



HAL
open science

Étude numérique et expérimentale du soudage par électrofusion de tubes en polyéthylène

Ziad Chebbo

► **To cite this version:**

Ziad Chebbo. Étude numérique et expérimentale du soudage par électrofusion de tubes en polyéthylène. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0092 . tel-01083850

HAL Id: tel-01083850

<https://pastel.hal.science/tel-01083850>

Submitted on 18 Nov 2014

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

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

Ecole doctorale n° 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Ziad CHEBBO

le 16 décembre 2013

Etude numérique et expérimentale du soudage par électrofusion de tubes en polyéthylène

Directeurs de thèse : **Yannick TILLIER, Michel VINCENT**

Jury

M. Fabrice SCHMIDT, Professeur, ICA, Ecole des Mines d'Albi
M. Gilles REGNIER, Professeur, PIMM, Arts et Métiers ParisTech
M. Didier DELAUNAY, Directeur de Recherche CNRS, LTN, Université de Nantes
M. Dominique GUEUGNAUT, Expert Ingénieur de Recherches, GDF SUEZ
M. Adil BOUJLAL, Ingénieur de Recherches, GDF SUEZ
M. Michel VINCENT, Directeur de Recherche CNRS, CEMEF, Mines ParisTech
M. Yannick TILLIER, Docteur HDR, CEMEF, Mines ParisTech

Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur

Remerciements

Ce mémoire est le résultat d'un peu plus de trois années de recherche effectuées au Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF) de l'Ecole des Mines de Paris à Sophia Antipolis en collaboration avec le Centre de Recherche & Innovation Gaz et Energies Nouvelles (CRIGEN) de GDF-SUEZ.

Mes premiers mots iront tout naturellement à Yannick Tillier et Michel Vincent qui ont dirigé mes recherches. Je les remercie pour le soutien, les conseils et surtout la confiance qu'ils ont pu me témoigner en me laissant explorer des nouveaux domaines et participer de façon active à la conduite du projet. Yannick, je tiens à te remercier pour le temps que tu as accordé aux relectures minutieuses du manuscrit, de ta disponibilité et pour les nombreux cafés que tu m'as généreusement offerts. Michel, malgré tes journées chargées, tu as été disponible lorsque je frappais à ta porte.

Mes plus sincères remerciements vont également à Adil Boujlal et Dominique Gueugnaut qui ont dirigé mes recherches chez GDF-SUEZ. Je les remercie pour la confiance qu'ils m'ont accordée durant les différentes étapes du projet et pour leur disponibilité journées, soirées et week-ends compris. J'ai eu le bonheur de travailler avec eux, de partir en conférence et de discuter du quotidien.

Mes remerciements vont aussi à Didier Delaunay pour l'honneur qu'il m'a fait de présider mon jury. Je remercie également Fabrice Schmidt et Gilles Régnier d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse.

Ce travail comprenait un programme expérimental lourd, qui a pu être réalisé grâce à l'implication de plusieurs personnes. J'adresse une pensée particulière à Christophe, disponible et force de proposition lors de nos cafés quotidiens. Une autre pensée ira à toute l'équipe de l'atelier, Thierry, Eric, Marc, Francis et Gilbert qui ont pris le temps de me former et de me conseiller sur les diverses machines nécessaires au bon déroulement du travail.

Je remercie toute l'équipe M3P pour la bonne humeur, l'esprit de groupe et le soutien que tous les permanents m'ont apporté.

Je n'oublie pas non plus mes amis et collègues de bureau Matt et Son, ni Elie à qui je dois de nombreux instants passés dans les couloirs !

Enfin, j'adresserai mes derniers remerciements à Nadima, Jad, mes parents et à ma petite Ju qui m'ont toujours soutenu depuis mon arrivée en France et tout au long de cette merveilleuse aventure !

Table des Matières

Introduction Générale	3
Chapitre 1 Contexte de l'étude.....	9
1.1 Le matériau concerné : le polyéthylène.....	9
1.2 Techniques de soudage du polyéthylène par fusion	10
1.2.1 Le soudage bout-à-bout	11
1.2.2 Le soudage par électrofusion.....	13
1.3 Essai expérimental de soudage par électrofusion	17
1.4 Conclusion.....	21
Chapitre 2 Modélisation de l'électrosoudage	25
2.1 Introduction	25
2.2 Modèles physiques	26
2.2.1 Cristallisation.....	26
2.2.2 Fusion	32
2.2.3 Diffusion macromoléculaire	34
2.2.4 Conductivité thermique du polyéthylène.....	40
2.2.5 Dilatation thermique	43
2.3 Caractérisation thermique expérimentale du PE	43
2.3.1 Cinétique de cristallisation et loi de fusion	44
2.3.2 Mesure de la conductivité en fonction de la température.....	60
2.4 Bibliographie sur les modèles numériques de soudage.....	65
2.5 Conclusion.....	70
Chapitre 3 Développement d'un modèle EF d'électrosoudage des tubes en PE	73
3.1 Introduction	73
3.2 Description du logiciel Forge®	74
3.2.1 Equations de la mécanique	74
3.2.2 Equations de la thermique	78
3.2.3 Discrétisation spatiale de l'équilibre mécanique et thermique.....	80
3.3 Développements spécifiques pour l'électrosoudage.....	80
3.3.1 Evolution de la phase fondue.....	81
3.3.2 Enthalpies de fusion et de cristallisation	82
3.3.3 Modèle d'interdiffusion.....	83
3.3.4 Loi de comportement mécanique	84
3.4 Validation des développements	85
3.4.1 Evolution de la phase fondue.....	86
3.4.2 Enthalpie de cristallisation.....	87
3.4.3 Critère d'interdiffusion	88
3.5 Conclusion.....	90

Table des Matières

Chapitre 4	Validation des développements numériques	93
4.1	Introduction	93
4.2	Méthodes expérimentales en vue de déterminer la qualité d'une soudure	94
4.2.1	Etude bibliographique	94
4.2.2	Méthodes choisies	103
4.3	Validation sur géométrie plane.....	104
4.3.1	Procédures expérimentales	105
4.3.2	Modélisation numérique.....	110
4.3.3	Confrontation expérimentale/numérique (Thermique).....	125
4.3.4	Confrontation expérimentale/numérique (Mécanique)	145
4.4	Conclusion	164
Chapitre 5	Utilisation du modèle numérique pour prédire la qualité d'une soudure	169
5.1	Introduction	169
5.2	Application sur géométrie plane.....	170
5.2.1	Plan d'expérience	170
5.2.2	Conditions de soudages retenues.....	172
5.2.3	Mise en évidence expérimentale de l'influence de l'état de surface sur le soudage	173
5.2.4	Essais de pelage	175
5.3	Application sur pièces industrielles.....	182
5.3.1	Réalisation des géométries 3D (les pièces)	183
5.3.2	Application des conditions aux limites.....	186
5.3.3	Résultats des simulations.....	187
5.4	Conclusion	192
	Conclusions et discussions.....	191
	Références bibliographiques.....	197

Introduction Générale

Pour leurs réseaux de fluides, les entreprises de distribution de l'eau ou du gaz naturel tel que GDF SUEZ utilisent des tuyaux en polyéthylène (PE) facilement transportables et présentant une mise en œuvre aisée dans un chantier par rapport à des tuyaux en acier.

Les tuyaux en PE sont utilisés depuis plus de 40 ans. L'expérience montre qu'ils présentent de nombreux avantages par rapport à d'autres matériaux et notamment les matériaux métalliques : la résistance à la corrosion, à l'abrasion, aux ultraviolets et aux agressions chimiques. En outre le PE présente des propriétés mécaniques très intéressantes et une résistance importante à la fissuration.

Le raccordement de ces tuyaux, sur chantier, se fait selon des procédés de soudage. Les tubes en polyéthylène possèdent l'avantage majeur de pouvoir être assemblés par des techniques de fusion efficaces et faciles à mettre en œuvre. Ces techniques sont principalement l'électro-soudage (soudage par électrofusion) et le soudage bout-à-bout.

La technique majoritairement utilisée par GDF SUEZ depuis maintenant plus d'une trentaine d'années demeure l'électro-soudage qui est une technique réputée fiable et maîtrisée. Elle consiste à joindre des tubes à l'aide d'un manchon ou à effectuer des piquages de dérivation au moyen d'une prise dite « de branchement ».

Cependant, depuis une période relativement récente, des dysfonctionnements ont été rapportés tant sur le terrain qu'en laboratoire, qui se traduisent par des soudures de qualité médiocre, faisant apparaître des zones de très faible cohésion. Ceci a conduit la Direction Recherche & Innovation de GDF SUEZ à repenser l'ensemble des phénomènes thermomécaniques mis en jeu durant l'opération d'électrosoudage par le biais notamment de cette thèse.

L'enjeu premier de cette thèse consistait à mettre en place des outils experts tant expérimentaux que numériques permettant d'optimiser les conditions du procédé de soudage par électrofusion en fonction des paramètres caractéristiques des raccords et des tubes. L'enjeu ultime consistait à définir une méthodologie et proposer un modèle combinant approches expérimentale et numérique en vue de prédire la qualité de la soudure en fonction des conditions de soudage.

Introduction Générale

Notre point de départ a été l'étude effectuée par Hehn [Hehn, 2006] pendant sa thèse sur le soudage bout-à-bout effectuée en collaboration avec GDF-SUEZ. Il a identifié le comportement du PE en phases solide, fondu et durant la transition solide-fondu. Un algorithme a été implémenté à l'époque dans le logiciel Forge2® dans le but de sélectionner automatiquement lors de la simulation du procédé de soudage bout-à-bout, le comportement adéquat (solide, fondu ou de transition) du PE en fonction de sa température.

