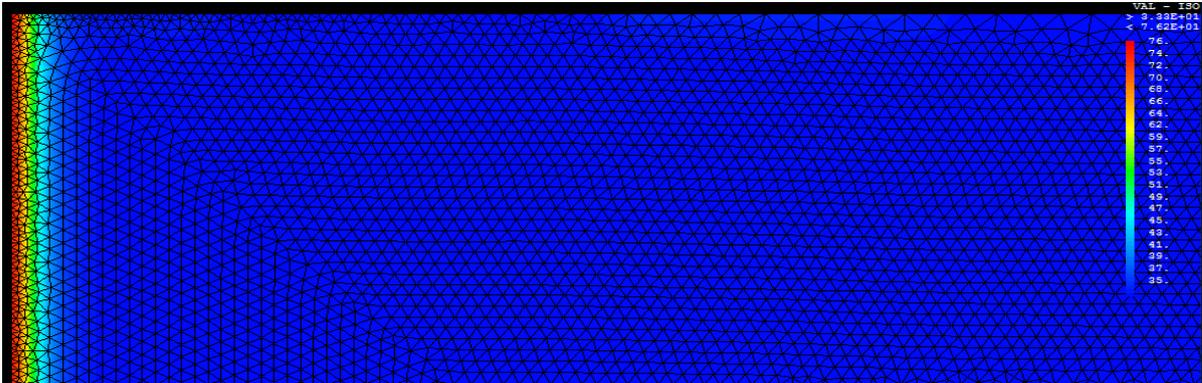
t = 0 s



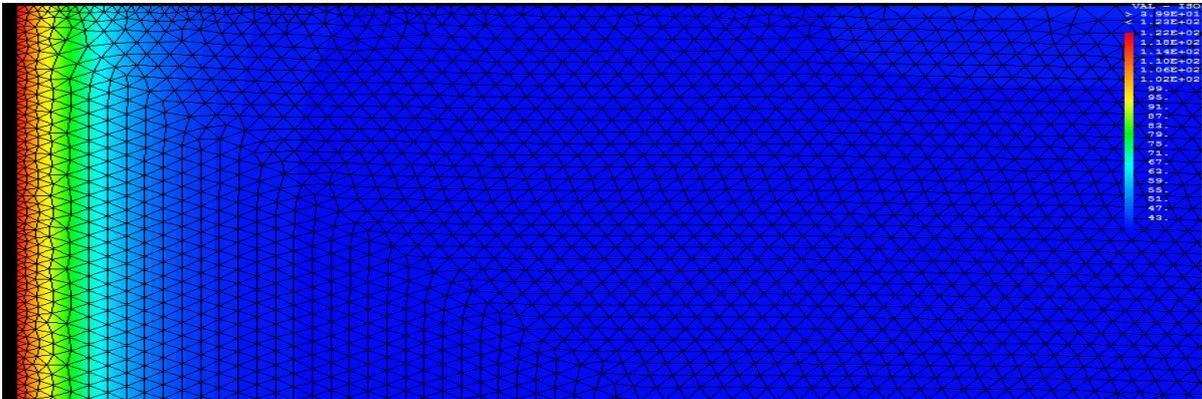
t = 0,5 s



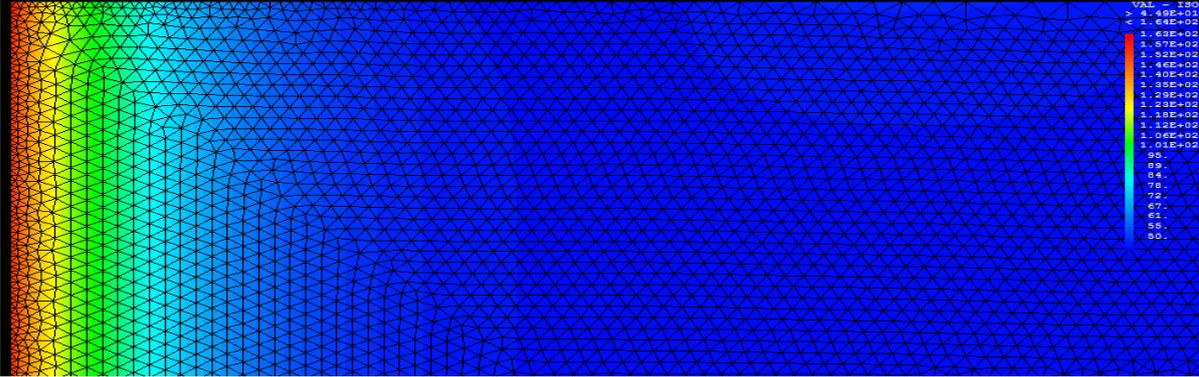
t = 1 s