Ce procédé de soudage bout-à-bout sera abordé au cours du premier chapitre qui sera consacré plus généralement à une présentation du matériau concerné et des principaux procédés de soudage. Un montage expérimental a été utilisé à cette occasion pour mesurer l'évolution de la température pendant le procédé de soudage.

Le deuxième chapitre présente les différents phénomènes physiques mis en jeu lors du soudage par électrofusion et la caractérisation de la matière, à savoir, la fusion et la cristallisation, l'interdiffusion entre les différents corps et la thermo-dépendance des coefficients thermiques parmi lesquels la conductivité thermique et la dilatation de la matière. L'analyse numérique par la méthode des éléments finis ou des différences finies est la voie que nous avons choisie de suivre pour simuler le procédé de soudage et en prenant en compte les phénomènes cités ci-dessus grâce à un couplage thermomécanique. Avant de modéliser le procédé, nous avons réalisé une étude bibliographique sur les modèles numériques existant traitant du soudage par fusion.

S'en sont suivis un certain nombre de développements numériques afin de modéliser ce type de soudage dans le modèle éléments finis Forge®, initialement développé pour la mise en forme des métaux. Les différentes modifications apportées au code de calcul ainsi que leur validation font l'objet du troisième chapitre de ce manuscrit.

Pour valider les développements numériques, nous avons eu recours à des essais expérimentaux. Les essais expérimentaux disponibles dans la littérature permettant de qualifier la qualité d'une soudure sont présentés au début du chapitre suivant. Avant de s'attaquer à des géométries complexes et pour faciliter l'accès aux données expérimentales nécessaires à la validation du modèle numérique, un protocole

Introduction Générale

expérimental de soudage innovant a été mis en œuvre. Nous avons pour cela proposé et conçu un nouveau type d'éprouvettes. Le procédé de fabrication des éprouvettes, le montage expérimental et la modélisation numérique du procédé sont décrits dans la seconde partie du chapitre quatre. Les résultats issus des calculs ont été confrontés aux mesures expérimentales. Ces comparaisons portent sur les champs de température, le taux de transformation de la matière, la qualité de la soudure à travers un critère de soudage basé sur le modèle de reptation de De Gennes et enfin les déplacements de la matière résultants de la dilatation thermique.

Enfin, le dernier chapitre a été l'occasion d'appliquer l'ensemble de nos développements à des accessoires industriels pour des conditions de soudage réelles. Ceci nous a permis d'évaluer la qualité des soudures susceptibles d'être obtenues sur le terrain et de proposer des voies d'amélioration et ainsi répondre à la problématique posée initialement.

1.1	Le matériau concerné : le polyéthylène.....	9
1.2	Techniques de soudage du polyéthylène par fusion.....	10
1.2.1	Le soudage bout-à-bout.....	11
1.2.2	Le soudage par électrofusion.....	13
1.3	Essai expérimental de soudage par électrofusion.....	17
1.4	Conclusion.....	21

1.1 Le matériau concerné : le polyéthylène

Le matériau utilisé pour la fabrication des tubes et des raccords électrosoudables est principalement le polyéthylène à moyenne et haute densité (PEMD et PEHD). C'est un polymère semi-cristallin, avec un taux de cristallinité compris entre 40 et 80% [Hehn, 2006]. On le trouve sous différentes désignations (*Tableau 1-1*), selon la résistance à la contrainte circonférentielle minimale (CCM) qu'il présente à 20 °C et pendant 50 ans [Norme ISO 4437].

Désignation	CCM (MPa)
PE 32	3.2
PE 40	4
PE 63	6.3
PE 80	8
PE100	10

Tableau 1-1 : Classification et désignation des différentes résines de PEHD [Norme EN 12201-1]

Le PE 100 est le plus récent et le plus résistant à l'exception du PE 100 RC. Il reste majoritairement utilisé aujourd'hui dans le domaine de la distribution de l'eau ou du gaz. Le premier PE 100 commercialisé est connu sous le nom « Eltex® TU B121 ». Il s'agit d'un copolymère d'éthylène et de butène, élaboré au début des années 90 avec des propriétés améliorées à la fissuration par rapport aux PE 80 classiques, lié à son procédé de polymérisation bimodal [Dewitt, 1992].

De par son usage répandu à travers le monde, c'est à ce matériau que nous avons décidé de consacrer notre étude dans le cadre de cette thèse.

La masse molaire moyenne en poids M_w et en nombre M_n ainsi que l'indice de polydispersité I_p ont été déterminés par des essais de chromatographie par perméation de gel (GPC) (*Tableau 1-2*) [Gueugnaut, 2004].

Matière	M_w (g/mol)	M_n (g/mol)	I_p
PE100	340000-430000	14300-10600	24-41

Tableau 1-2 : Grandeurs caractéristiques du PE100 Eltex® TU B121 déterminées par GPC [Gueugnaut, 2004]

Le tableau suivant (*Tableau 1-3*) récapitule les principales propriétés mécaniques et thermiques du PE100 à l'état solide et à température ambiante (20 °C) fournies par le fabricant Solvay Polyolefins Europe. Sa capacité calorifique, sa conductivité thermique et sa densité dépendent fortement de la température.

Matière	Module d'Young (MPa)	Coefficient de Poisson	Masse volumique (Kg/m ³)	Conductivité thermique (W/mK)	Chaleur massique (J/Kg.K)	Température de fusion (°C)
PE100	1100	0.46	959.5	0.32-0.4	2600	128

Tableau 1-3 : Récapitulatif des propriétés thermiques et mécaniques du PE100 à 20 °C

Les tubes de PE sont fabriqués par extrusion à partir de granulés. Ces derniers sont placés dans une extrudeuse qui chauffe et fond les granulés, les pousse à travers une filière qui donnera la forme finale du tube. Le tube transite par la suite dans une enceinte de refroidissement puis dans une étireuse qui maintient le tube tendu.

1.2 Techniques de soudage du polyéthylène par fusion

Le soudage par fusion est une technique utilisée pour assembler des pièces thermoplastiques. Ce procédé consiste à chauffer deux pièces simultanément et à les presser l'une contre l'autre. Les deux pièces refroidissent ensemble et forment une liaison permanente. Quand cela est réalisé correctement, les deux pièces deviennent

indiscernables l'un de l'autre et les propriétés mécaniques de la soudure sont équivalentes à celles du matériau initial.

Ageorges et al. [Ageorges, 2001] ont passé en revue les différentes techniques de soudage des thermoplastiques. Ils les ont divisées en deux catégories :

- La première technique consiste à générer l'énergie nécessaire à la fusion par mouvement mécanique : c'est le cas pour le soudage par vibrations ultrasoniques, le soudage par friction...
- La seconde technique nécessite une source de chaleur externe : une plaque chaude (dans le cas du soudage par bout-à-bout), soudage par gaz chaud, soudage par résistance thermique (électrofusion) ou par rayonnement (infrarouge, laser, induction)...

Les techniques utilisées dans le domaine de la distribution du gaz et de l'eau restent majoritairement le soudage bout-à-bout et le soudage par électrofusion. Une des raisons principales à cela est que certaines interventions sur ce type de réseaux ont lieu sans coupure de ces derniers. Le gaz, en particulier, continue d'y circuler. Nous allons décrire brièvement les différentes techniques utilisées pour le soudage par fusion des thermoplastiques concernés dans la distribution du gaz et de l'eau.

1.2.1 Le soudage bout-à-bout

Le soudage bout-à-bout est essentiellement utilisé pour assembler des tubes de gros diamètres. Cette technique est actuellement moins utilisée dans le domaine du gaz car le diamètre des tubes est généralement inférieur à 250 mm ainsi que pour des raisons de sécurité et sa mise en œuvre compliquée.

Le principe du soudage par bout-à-bout a été décrit dans la thèse de Hehn [Hehn, 2006]. Il consiste à assembler des thermoplastiques par la fusion des extrémités des deux tubes en question grâce à une plaque chauffante appelée miroir. Au niveau des extrémités à souder, la matière va fondre. Puis les deux parties fondues des tubes sont mises en contact, après retrait du miroir. Le soudage est caractérisé par l'apparition d'un

bourrelet dont la formation commence pendant la phase de chauffage et se poursuit pendant le soudage. (*Figure 1-1 et Figure 1-2*).

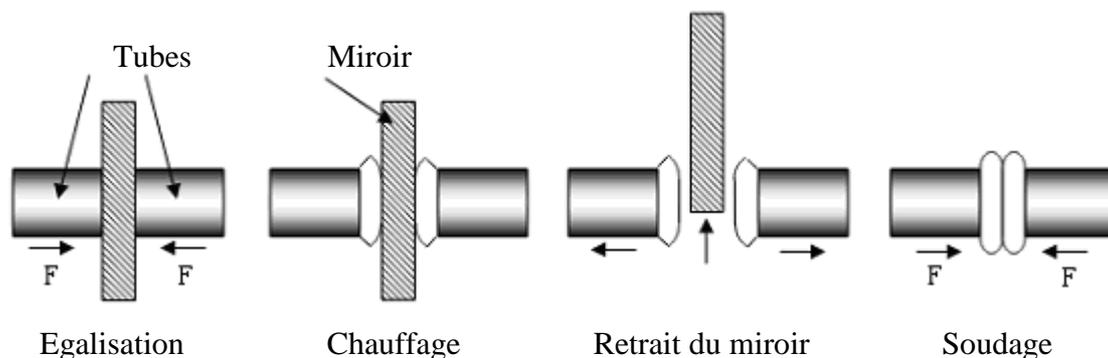


Figure 1-1 : Les étapes du soudage bout à bout [Hehn, 2006]

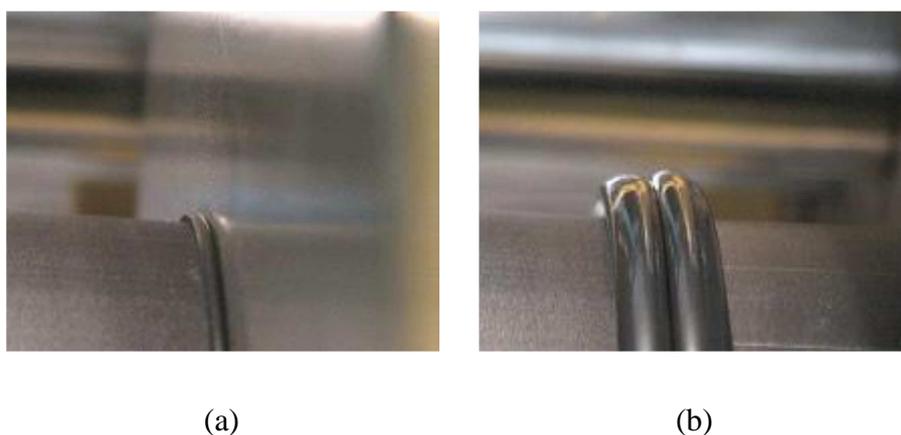


Figure 1-2 : Allure du bourrelet à différents moments du soudage : a) début du soudage, b) fin du soudage [Hehn, 2006]

Cette technique nécessite la maîtrise de plusieurs paramètres dont le temps, la température et la pression appliquée. La pression doit être suffisante pour assurer un bon contact entre le tube et le miroir sans pour autant trop écraser la matière fondue et l'éjecter. Le temps de chauffage et la température du miroir doivent être maîtrisés de façon à avoir le volume de matière fondue nécessaire au soudage.

La pression appliquée lors de la phase de soudage doit permettre la diffusion des couches fondues des deux tubes pour favoriser l'enchevêtrement des chaînes de

polyéthylène. De plus, cette phase doit être assez longue pour éviter le décollement de la soudure une fois la pression relâchée. La durée du procédé doit être suffisante pour permettre à la matière de se solidifier.

1.2.2 *Le soudage par électrofusion*

Dans le domaine de la distribution de l'eau et du gaz, l'électro-soudage reste néanmoins la technique de soudage majoritairement utilisée, principalement pour sa fiabilité [Nussbaum, 1991 - Bowman, 1997]. Cette technique consiste à assembler deux tubes ou à pratiquer une dérivation par l'intermédiaire d'un raccord de soudage. Ces raccords dits « électrosoudables » comportent un fil chauffant intégré au moment de leur fabrication par injection (*Figure 1-3*). Dans une première étape, une « galette » en PE est injectée. On y fixe ensuite un enroulement métallique. Cette « galette » est ensuite placée dans un moule, et du PE est sur-injecté pour former l'accessoire chauffant. Lors du soudage, un courant électrique génère par effet Joule l'énergie nécessaire au soudage. Une fois le contact établi entre les deux corps, la chaleur diffuse de l'accessoire vers le tube pour créer une zone fondue de part et d'autre de l'interface. L'énergie et le temps de fusion sont contrôlés de façon à avoir une zone fondue emprisonnée dans une zone, appelée « zone froide », dans laquelle de la matière est restée à l'état solide. La faible conductivité du polyéthylène favorise cet emprisonnement de la matière. Ces zones agissent comme une zone de confinement pour empêcher la matière fondue de s'échapper sous la pression liée à la dilatation du polymère. La pression et la température atteintes à l'interface sont reconnues comme étant des facteurs influant sur la qualité du soudage [O'Donoghue, 1991 ; Kanninen, 1992 ; Fujikake, 1997].

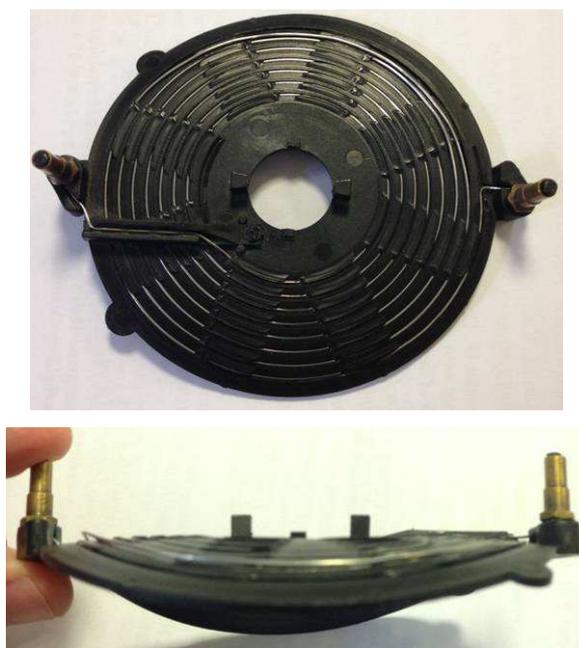


Figure 1-3 : Galette en polyéthylène avec un fil chauffant fixé avant le surmoulage

La simplicité de mise en œuvre de cette technique qui est fortement automatisée (gestion du cycle de soudage par code à barres) la rend accessible aux équipes les plus décentralisées qui ont à intervenir sur les différents réseaux. Elle a fait l'objet d'importantes recherches qui permettent aujourd'hui son utilisation jusqu'au diamètre 250 mm et plus avec une mise en œuvre facilitée.

Le soudage par électrofusion se divise en quatre étapes :

1. Il commence par un grattage uniforme de la partie du tube à souder afin d'enlever la couche de surface éventuellement dégradée.
2. Il se poursuit par un nettoyage des surfaces du tube et du raccord avec un solvant adapté afin de réduire tout risque de pollution des surfaces.
3. Les deux parties à souder sont assemblées à l'aide d'un positionneur-redresseur qui permet un positionnement parfait du raccord et évite toute ovalisation du tube.

4. Le raccord est finalement relié à une machine de soudage. Une tension électrique est appliquée pendant un temps de chauffage donné. La résistance du fil chauffant génère par effet Joule l'énergie nécessaire au chauffage du fil et indirectement du polyéthylène qui l'entoure.

Différentes gammes d'accessoires de raccordement existent sur le marché. On peut identifier deux familles principales suivant le type d'enroulement du fil : enroulement circulaire autour de l'axe du tube pour les manchons (*Figure 1-4 a*) ou autour de l'axe perpendiculaire au tube pour les selles de raccordement (*Figure 1-4 b*).

Le diamètre interne du manchon est légèrement supérieur au diamètre externe des tubes à assembler. Les zones de fusion sont séparées par les zones froides. (*Figure 1-4 a*).

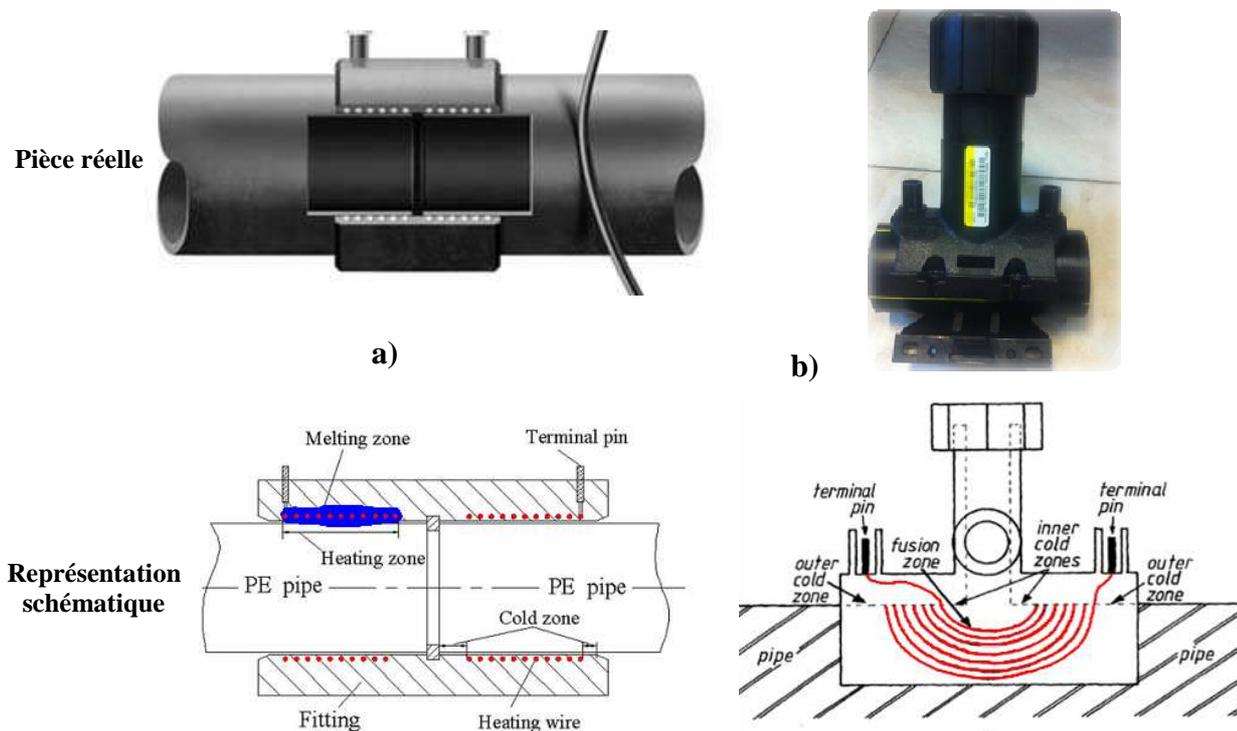


Figure 1-4 : Raccords électrosoudables : (a) Manchon, (b) Selles de raccordement [Zheng, 2009; Bowman, 1997].