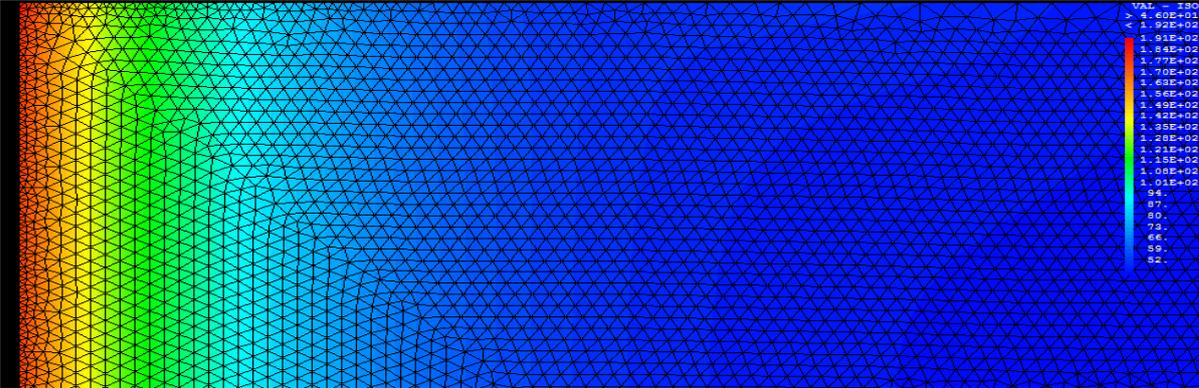
t = 5s



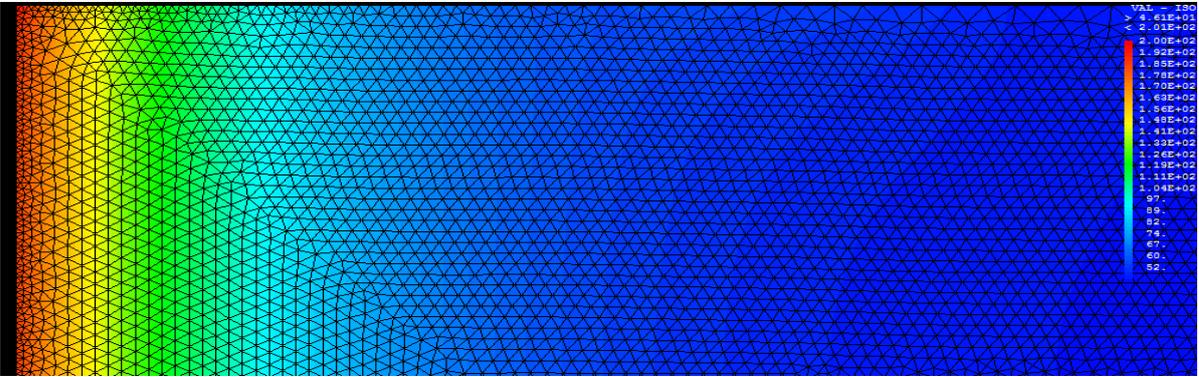
t = 25 s



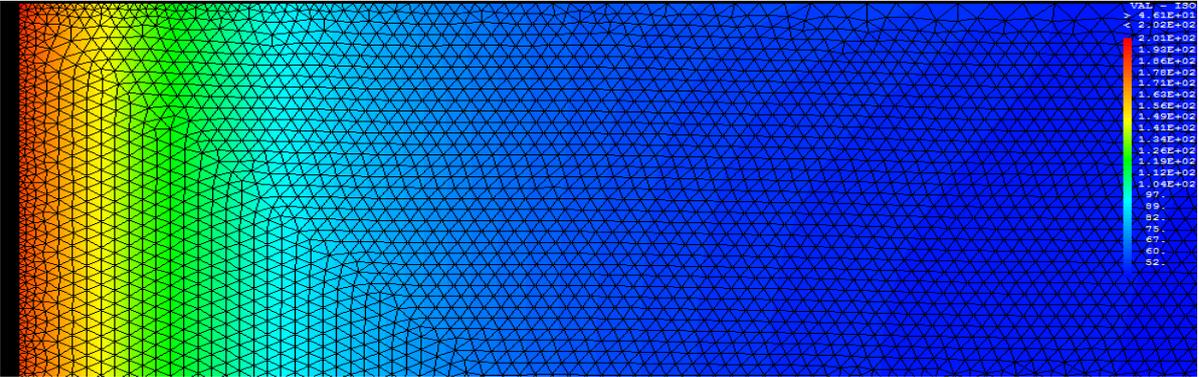
t = 80 s



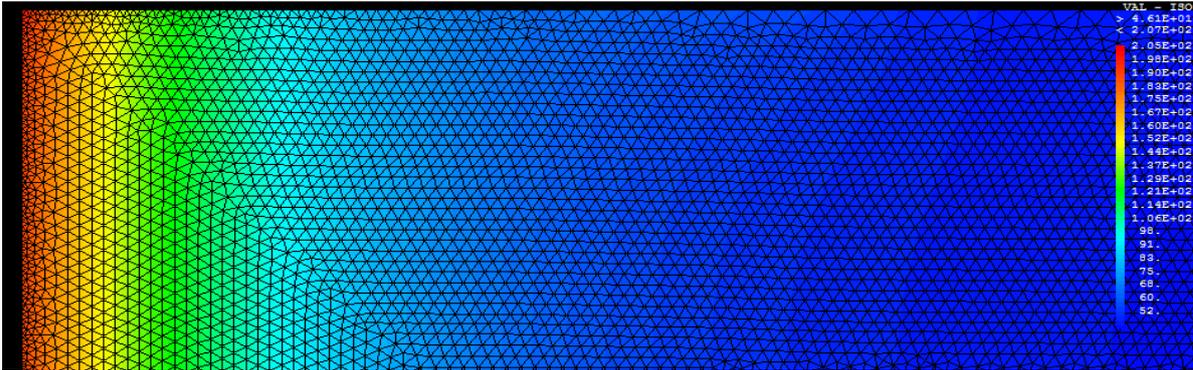