Les fils chauffants sont fabriqués à partir d'alliage de cuivre, de zinc et de nickel. A titre d'exemple, on peut citer cinq types d'alliages utilisés pour la fabrication des fils chauffants : Cu99 (ETP), Cu95Zn5, Cu80Zn20, Cu90Ni10, Cu66Ni44.

Des soudures de mauvaise qualité ont parfois été constatées. Elles peuvent avoir différentes origines. Des solutions techniques ont été proposées dans les différents cas de figure rencontrés. Parmi les incidents les plus souvent rencontrés, on notera :

- l'oxydation des surfaces à souder par les rayons ultra-violet et la chaleur peut créer une barrière chimique qui empêche le soudage des deux parties. C'est la raison pour laquelle les normes préconisent le grattage de la surface à souder avant l'assemblage des pièces.
- la pollution des surfaces à souder après grattage ; elle entraîne l'apparition de bulles et de cavités du fait de la vaporisation des polluants présents. Il est donc impératif de nettoyer les surfaces au moyen d'un solvant adapté.
- un jeu important d'assemblage entre les pièces ; celui-ci provoque une discontinuité dans la soudure, qui constitue potentiellement « des chemins de fuite ». La solution proposée est l'utilisation de machines à grattage automatisées et de positionneurs.
- enfin, l'énergie préconisée par le constructeur peut ne pas être adaptée à l'accessoire de soudage ; des échauffements dus à un excès d'énergie ou une fusion insuffisante au contraire par manque d'énergie peuvent être observés.

Miska et al. [Miska, 1991] ont confirmé l'influence du grattage et du nettoyage sur la qualité de la soudure. Gueugnaut et al. [Gueugnaut, 1993-1996] ont confirmé l'influence de l'oxydation, qui crée une barrière, sur la soudabilité des accessoires.

La présence de codes-barres sur les accessoires et l'automatisation des paramètres qui en découle permettent d'éviter en grande partie ces problèmes. Elle permet en outre de limiter l'élévation de la température en paroi interne afin qu'elle reste raisonnable au contact du gaz et qu'elle n'entraîne pas un ramollissement excessif des tubes ou une dégradation du PE lors du soudage.

Néanmoins, y compris en prenant les précautions indiquées ci-dessus, des problèmes subsistent, sans que leurs causes ne soient identifiées. Les expertises de ces incidents menées par la Direction Recherche et Innovation de GDF SUEZ permettent d'écarter raisonnablement dans la plupart des cas un certain nombre de facteurs exogènes liés purement à la mise en œuvre. Elles semblent davantage mettre en cause l'évolution de la température à l'interface tube / raccord durant le cycle chauffage-refroidissement pour le temps de chauffage spécifié, sans en identifier la cause exacte. Il est donc nécessaire de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu au cours du soudage afin d'en optimiser les résultats.

1.3 Essai expérimental de soudage par électrofusion

Avant de chercher à comprendre les mécanismes mis en jeu au cours du soudage, nous avons jugé opportun de présenter un essai de soudage réel instrumenté à l'aide de thermocouples. Cela permet en effet d'avoir une idée des grandeurs caractéristiques atteintes lors d'un soudage par électrofusion.

L'essai a été réalisé sur un piquage de dérivation de 63 mm de diamètre intérieur. Le piquage a été instrumenté avec des thermocouples de type K et de diamètre 0.5 mm (*Figure 1-5*). Ces derniers permettent de mesurer l'évolution de la température au cours du temps et sa distribution à l'interface entre le piquage et le tube d'une part et au niveau des surfaces interne du tube et externe de l'accessoire d'autre part.

Les thermocouples ont été placés de façon à couvrir toute l'interface avec un espacement de 1 cm entre deux thermocouples adjacents. La *Figure 1-6* présente le schéma de distribution des thermocouples. Des trous ont été percés dans le piquage dans l'épaisseur pour pouvoir y introduire les thermocouples. La position des thermocouples est connue avec une précision de ± 0.1 mm.

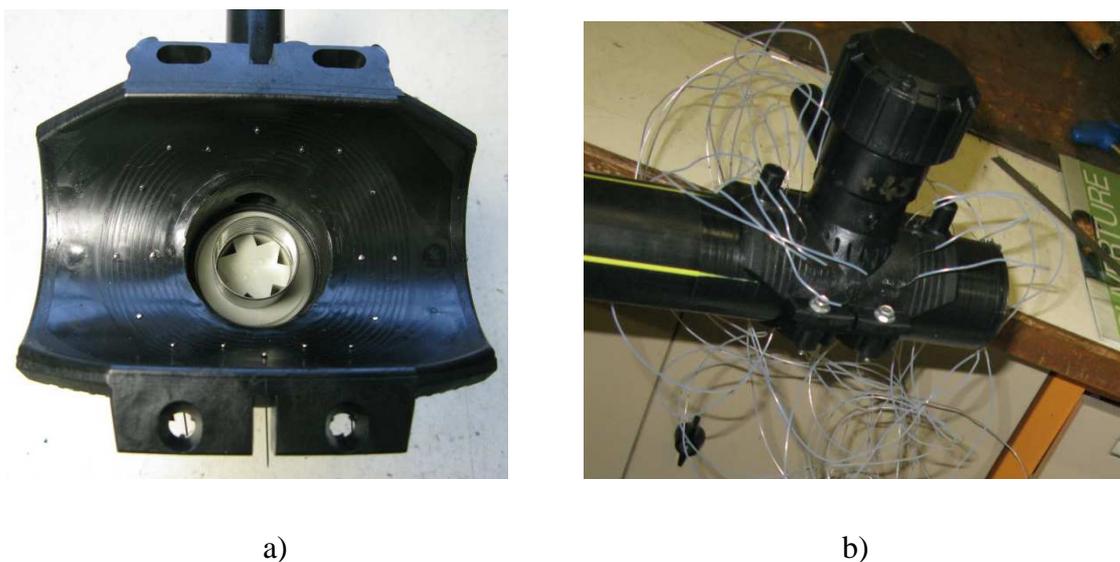


Figure 1-5 : Assemblage. a) montage des thermocouples sur le piquage de dérivation.
 b) Assemblage du piquage de dérivation avec le tube

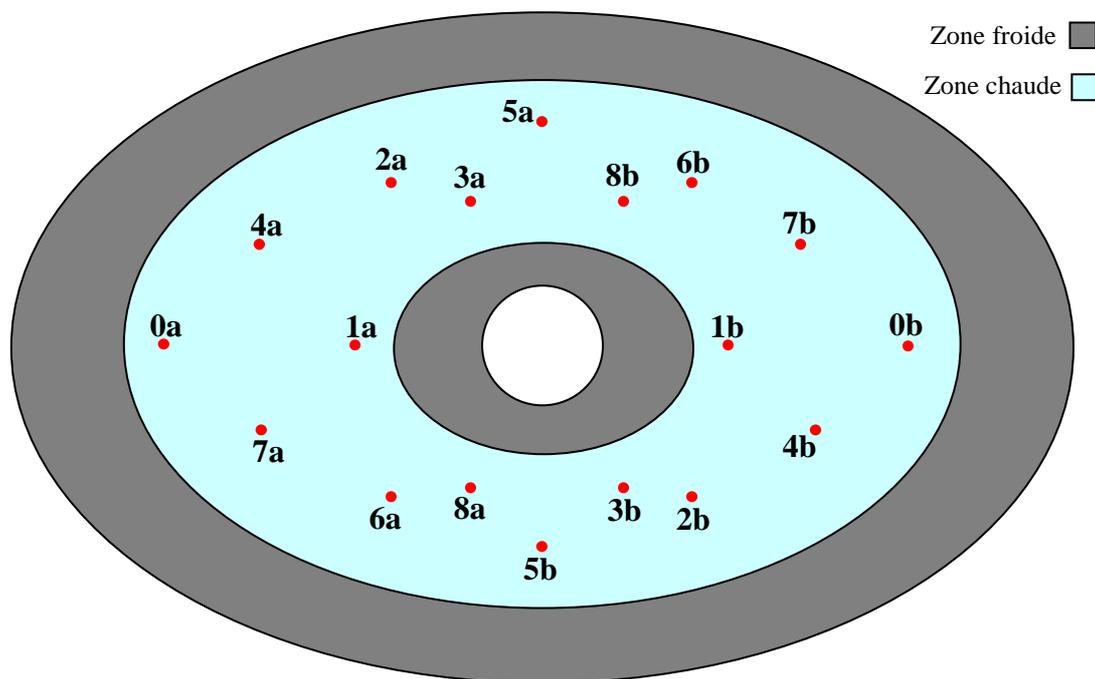


Figure 1-6 : Schéma illustrant le positionnement des thermocouples (vue sous le piquage de dérivation)

Phase de Chauffage : Une fois le montage fini, un courant alternatif de forme particulière a été injecté dans le fil chauffant. Une tension de 40 V a été imposée par la machine pendant 93 s. La puissance injectée dans le système était de l'ordre de 165 W. Le soudage a été effectué pour une température ambiante de 22 °C.

La machine a mis environ trois secondes pour atteindre la valeur maximale de tension imposée. La résistance du fil chauffant varie elle aussi en fonction du temps car elle dépend de la température.

La *Figure 1-7* présente le tracé de l'évolution de la température au cours du chauffage et du refroidissement donnée par les 19 thermocouples. L'énergie totale envoyée est contrôlée par la tension et le temps de chauffage.

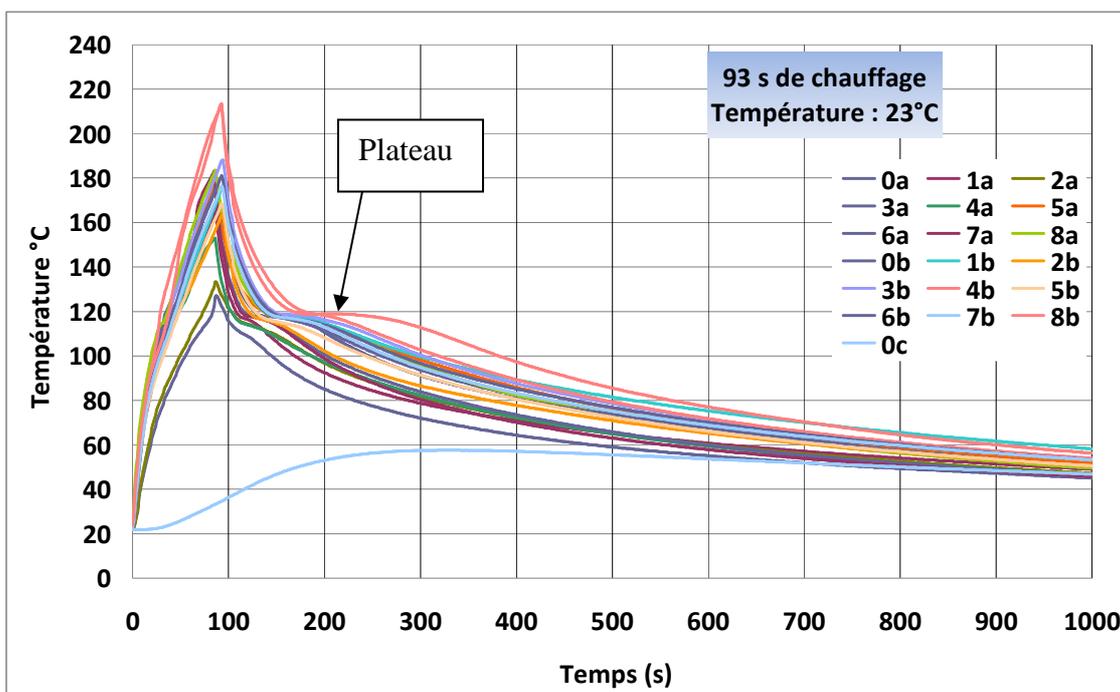


Figure 1-7 : Soudage d'un piquage avec un tube de 63 mm de diamètre : évolution de la température de l'interface au cours du temps à différentes positions.

La vitesse de chauffage atteint 130 °C/min (4b et 8b) en faisant une approximation linéaire. Le refroidissement s'amorce dès la fin de l'étape de chauffage, lorsque le courant est coupé. La vitesse à laquelle le PE commence à refroidir se situe aux alentours de 150 °C/min avant d'atteindre un plateau où la vitesse de refroidissement

diminue pour approcher les 40 °C/min (*Figure 1-7*), toujours sur la base d'une approximation linéaire. Ce plateau reflète le caractère exothermique du refroidissement du polyéthylène (qui correspond à la phase de cristallisation). Après ce plateau la température diminue pour rejoindre la température ambiante.

La *Figure 1-8* montre la distribution des températures maximales enregistrées par les thermocouples. La distribution de la température à l'interface ne semble pas très homogène. Certains thermocouples (4b, 8b) enregistrent une température maximale de l'ordre de 212 °C, largement supérieure aux 130 °C enregistrés à l'extrémité de la zone fondue (0a, 2a). Cet essai nous renseigne sur l'ordre de grandeurs des températures atteintes et sur les gradients de température qui peuvent être très localisés. Les températures maximales et minimales obtenues ne respectent aucune symétrie.

Ces résultats confirment la nécessité d'une étude plus approfondie pour confirmer les cartes de température.

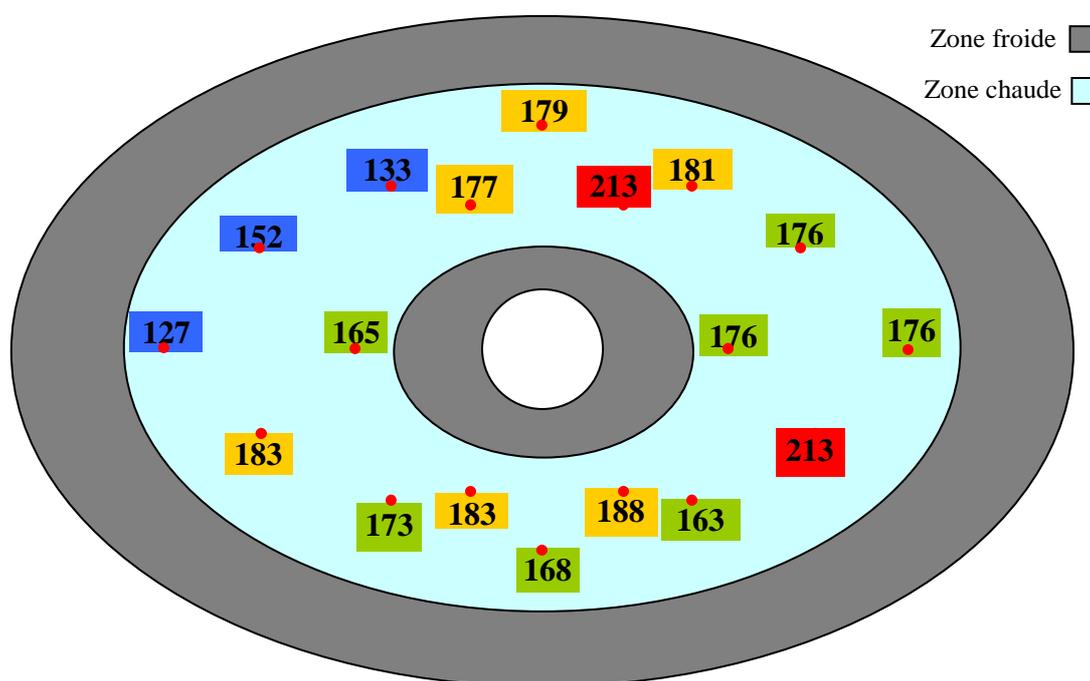


Figure 1-8 : Distribution des températures maximales enregistrées par l'intermédiaire des thermocouples

Il semble difficile de tirer une règle générale quant à la répartition de la température. La relative hétérogénéité de celle-ci dans la pièce peut être due en partie à l'incertitude de la mesure, ainsi qu'à la position mal maîtrisée des thermocouples notamment en altitude.

1.4 Conclusion

Si le soudage par bout-à-bout se caractérise par une déformation importante au niveau de la zone de soudage et un écoulement de la matière, dans le cas du soudage par électrofusion l'écoulement de la matière est au contraire négligeable. Ce sont donc les propriétés thermiques du polyéthylène ainsi que ses propriétés de dilatation qui joueront a priori un rôle prépondérant.

Afin de bien comprendre les mécanismes sous-jacents qui régissent la formation de la soudure, il est nécessaire d'analyser et d'identifier les phénomènes physiques qui ont lieu pendant le soudage par fusion du PE. C'est ce que nous allons aborder dans le chapitre suivant.

2.1	Introduction	25
2.2	Modèles physiques	26
2.2.1	Cristallisation.....	26
2.2.1.1	Cas isotherme (température constante)	28
2.2.1.2	Cas anisotherme (vitesse de refroidissement constante).....	29
2.2.1.3	Cas anisotherme à vitesse de refroidissement quelconque.....	30
2.2.2	Fusion	32
2.2.3	Diffusion macromoléculaire	34
2.2.3.1	Les mécanismes.....	34
2.2.3.2	Les cinétiques de diffusion par reptation.....	35
2.2.3.3	Application au soudage	37
2.2.4	Conductivité thermique du polyéthylène.....	40
2.2.5	Dilatation thermique	43
2.3	Caractérisation thermique expérimentale du PE	43
2.3.1	Cinétique de cristallisation et loi de fusion	44
2.3.1.1	Procédure expérimentale	44
2.3.1.2	Paramètres de Cristallisation	46
2.3.1.3	Fusion	56
2.3.2	Mesure de la conductivité en fonction de la température.....	60
2.4	Bibliographie sur les modèles numériques de soudage.....	65
2.5	Conclusion	70

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser à la modélisation tant physique que numérique de l'électrosoudage.

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté le concept du soudage par électrofusion appliqué au PE. Nous avons mis en évidence à l'aide d'un essai expérimental l'évolution des champs de température au cours du soudage. Certaines zones vont bien au-delà de la température de fusion du PE (128 °C à 10 °C/min). Au cours du soudage par électrofusion la matière coexiste donc à l'état solide et à l'état fondu. Chaque état possède ses propres propriétés thermiques et mécaniques. Entre les deux, il existe une zone de transition solide/fondu, au cours de laquelle le matériau a un comportement hybride. Pour caractériser au mieux l'évolution de l'état de la matière au cours du procédé, il est nécessaire de nous intéresser aux cinétiques de fusion et de cristallisation du PE.

Nous allons donc dans la suite de ce chapitre présenter une étude bibliographique sur les lois de fusion et de cristallisation afin de choisir celles qui nous semblent être les plus pertinentes pour notre étude. Dans un deuxième temps, nous aborderons les modèles de diffusion disponibles dans la littérature pour tenter de trouver un critère pertinent permettant de prédire la qualité de la soudure.