t = 125 s



t = 130 s



t = 175 s



t = 200 s

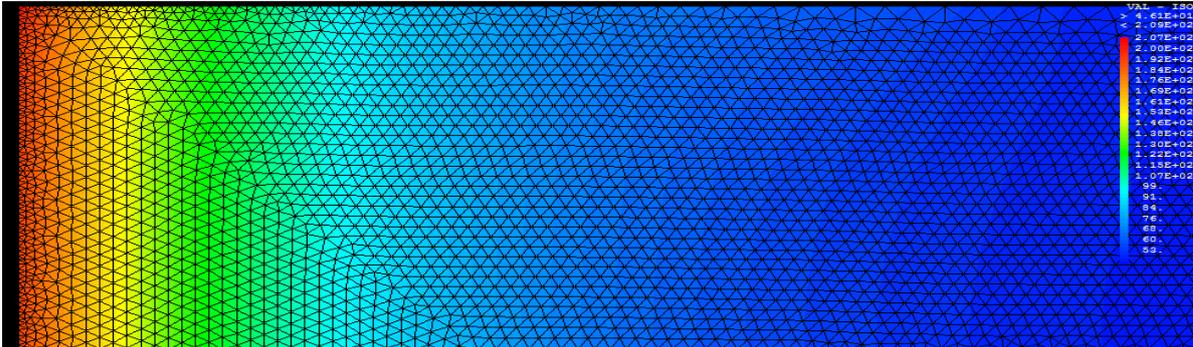
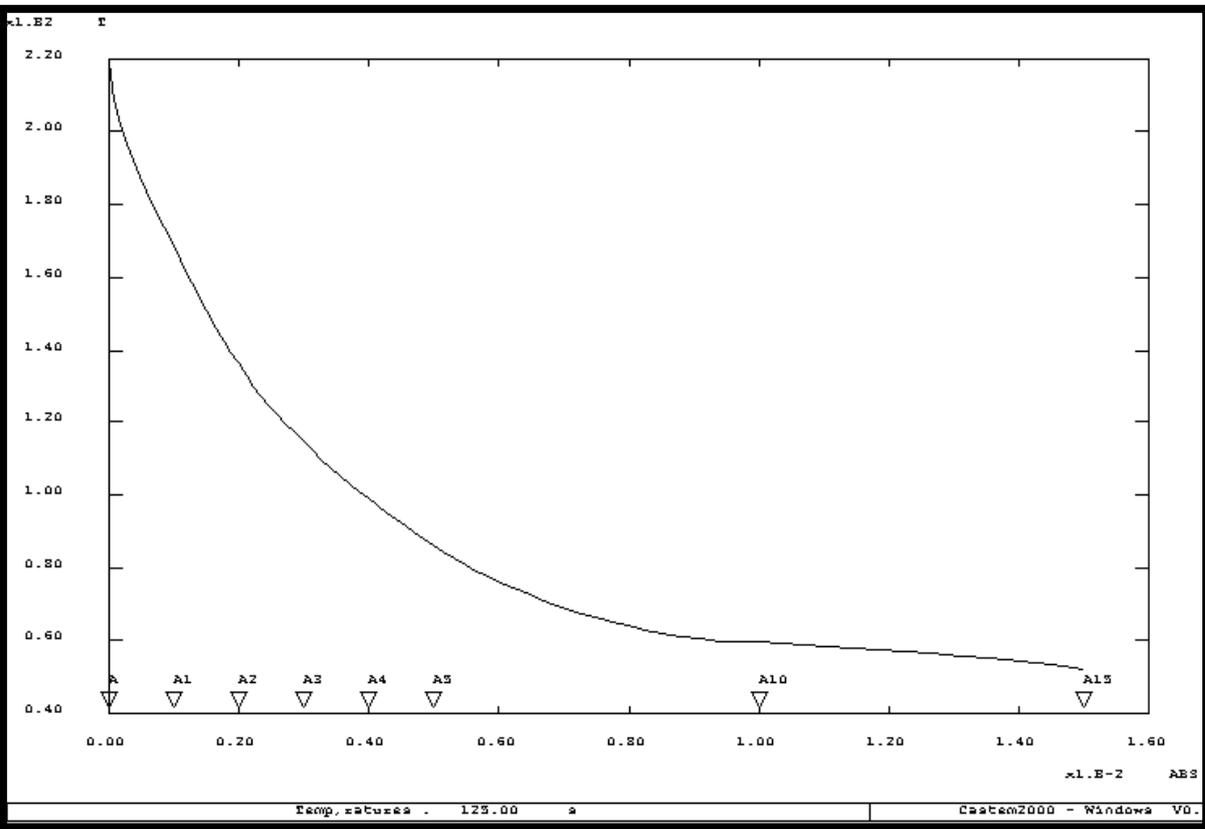
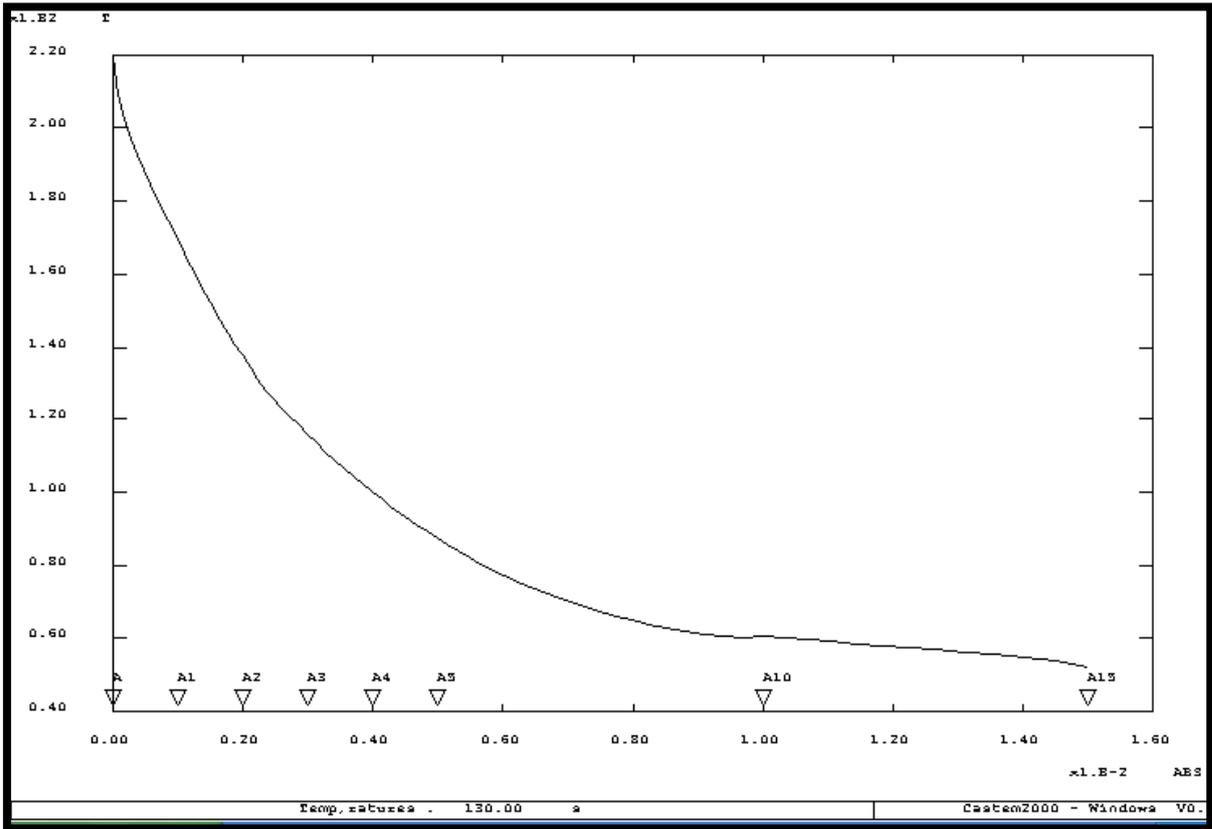


Figure 5.29 – Evolution du champ de température au cours des étapes d'égalisation (durée = 22s) et de chauffage (durée = 175s)

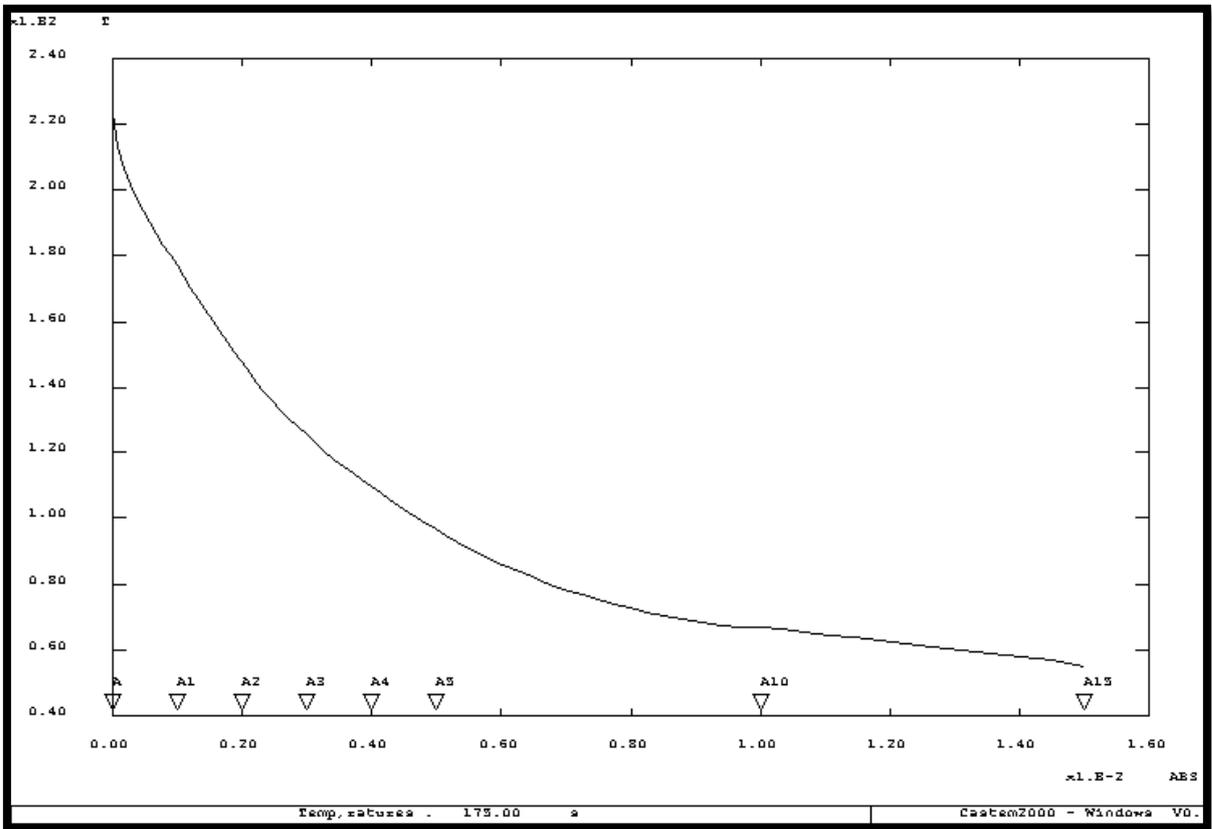
t = 125 s



t = 130 s



t = 175 s



t = 200 s

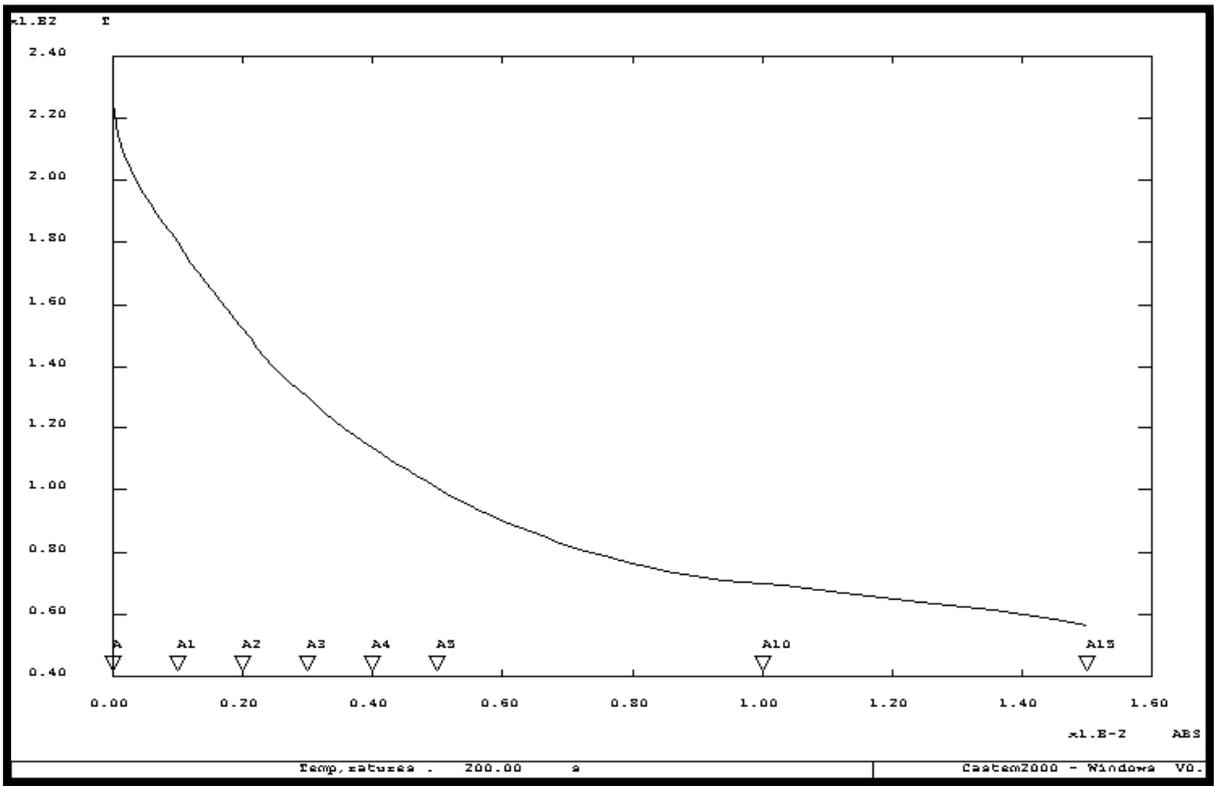


Figure 5.30 – Evolution de la température en fonction de la distance à la plaque chauffante aux différents instants

## 5.8. Conclusion

Les phases d'égalisation et de chauffage du procédé de soudage bout à bout ont été simulées à l'aide du logiciel CASTEM en utilisant des caractéristiques de la matière et des conditions aux limites qui semblent être les plus proches de la réalité.

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 plus aux moins proches des valeurs expérimentales. 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 sur la formation du bourrelet qui influe 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.

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  $190\text{C}^\circ$  (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  $204.62\text{C}^\circ$ , et reste toujours inférieure à la température du miroir ( $220\text{C}^\circ$ ) montrant l'existence d'une résistance thermique de contact. Cet écart devra être pris en compte au niveau de l'interdiffusion des chaînes macromoléculaires.

Dans CASTEM, un système avec seulement des conditions aux limites de flux est mal posé et des problèmes de convergence numérique apparaissent. On est contraint d'imposer une charge dans notre système pour que la simulation se déroule bien.

## Conclusion générale

-Nous avons porté une description de deux phénomènes différents, à savoir la dégradation thermique et la fusion. Outre une attention toute particulière sur un phénomène très néfaste en température c'est la dégradation thermique.

-les méthodes d'analyse thermique (TG, DSC et DTA) peuvent fournir des informations concernant la stabilité thermique des matériaux et les changements d'enthalpies pendant la décomposition thermique ou pendant les changements de phase.