Le chauffage de la matière entraîne par ailleurs un changement des propriétés thermiques, parmi lesquelles la conductivité thermique et le volume spécifique. Les différentes techniques utilisées pour caractériser ces deux paramètres en fonction de la température seront présentées.

En troisième partie nous verrons comment identifier les paramètres spécifiques aux différentes lois pour le PE qui nous concerne.

Enfin, nous passerons en revue les différents modèles numériques disponibles, susceptibles d'être utilisés pour modéliser un procédé de soudage. Nous tenterons notamment d'en identifier les limitations afin de proposer quelques voies d'amélioration.

2.2 Modèles physiques

Nous allons tout d'abord nous intéresser aux phénomènes et aux mécanismes qui accompagnent le processus de cristallisation et à l'identification des modèles susceptibles de les reproduire. Nous procéderons de même pour l'étude de la fusion. Nous étudierons ensuite les phénomènes d'adhésion au sens large entre deux matériaux.

Les modèles font généralement apparaître divers paramètres caractéristiques. Nous verrons quelles méthodes permettent de les identifier pour un matériau donné.

2.2.1 Cristallisation

Le changement de phase en cristallisation est associé à une température de transition et une chaleur latente de transition à caractère exothermique.

Le processus de cristallisation des polymères semi-cristallins se produit en trois étapes :

- La germination : c'est l'étape pendant laquelle des germes cristallins sont formés. On distingue deux modes de germination : la germination instantanée, pour laquelle la fréquence d'activation des germes q est très élevée et l'ensemble des germes commencent à grossir simultanément, et la germination sporadique pour laquelle q est faible et l'amorçage des germes a lieu tout au long de la cristallisation.
- La croissance des cristaux : pendant cette étape, les cristaux se développent à partir des germes.
- Le perfectionnement : il correspond à une étape de réarrangement des structures cristallines. On utilise parfois également le terme de « cristallisation secondaire ».

L'objectif dans ce paragraphe est d'identifier des modèles capables de rendre compte de la cinétique de cristallisation globale, c'est-à-dire de décrire l'évolution de la fraction de polymère transformé en entités semi-cristallines en fonction du temps et de la température. Ces cinétiques, qualifiées de globales, prennent en compte les phénomènes microscopiques de germination et de croissance. Contrairement aux approches utilisant le formalisme thermodynamique pour décrire les étapes de germination et de croissance,

ces théories ne nécessitent pas une connaissance détaillée des phénomènes mis en jeu [Parent, 2006].

Les théories de cinétiques font appel aux hypothèses suivantes :

- Le volume de l'échantillon est considéré constant pendant la cristallisation,
- La répartition des germes potentiels est uniforme dans le volume de l'échantillon,
- Une entité cristalline (cristallite) peut prendre plusieurs géométries : des tiges dans un échantillon linéaire, des disques dans un échantillon plan et des sphères dans un échantillon tridimensionnel,
- La disparition des germes n'est possible que par activation ou par absorption par une entité semi-cristalline en croissance.

Kolmogorov en 1937 a proposé l'un des premiers modèles de cinétique de cristallisation, qui relie le taux de cristallinité au nombre moyen de cristallites formé par unité de temps et de volume [Mendoza, 2005]. Il exprime le taux de transformation α_s , qui est le rapport entre le volume transformé et le volume total de l'échantillon, en fonction du temps (t) dans le cas d'une transformation isotherme et en fonction de la température (T) dans le cas contraire (anisotherme). Le taux de transformation s'exprime en fonction de la partie solide. On le notera selon le cas :

$$\alpha_s(t) = 1 - \exp(-E(t)) \quad \mathbf{2-1}$$

$$\alpha_s(T) = 1 - \exp(-E(T)) \quad \mathbf{2-2}$$

où $E(t)$ et $E(T)$ correspondent à la probabilité pour qu'une entité cristalline atteigne un point quelconque du volume respectivement à un instant ou une température donnés.

Le taux de cristallinité $X_C(t, T)$ est déduit du taux de transformation α_s comme suit :

$$X_C(t, T) = X_{C_\infty} * \alpha_s(t, T) \quad \mathbf{2-3}$$

où $X_{C\infty}$ est le taux de cristallinité maximal atteint par la matière pour une condition de refroidissement donnée. Ainsi à la fin de l'étape de cristallisation, si le taux de transformation α_S atteint la valeur de 1, celui de la cristallinité maximal du PE en question ne sera que de 40 à 80%.

2.2.1.1 Cas isotherme (température constante)

La cristallisation isotherme a été décrite par Avrami [Avrami, 1939-1940-1941], puis par Evans [Evans, 1945] et appliquée aux polymères par Meares [Meares, 1965] et Hay [Hay, 1971]. En plus des hypothèses décrites ci-dessus, la théorie d'Avrami-Evans considère la fréquence d'activation des germes q et la vitesse de croissance des entités semi-cristallines G constantes pendant la cristallisation. L'équation d'Avrami représente uniquement la proportion initiale de cristallisation des polymères et ne prend pas en compte la cristallisation secondaire.

Le taux de transformation α_S est décrit comme suit :

$$\alpha_S(t) = 1 - \exp(-K_A(T).t^n) \quad \mathbf{2-4}$$

où n , l'exposant d'Avrami, est compris entre 1 et 4. Sa valeur dépend de la géométrie de croissance des entités semi-cristallines et du mode de germination. K_A , la constante d'Avrami, dépend de la température, de la concentration en germes et du mode de germination. Les constantes d'Avrami sont résumées dans le *Tableau 2-1* en fonction du mode de germination et de la géométrie [Sperling, 2006; Robert, 1979].

Géométrie de croissance	Mode de germination	K_A	n
Sphérolites	Sporadique	$\frac{2}{3}\pi.G^3.q$	4
	Instantané	$\frac{4}{3}\pi.G^3.N$	3
Disques	Sporadique	$\frac{\pi}{3}G^2.q.d$	3
	Instantané	$\pi.G^3.N.d$	2
Tiges	Sporadique	$\frac{\pi}{4}G.q.d^2$	2
	Instantané	$\frac{1}{2}\pi.G.N.d^2$	1

Tableau 2-1: Paramètres d'Avrami théoriques pour la cristallisation des polymères en fonction de la géométrie et du mode de germination [Sperling, 2006]

Dans ce tableau, N correspond au nombre de germes et d à l'épaisseur des disques ou au rayon des tiges.

La valeur du coefficient d'Avrami n obtenue par les auteurs pour le polyéthylène haute densité est comprise entre 2.6 et 2.4 [Sperling, 2006]. On notera que les valeurs obtenues ne sont pas forcément entières comme celles reportées dans le *Tableau 2-1*. Ceci est justifié par le fait que la germination n'est pas uniquement sporadique ou instantanée. La vitesse de croissance des germes n'est pas constante jusqu'à la fin de la cristallisation et leur répartition n'est pas nécessairement uniforme dans l'échantillon.

2.2.1.2 Cas anisotherme (vitesse de refroidissement constante)

La théorie d'Ozawa [Ozawa, 1971] est la plus répandue pour modéliser les cinétiques de cristallisation à vitesses de refroidissement constantes. Dans la littérature, elle a été utilisée avec succès pour décrire la cristallisation anisotherme du poly(téréphtalate d'éthylène) [Ozawa, 1971], du polyamide 6 [Kozlowski, 1972], du polypropylène [Eder, 1983; Hammami, 1995] et du polyéthylène [Jiao, 2005].

Sa théorie est basée sur le mécanisme décrit par *Kolmogorov*, *Avrami* et *Evans* pour les processus isothermes. La fréquence d'activation des germes q et la vitesse de croissance du cristal G sont considérées comme variables, et le rapport entre elles constant tout comme l'est la dérivée de la température par rapport au temps :

$$\frac{G}{q} = \text{constante} \quad 2-5$$

On peut alors exprimer le taux de transformation α_s en fonction du coefficient d'*Avrami* n , de la constante d'Ozawa K_O et de la vitesse de refroidissement \dot{T} . Ces paramètres dépendent aussi du type de germination et de la géométrie de croissance de la cristallisation :

$$\alpha_s(t, T) = 1 - \exp\left(-\frac{K_O(T)}{\dot{T}^n}\right) \quad 2-6$$

2.2.1.3 Cas anisotherme à vitesse de refroidissement quelconque

Le refroidissement en électrofusion se fait à une vitesse variable [Gueugnaut, 1989]. La théorie d'Ozawa ne permet pas de prendre en compte une telle évolution de la vitesse de refroidissement dans le temps. Nakamura et al. [Nakamura, 1972-1973] ont surmonté le problème en modélisant la cristallisation pour des cycles de refroidissement quelconques. Ils considèrent que le processus de cristallisation est un ensemble de séquences isothermes infiniment petites [Wang, 2013]. Le modèle de *Nakamura* est en réalité une généralisation de celui d'*Avrami*. Le taux de transformation est exprimé sous la forme :

$$\alpha_s(t, T) = 1 - \exp\left(-\left(\int_0^t K_N(T).dt\right)^n\right) \quad 2-7$$

avec $K_N(T)$ la constante de *Nakamura*, et n le coefficient d'*Avrami*.

Afin de résoudre cette équation et de calculer le taux de transformation α_s , Leblond et Devaux [Leblond, 1984] ont utilisé une forme différentielle de l'équation (2-7) pour la

simulation de la solidification de l'acier et le calcul de la variation du taux de transformation α_S . Cette forme permet de s'affranchir du terme dépendant du temps [Fernandes, 1985].