- les deux lois qui permettent de déterminer le taux de phase liquide et le taux de perte de masse sont successivement la loi de fusion (développée par Avrami) et la loi de dégradation (développée par Arrhenius).

- en traitant les problèmes de contact entre le miroir et le tube de manière à mieux représenter la réalité.

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

- 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.

- 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.

- Il est donc souhaitable de définir une méthode permettant de connaître l'état d'évolution de la température et la valeur critique au-delà de laquelle il conviendrait d'interdire l'opération de fusion

- Dans CASTEM, un système avec seulement des conditions aux limites de flux est mal posé et des problèmes de convergence numérique apparaissent. On est contraint d'imposer une charge dans notre système pour que la simulation se déroule bien.

- Il faut noter ici que le code de calcul CASTEM est un code de recherche multidisciplinaire. L'utilisateur a à sa disposition des opérateurs qui réalisent des opérations précises.

Il utilise ces opérateurs comme bon lui semble pour monter son jeu de données personnel. Ceci confère au code une grande souplesse et tous les systèmes, du plus simple au plus compliqué, peuvent être modélisés à l'aide de CASTEM. Néanmoins, l'utilisation de CASTEM n'a pas que des avantages. Une longue période de prise en main du code est nécessaire. Son utilisation, même si elle est simple, conduit souvent à des problèmes informatiques et numériques. Les problèmes informatiques sont liés au langage utilisé. L'utilisateur doit respecter une syntaxe particulière (macro langage GIBIANE) pour chaque opérateur et les arguments de ces opérateurs doivent avoir un format particulier. De plus, il

faut veiller à respecter les règles d'assemblage des opérateurs et des champs : on ne multiplie pas un champ (scalaire par exemple) sur un domaine avec un autre champ (vectoriel par exemple) sur un autre domaine. Les problèmes numériques sont liés aux problèmes de convergence, donc au maillage et au choix des pas de temps.