En se basant sur ces travaux, Patel et al. [Patel, 1991] ont procédé de même pour le polyamide 6. C'est cette formulation différentielle qui est majoritairement utilisée dans la littérature pour simuler la cristallisation des polymères dans des conditions de refroidissement quelconques [Farjas, 2006; Zhang, 2007; Galera, 2009; Antoniadis, 2011].

$$\frac{d\alpha_S}{dt} = nK_N(T)(1 - \alpha_S) \left[\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_S} \right) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad 2-8$$

Expérimentalement, il n'est pas possible de mesurer directement la constante de Nakamura K_N . Hieber [Hieber, 1995] a montré l'existence d'une relation mathématique entre les théories d'Avrami, de Ozawa et de Nakamura. Cette relation mathématique permet d'exprimer K_N en fonction de K_A ou en fonction de K_O :

$$K_N = K_A^{1/n} \quad 2-9$$

$$K_N = - \frac{d(K_O^{1/n}(T))}{dT} \quad 2-10$$

Pour déterminer le taux de transformation en fonction de la constante d'Avrami, les équations (2-8) et (2-9) deviennent alors :

$$\frac{d\alpha_S}{dt} = nK_A^{1/n} (1 - \alpha_S) \left[\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_S} \right) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad 2-11$$

Pour mémoire, K_A s'exprime en fonction de la vitesse de croissance du cristal G (cf. *Tableau 2-1*). Il est donc nécessaire de la déterminer pour calculer le taux de transformation. Différents auteurs ont utilisé à cet effet le modèle de Hoffman et Lauritzen [Hoffman, 1976 - 1997] qui décrit la croissance des cristaux à l'échelle microscopique [Zhang, 2007; Galera, 2009; Antoniadis, 2011] :

$$G = G_0 \cdot \exp\left(-\frac{K_g}{T \cdot (T_m^\circ - T)}\right) \cdot \exp\left(-\frac{U^*}{R(T - T_\infty)}\right) \quad 2-12$$

Avec K_g une constante dépendante du régime de croissance, U^* l'énergie d'activation relative aux mouvements macromoléculaires dans le fondu, T_∞ la température à laquelle les mouvements moléculaires sont figés (en générale $T_\infty = Tg - 30$ °C avec Tg la température de transition vitreuse) et T_m° la température de fusion.

Dans le cas d'une germination sporadique en forme de tige par exemple, la constante d'Avrami s'exprime alors sous la forme :

$$K_A = \frac{\pi}{4} G \cdot q \cdot d^2 = \frac{\pi}{4} G_0 \cdot q \cdot d^2 \cdot \exp\left(-\frac{K_g}{T \cdot (T_m^\circ - T)}\right) \cdot \exp\left(-\frac{U^*}{R(T - T_\infty)}\right) \quad 2-13$$

La détermination des différents paramètres requiert un grand nombre de mesures expérimentales. C'est pourquoi on préférera exprimer le taux de transformation en fonction de la constante d'Ozawa K_O . Les équations (2-8) et (2-10) donnent dans ce second cas :

$$\frac{d\alpha_s}{dt} = -n \frac{d(K_O^{1/n}(T))}{dT} (1 - \alpha_s) \left[\ln\left(\frac{1}{1 - \alpha_s}\right) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad 2-14$$

Ces équations basées sur les théories d'Ozawa et d'Avrami ne prennent pas en compte la cristallisation secondaire qu'on pourrait avoir lors du refroidissement des polymères. Si l'on considère que la quasi-totalité de la cristallisation a lieu au début de la transformation, on peut en première approximation négliger les phénomènes de cristallisations secondaires et donc se contenter des méthodes présentées ci-dessus.

2.2.2 Fusion

La température de fusion d'un polymère correspond à la température à laquelle le polymère passe d'un état solide à un état fondu. La fusion est une transition endothermique.

A l'inverse de la cristallisation, la fusion fait l'objet de très peu d'études. Ceci est lié au fait qu'à la température de fusion, le cristal du polymère fond rapidement et rend difficile l'observation des phénomènes qui se déroulent à cet instant [Cheng, 2008].

Maffezzoli et al. [Maffezzoli, 1989] ont développé une méthodologie permettant l'étude de la cinétique de fusion du cristal du PEEK dans le cadre du soudage. Cette méthode a été reprise par Ageorges et al. [Ageorges, 1998] et Nicodeau [Nicodeau, 2005] pour étudier la fusion du PEEK à haute vitesse de chauffage. Le taux de matière fondue α_f est décrit comme suit [Ageorge, 2002] :

$$\frac{d\alpha_f}{dt} = K(1 - \alpha_f)^{n_f} \quad \mathbf{2-15}$$

où n_f est l'ordre de cinétique et K une constante qui peut s'exprimer sous la forme d'une loi de type Arrhenius :

$$K = K_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad \mathbf{2-16}$$

où K_0 est une constante, et E_a l'énergie d'activation du processus de fusion du cristal.

Hehn [Hehn, 2006] dans ses travaux sur le soudage par bout-à-bout du PEHD, a simulé la phase de fusion en suivant une théorie similaire à celle utilisée pour décrire les cinétiques de cristallisation. Le principal avantage de cette méthode est essentiellement numérique, puisqu'il permet de développer un algorithme unique à la fois pour la fusion et la cristallisation. Comme nous le verrons au chapitre suivant, c'est cette voie que nous avons également choisie pour simuler le phénomène de fusion en définissant, par analogie avec (2-14), la variation du taux de transformation liquide sous la forme :

$$\frac{d\alpha_f}{dt} = n_f \frac{d(K_f^{1/n_f}(T))}{dT} (1 - \alpha_f) \left[\ln\left(\frac{1}{1 - \alpha_f}\right) \right]^{n_f - 1} \quad \mathbf{2-17}$$

où K_f est une constante comparable à la constante d'Ozawa pour la cristallisation et n_f un coefficient comparable à celui d'Avrami.

2.2.3 Diffusion macromoléculaire

Lorsque deux blocs d'un même matériau sont mis en contact pendant une certaine durée et à une température donnée, l'interface qui les sépare finit par disparaître, et les deux blocs n'en forment plus qu'un. Ce phénomène, d'importance dans le cas du soudage par électrofusion, est un phénomène clé pour définir la qualité d'une soudure.

Les études qui traitent du mécanisme d'adhésion des matériaux polymères entre eux sont nombreuses. Dans le cas du soudage par fusion, ce mécanisme résulte de la présence de deux phénomènes : le mouillage et l'inter-diffusion.

2.2.3.1 Les mécanismes

Le phénomène de « mouillage » fait intervenir les tensions de surfaces en contact et prédomine aux faibles températures inférieures à la température de fusion du polymère. Ce phénomène a été décrit par Schonhorn et Sharp [Schonhorn, 1965].

Le phénomène d'inter-diffusion des chaînes macromoléculaires (encore appelé "phénomène de cicatrisation") se traduit par un enchevêtrement des macromolécules au niveau de l'interface entre les deux polymères à assembler. Ce phénomène existe aux températures et aux temps de soudage élevés [Gent, 1972; Lavielle, 1984; Jud, 1979]. Pour que ce phénomène ait lieu, les molécules doivent en effet être suffisamment mobiles. Il dépend de la capacité des macromolécules à s'enchevêtrer et de la compatibilité entre les deux polymères assemblés [Saint-Royre, 1989].

Wool et O'Connor [Wool, 1981] ont proposé de représenter le modèle d'interdiffusion macromoléculaire en quatre étapes (*Figure 2-1*) :

- Etape 1 : Réarrangement et rapprochement des surfaces : deux surfaces sont maintenues en contact et portées à une température au dessus de la température de fusion pour que les chaînes macromoléculaires acquièrent l'énergie cinétique nécessaire à leur mobilité (*Figure 2-1 a*).
- Etape 2 : Mouillage des surfaces (*Figure 2-1 b*).

- Etape 3 : Faible taux de diffusion, les macromolécules glissent les unes par rapport aux autres et s'enchevêtrent de part et d'autre de l'interface (*Figure 2-1 c*).
- Etape 4 : Diffusion et équilibre, les macromolécules s'interpénètrent progressivement, jusqu'à atteindre l'équilibre suffisamment profondément. Les macromolécules tendent alors à se relaxer et à prendre des conformations énergétiquement favorables par rapport à leur environnement (*Figure 2-1 d*).