## ملخص

حتى نحصل على الهدف العام لعمل هذا البحث يتطلب علينا تطبيق دراسة حرارية كيميائية على أنبوب متعدد الاثيلين عالي الكثافة أثناء عملية اللحام من نوع حافة بحافة. هذا العمل يحتوي من جهة على تحاليل حرارية واضحة ودقيقة لتمييز الظواهر الملحوظة أثناء تسخين مادة البوليمير القابلة للحام في درجات حرارة مختلفة و متزايدة حيث كل تقنية تحليلية مستعملة تزودنا بمعلومات على الحالة الراهنة بما فيها الحالة الحرجة التي منها يعتبر البوليمير في حالة تدهور حراري أو بمعنى آخر تدهور كيميائي. قدمنا أيضا نموذجين لتحديد معدل الطور السائل ومعدل الفقد في الكتلة من كل ظاهرة (الذوبان أو التدهور)، واللذان سيتم دمجهما في معادلة التوازن الحراري كمصدر للحرارة الداخلية. من ناحية أخرى، استخدمت عملية المحاكاة الرقمية لحل مشكلة حساب الحقل الحراري، من خلال دراسة حرارية تدرجية للوحة خلال عمليتي التعديل و التسخين، وذلك باستخدام رمز الحساب كاستيم.

**كلمات المفتاح:** اللحام، حافة بحافة، متعدد الاثيلين، التحاليل الحرارية، التدهور الحراري، المحاكاة

الرقمية

## **Abstract**

In order to set the purpose of this paper, we need to apply a thermo chemical study on a polyethylene tube with high density during the process of welding a butt fusion.

This work consists in a number of rigorous thermal analyses in order to characterize the phenomena observed during the heating of a joinable polymer material at different and progressive temperatures.

Each type of analyses used tells about the actual state, including the critical one where the polymer is in a state of thermal degradation, in other words, in a state of chemical aging.

We have also presented two models which allow us to determine the average of the liquid phase and the average of the loss of mass during each phenomenon (melting or degradation) that will be integrated within the equation of thermal equilibrium as a source of internal heat. Moreover, a numerical simulation was used in order to solve the problem of calculating the thermal field through a progressive thermal study of a plate during the process of equalization and heating. This was done using CASTEM as a calculation code.

**Keywords** : welding, butt fusion, thermal analyses, thermal degradation, kinetic of transformation, digital simulation

## **Résumé**

Pour la mise en point de l'objectif général du travail de cet mémoire, il est demandé d'appliquer une étude thermochimique sur un tube en polyéthylène haute densité au cours de l'opération du soudage de type bout à bout. Ce travail consiste d'une part des analyses thermiques rigoureuses et pertinentes pour caractériser les phénomènes observés lors du chauffage à des températures différentes et progressives d'un matériau polymère soudable. Chaque type de technique d'analyse employée nous renseigne des informations sur l'état actuel ainsi que de l'état critique à partir du quel le polymère est en état de dégradation thermique ou d'une autre façon vieillissement chimique. Nous avons présenté aussi deux modèles qui permettent de déterminer le taux de phase liquide et le taux de perte de masse de chaque phénomène (la fusion ou la dégradation), qui sera intégré dans le bilan thermique sous forme d'une source de chaleur interne. D'autre part, une simulation numérique réalisée pour résoudre le problème du calcul du champ de température, à travers une étude thermique progressive d'une plaque au cours du procédé d'égalisation et du chauffage, à l'aide du code de calcul CASTEM.

**Mots clés** : soudage, bout à bout, analyses thermiques, dégradation thermique, cinétique de transformation, simulation numérique

**Bibliographie**

- [1] : [www.polymères.chimie-sup.fr](http://www.polymères.chimie-sup.fr)
- [2] : Aubineau et Audebert (1974), Champetier et coll. (1970), Chatain (1993). « Les polymères organiques »
- [3]: B. Vieille, J. Aucher, L. Taleb « Carbon fiber fabrics reinforced PPS laminates: influence of environmental conditions on the behavior of notched laminates and bolted joints » soumis à *Mechanics of Mat.*, 2009.
- [4] : Djalwah radiah «comportement mécanique résiduel de polymères après vieillissement chimique en présence de l'acide sulfurique » thèse de magistère 2009 ,boumardes
- [5] : Une journée de l'innovation organisée par le Centre de Formation de la Plasturgie s'est déroulée le 9 octobre 2007 à Paris sur le thème de la longévité des polymères.
- [6] : Reyne M. « Technologie des composites - Les matrices » 2ème édition.Hermès, Paris, 31-38 (1995).
- [7] : «les techniques du polyéthylène » thème élaboré par le Chef de Subdivision en Enseignement Gaz Mr.Dib Naouar.
- [8]: DVS 2207-1. « Welding of thermoplastics: Heated tool welding of pipes, pipeline components and sheets out of PE-HD», Août 1995
- [9]: Water Industry Specification, WIS 4-32-08. « Specification for the fusion jointing of polyethylene pressure pipeline systems using PE80 and PE100 materials » , Avril 2002.
- [10] : technique de l'ingénieur BM 7775 .
- [11]: Jermy Bowman « A Review of the Electrofusion Joining Process for Polyethylene Pipe Systems » *POLYMER ENGINEERING AND SCIENCE, APRIL 1997, Vol. 37, No. 4.*
- [12]: HDPE\_ef-principles\_v001 : Marley Pipe Systems (Pty) Ltd 2009
- [13] : [www.unidelta.com](http://www.unidelta.com)
- [14] : «Procédé et pièce de raccordement utilisant une résistance électrique pour le soudage d'éléments en matière plastique » Gaz de France
- [15]: Stokes VK.« Experiments on the hot-tool welding of three dissimilar thermoplastics ». *Polymer*. 39:2469 ; 1998 .
- [16] : Wolters M., Venema B. «Le soudage bout à bout de tubes de polyéthylène». *Souder*. 4:213 ; 1987
- [17] : 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

- [18]: 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
- [19] : Olivier H. «analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout à bout de tubes de polyéthylène ». Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 13 juillet 2006
- [20] : école polytechnique fédérale de Lausanne :section de physique travaux pratiques avancés :analyse thermique
- [21] : T. Hatakeyama, F. X. Quinn, « *Applications of thermal analysis* », in « *Thermal analysis : fundamentals and applications to polymer science* », 2nd edition, J. Wiley and Sons, 1999
- [22] : Virginie G-V. « caractérisations microstructurale et mécanique de mousses de nickel à cellules ouvertes pour batteries de véhicules hybrides » le 2 mars 2004
- [23] : Manuel d'utilisation de l'analyseur enthalpique différentiel DSC 2920 CE, Société TA Instruments, 1996
- [24] : travaux pratique N° 2 la calorimétrie différentielle à balayage
- [25] : READING M.» Modulated differential scanning calorimetry – a new way forward in materials characterization» *Trends in Polymer Science*, 1993, 1, p. 248-253
- [26] : K.Leskovics, M.Kollar « A study of structure and mechanical proprieties of welded joints in polyethylene pipes »
- [27] : Marcellan. « microstructures, micromecanismes et comportement à rupture de fibres PA 66 » Thèse de doctrat , le 16 décembre 2003
- [28] : José Martín « les mécanismes de fatigue dans les fibres thermoplastiques » thèse de doctorat ,16 septembre 2004
- [29] : Van Assche G., Van Hemelrijck A., Rahier H., Van mele B.« Modulated differential scanning calorimetry: non-isothermal cure, vitrification, and devitrification of thermosetting systems» *Thermochimica Acta*, 1996, 286, p. 209-224
- [30] :Turie.A. « Thermal characterization of polymeric materials» vol. 1 et 2, 2nd ed.,Academic Press, 1997
- [31]: T. K. Tsotsis, *J. Comp. Mat.*, «Thermo-oxydative aging of composite materials», 1995, 29 (3), 410-422.
- [32] : B. Hilaire «Etude du vieillissement thermique d'une résine polyamide thermostable, l'IP 960», Thèse de Doctorat de l'E.N.S.A.M., Paris, 1991.
- [33] : J. B. Nelson «Thermal aging of graphite/polyimide composites in long term behavior of composites», ASTM, 1983, Ed. T. K. O'Brien, 206-221.
- [34]: N. Piccirelli et M. E. R. Shanahan «Thermal ageing of a supported epoxy-imide adhesive», *Polymer*, 2000, 41, 4077-4087.

- [35] : A. Bessi, A. Meghezzi « influence des adjuvants et de compositions polymériques sur les propriétés thermiques des mélanges a base de polystyrène- polyéthylène » Laboratoire de Chimie Appliquée Département de Chimie, Faculté des sciences, Université Med Khider Biskra, Algérie
- [36] : L. Audouin, V. Langlois, J. Verdu et J. C. M. de Bruijn, J. Mater. «Review, role of oxygen diffusion in polymer aging: kinetic and mechanical aspects», *Sci.* 1994, 29, 569-583.
- [37] : J. Verdu «Matériaux polymères, relations structure-propriétés», Cours ENSAM, Paris, 1992.
- [38]: D. W. Van Krevelen «Properties of polymers: their correlation with chemical structure», 1990, Ed. Elsevier, Amsterdam.
- [39] : «The thermal degradation of an amine cured epoxy resin at temperature between 200 and 310°C», J. C. Patterson-Jones et D. A. Smith, *J. Appl. Polym.Sci.*, 1968, 12, 1601-1620.
- [40]: J. C. Patterson-Jones, «The mechanism of the thermal degradation of aromatic amine cured glycidyl ether type epoxy resins», *J. Appl. Polym. Sci.*, 1975, 19,1539-1547.
- [41]: N. Rose, M. Le Bras, R.Delobel, B. Costes et Y. Henry, «Thermal oxidative degradation of an epoxy resin», *Polym. Degrad. & Stab.*, 1993, 42, 307-316.
- [42] : N. Rose, «Etude de la dégradation thermique et du comportement au feu de résines époxydes utilisées dans l'aéronautique», Thèse de Doctorat de l'Univ. des Sci. et Technol. de Lille, 1995.
- [43] : Nicolas Cinausero « Etude de la dégradation thermique et de la réaction au feu de nanocomposites à matrice PMMA et PS » thèse de doctorat, le 29 janvier 2009
- [44] : [www.metaux.ulg.ac.be](http://www.metaux.ulg.ac.be) ,chapitre 4
- [45] : T. Dyakonov, P. J. Mann, Y. Chen et W. T. K.Stevenson, «Thermal analysis of some aromatic amine cured model epoxy resin systems – II : Residues of degradation», *Polym. Degrad. & Stab.*, 1996, 54, 67-83.
- [46] : K. J. Bowles et A. Meyers, «Specimen geometry effects on graphite/PMR 15 composites during therooxidative aging», 31st Int. SAMPE Symp., 1986, 1285-1299.
- [47] : K. J. Bowles, «Effect of fiber reinforcements on thermo-oxidative Stability and mechanical properties of polymer matrix composites», *Sampe Quaterly*, 1992, 23 (2), 2-12.
- [48]: P. Budrugaec, «On the evaluation of the thermal lifetime of polymeric materials which exhibit a complex mechanism of thermal degradation consisting of two successive reactions», *Polym. Degrad. & Stab.*, 2000, 67, 271-278.
- [49] : Jeffery D. Peterson, Sergey Vyazovkin,\* Charles A. Wight\* « Kinetics of the Thermal and Thermo-Oxidative Degradation of Polystyrene, Polyethylene and Poly(propylene) » *Macromol. Chem. Phys.* 2001, 202, No. 6
- [50] : C. Marais, X. Colin, J. P. Favre et H. Levadoux, «Relation entre perte masse d'un composite et thermo-oxydation de la résine : approches locale et globale», *Proceedings 11th J. Nat. Comp.*, 1998, 227-234.

- [51] : « Fire-Safe Polymers and Polymer Composites » Office of Aviation Research  
Washington, D.C. 20591 September 2004 Final Report
- [52] : H. Hinsken, S. Moss, J. R. Pauquet, H. Zweifel, *Polym. Degrad. Stabil.* 1991, 34, 279.
- [53] : H. Bockhorn, A. Hornung, U. Hornung, D. Schawaller. « Kinetic study on the thermal degradation of polypropylene and polyethylene, » *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 48 (1999) 93–109
- [54]: Dharmendra B. Parekh,<sup>1</sup> Yogesh C. Rotliwala,<sup>2</sup> and Parimal A. Parikh<sup>3</sup>,A « Synergetic pyrolysis of high density polyethylene and Jatropha and Karanj cakes: A thermogravimetric study » . *Journal of renewable and sustainable energy* 1, 033107,2009
- [55] : Siegel R., Howell J. «Thermal radiation heat transfer». Fourth Edition. New-York: Taylor & Francis, 2002
- [56] : Akio Nakashiba, Hiroyuki Nishimura, and Fumio Inoue « Fusion Simulation of Electrofusion Polyethylene Joints for Gas Distribution » *Polymer engineering and science, mid-september 1993, Vol. 33, No. 17*
- [57]: A. Manivannan and M. S. Seehra Physics Department, « identification and quantification of polymers in waste plastics using differential scanning calorimetry »  
West Virginia University Morgantown, WV 26506-6315, USA
- [58] : Jones B.H. « Performance of gypsum plasterboard assemblies exposed to real building fires » , *Thesis Master University Canterbury*, New Zealand, pp. 27-57, 2001.
- [59]: Laurent Terzolo « vers une prédiction de la durée de vie des outils de forge a chaud par la détermination numérique du régime thermique et de l'usure abrasive » thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 20
- [60]: 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
- [61] : Maffezzoli AM., Kenny JM., Nicolais L. «Welding of PEEK/carbon fiber composite laminates». *SAMPE Journal.* 25(1):35 ; 1989
- [62] : Ageorges A., Ye L., Mai YW. «Characteristics of resistance welding of lap-shear coupons. Part III. Crystallinity». *Composites Part A.* 29:921 ; 1998
- [63] : Avrami M. «Kinetics of phase change. I. General theory». *Journal of Chemical Physics.* 7:1103 ;1939
- [64] : Avrami M. «Kinetics of phase change. II. Transformation-time relations for random distribution of nuclei». *Journal of Chemical Physics.* 8:212 ; 1940
- [65] : Avrami M. «Kinetics of phase change. III. Granulation, phase change, and microstructure». *Journal of Chemical Physics.* 9:177 ; 1941
- [66] : Ozawa T. «Kinetics of non-isothermal crystallization». *Polymer.* 12:150 ; 1971

- [67]: Jean-Damien Muller « Etude des changements de phase de polymère dans le procédé de rotomoulage: coalescence et cristallisation couplées à la thermique du procédé ». thèse de doctorat, 16 octobre 2008.
- [68]: Kathryn M. Butler « A Numerical Model for Combustion of Bubbling Thermoplastic Materials in Microgravity ». *Fire Research Division Building and Fire Research Laboratory, National Institute of Standards and Technology Gaithersburg, MD 20899-8665, August 2002*
- [69] : P. K. Roy<sup>1</sup>, P. Surekha<sup>1</sup>, C. Rajagopal<sup>1</sup>, V. Choudhary<sup>2\*</sup> « Thermal degradation studies of LDPE containing cobalt stearate as pro-oxidant » *Express Polymer Letters Vol.1, No.4 (2007) 208–216 Available online at [www.expresspolymlett.com](http://www.expresspolymlett.com)*
- [70] : Mekyoung Kim<sup>1</sup> and J. G. Quintiere<sup>2</sup> « predicting polymer burning using TGA/DSC ». Proceedings of the 5th International Seminar on Fire and Explosion Hazards, Edinburgh, UK, 23-27 April 2007
- [71] : K. S. Nguyen ,C. Baux ,Y. Mélinge , C. Lanos «Simulation numérique du transfert thermique à travers des matériaux minéraux».25e rencontres de l'AUGC, 23-25 mai 2007, Bordeaux
- [72] : Gay C. «Contribution à la simulation numérique tridimensionnelle du forgeage à froid». Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 1995
- [73] : Hervé Oudin « Méthode des éléments finis ». École centrale de Nantes. 28/09/2008
- [74] : Frédéric Dabbene et Henri Paillere « Initiation à la simulation numérique en mécanique des fluides» : Eléments d'analyse numérique .Cours ENSTA MF3076 juin 2003.
- [75] : R. D. Cook «Finite element modelling for stress analysis» Université de Wisconsin-Madison. (1995 )
- [76] : 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
- [77] : M. Simon GUERDOUX «Simulation numérique du soudage par frottement – malaxage» Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.2007.
- [78] : H. Ouyang, D. Xiao : «Criteria for eliminating oscillation in analysis of heat-conduction equation by finite-element method. Communications in numerical methods in engineering » . Vol.10, 453-460 (1994).
- [79] : B. Nitrosso : «Etude du principe du maximum discret» Septembre 1996. Communication interne EDF.
- [80] : Tronel Y. «Contribution à la modélisation thermo-mécanique et physique du forgeage à chaud». Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 1993
- [81] : Le Fichoux E. Présentation et utilisation de CASTEM 2000. Accessible sur <http://www-cast3m.cea.fr> (1998).