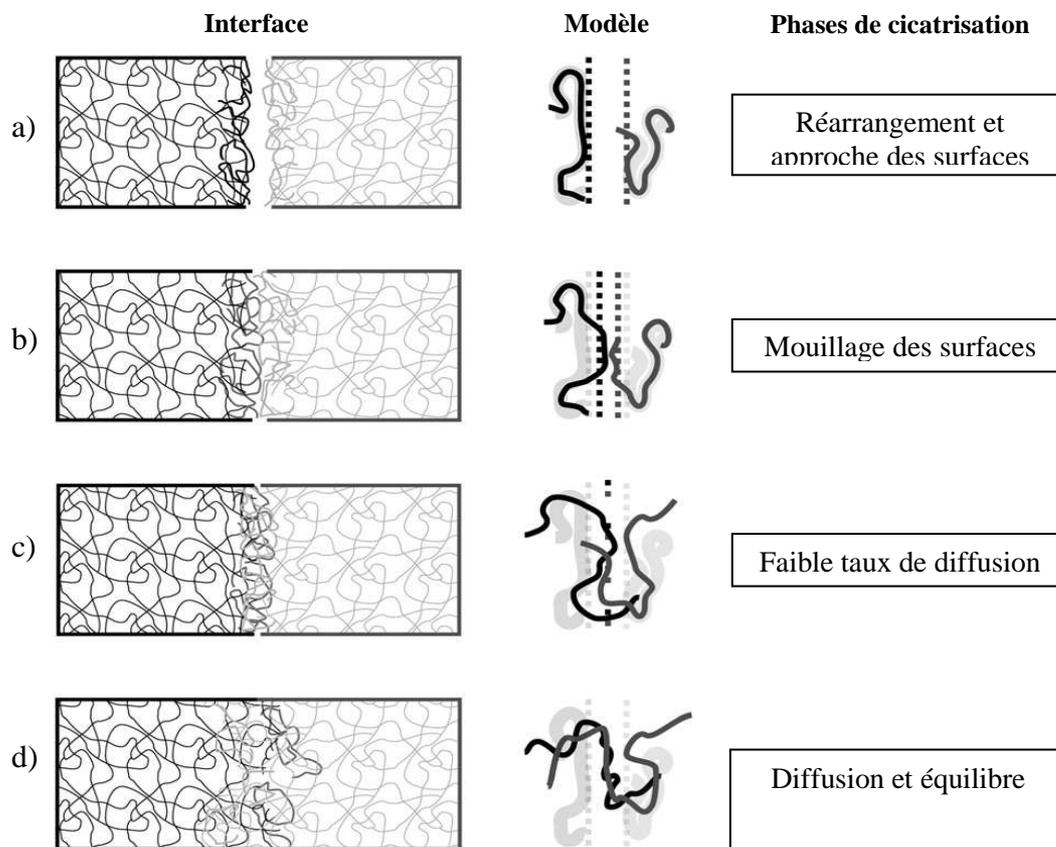


Figure 2-1 : Mécanismes impliqués dans la cicatrisation par interdiffusion moléculaire [Wu, 2008]

2.2.3.2 Les cinétiques de diffusion par reptation

L'approche microscopique du phénomène [De Gennes, 1971-1980-1982; Klein, 1979; Wool, 1981] a été décrite sous la forme d'un modèle de reptation des macromolécules se déplaçant dans des tubes virtuels. Proposé initialement par De Gennes [De Gennes,

1971], ce modèle a été détaillé dans différents ouvrages [De Gennes, 1979 et Edwards, 1986].

Dans ce modèle une macromolécule est isolée virtuellement. Elle est confinée dans un tube dont la surface représente les points de contact de la macromolécule avec le milieu environnant à l'état fondu. Les seuls mouvements possibles des chaînes correspondent à leur déplacement dans le tube. La figure suivante (*Figure 2-2*) illustre la position d'une chaîne dans un tube (en gris). R_0 est la distance bout-à-bout d'une chaîne et R_g le rayon de giration défini comme une grandeur caractéristique de la taille moyenne des pelotes que forment les chaînes.

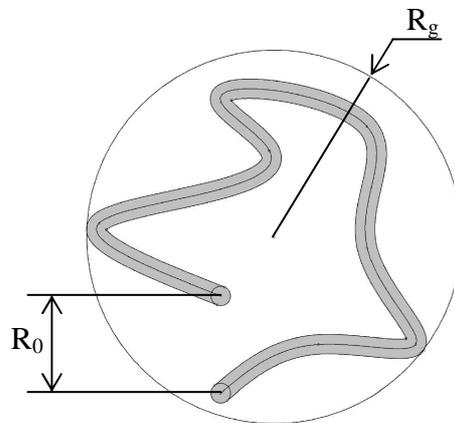


Figure 2-2 : Macromolécule emprisonnée dans un tube

On définit un coefficient d'« auto-diffusion » dans le tube, D_S , caractérisant le déplacement moyen des segments de la chaîne dans le tube avec un temps caractéristique τ_R qui correspond au temps nécessaire à une chaîne pour se déplacer d'un rayon de giration R_g :

$$D_S \approx \frac{R_g^2}{\tau_R} \quad \mathbf{2-18}$$

Si on choisit un temps t quelconque différent de τ_R , on peut relier le déplacement curviligne moyen $\langle L^2 \rangle$ de la chaîne dans le tube au coefficient D_S par la relation :

$$\langle L^2 \rangle \approx D_S \cdot t \quad \mathbf{2-19}$$

Le déplacement moyen individuel $\langle l^2 \rangle^{1/2}$, dans une direction quelconque est quant à lui relié à la grandeur $\langle L^2 \rangle$ par une relation de proportionnalité, soit :

$$\langle l^2 \rangle^{1/2} = K \langle L^2 \rangle^{1/2} \quad \text{2-20}$$

D'après la relation (2-20), le déplacement moyen individuel de part et d'autre de l'interface est lié à D_S et t :

$$\langle l^2 \rangle^{1/2} \approx K \langle D_S t \rangle^{1/2} \quad \text{2-21}$$

La relation (1-21) est à rapprocher de la loi de diffusion plus générale définie par Einstein, à savoir :

$$\langle l^2 \rangle = 2D.t \quad \text{2-22}$$

Dans le cadre de l'étude de la cicatrisation de fissure, ou du soudage par fusion, plusieurs auteurs ont relié théoriquement les paramètres thermiques et mécaniques (facteur d'intensité de contrainte, énergie de rupture, contrainte à la rupture) optimales par l'intermédiaire de la relation (2-22). Ils ont ainsi obtenu une corrélation entre les conditions thermiques du soudage et la qualité de la soudure [Wool, 1981 - 1989; Kim, 1983; Saint-Royre, 1989].

2.2.3.3 Application au soudage

Les différentes études menées chez GDF SUEZ montrent que la résistance mécanique de la soudure dépend de la densité d'enchevêtrements des chaînes macromoléculaires à l'interface de soudage [Saint-Royre, 1989; Federspiel, 1987; Gueugnaut, 1989; Nussbaum, 1991].

Saint-Royre et al. [Saint-Royre, 1989] en s'inspirant du travail de De Gennes, de Wool et de Kim, ont déterminé analytiquement un critère de bon soudage en fonction de la vitesse de chauffage et de la température maximale atteinte. Les paramètres propres à ce critère sont déterminés expérimentalement. Leur étude expérimentale a été réalisée en deux temps :

- Tout d'abord ils ont soudé deux à deux des lamelles de PE de très petites dimensions avec des vitesses et des temps de chauffages différents,
- Puis ils ont réalisé des essais de décohésion de l'assemblage soudé (essais de pelage).

A l'aide des essais de pelage, ils sont remontés à la température minimale T_m qu'il est nécessaire d'atteindre, pour une vitesse de chauffage-refroidissement donnée \dot{T}_m , pour obtenir une interdiffusion suffisante qui se traduit par une qualité de soudage acceptable (Figure 2-3).

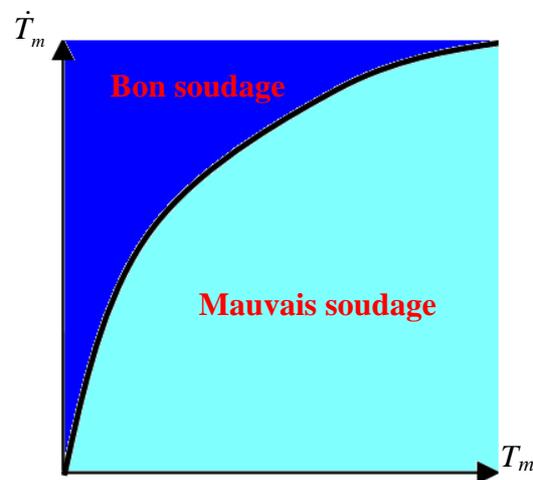


Figure 2-3 Qualité du soudage en fonction de la vitesse de chauffage et la température maximale atteinte

Pour déterminer la profondeur d'interpénétration minimale $\langle l_m^2 \rangle$ en fonction des conditions de chauffage T_m et \dot{T}_m , Saint-Royre et al. sont partis de l'équation (2-22).

Ils ont exprimé le coefficient de diffusion D qui varie avec la température suivant une loi de type *ARRHENIUS*, soit :

$$D(T) = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E^\#}{RT}\right) \quad \mathbf{2-23}$$

où D_0 est une constante intrinsèque au matériau, R la constante des gaz parfaits ($8.32 \text{ J.mol}^{-1}.K^{-1}$), et $E^\#$ l'énergie d'activation de diffusion. Il s'agit de la barrière d'énergie que les macromolécules doivent franchir pour pouvoir interdiffuser.

Un coefficient de diffusion moyenné sur l'intervalle $[T_0, T_m]$, \bar{D} , est donné par la relation (2-24), soit :

$$\bar{D} = (T_m - T_0)^{-1} \cdot \int_{T_0}^{T_m} D(T) \cdot dT \quad 2-24$$

avec T_0 la température à partir de laquelle l'interdiffusion a lieu.

Quant au temps minimal de « bon » soudage t_m , il peut être exprimé sous la forme :

$$t_m = 2 \cdot (T_m - T_0) \cdot \dot{T}^{-1} \quad 2-25$$

En reportant les expressions (2-24) et (2-25) dans la relation (2-22) il vient :

$$\langle l_m^2 \rangle = 2 \cdot \bar{D} \cdot t_m = 4(T_m - T_0)^{-1} \cdot (T_m - T_0) \cdot \dot{T}^{-1} \cdot \int_{T_0}^{T_m} D(T) \cdot dT \quad 2-26$$

Soit d'après (2-23) :

$$\frac{\langle l_m^2 \rangle}{4} \cdot \dot{T} = D_0 \int_{T_0}^{T_m} \exp\left(-\frac{E^\#}{RT}\right) \cdot dT \quad 2-27$$

On peut ainsi en déduire la grandeur A , proportionnelle à la profondeur de diffusion :

$$A = \frac{\langle l_m^2 \rangle}{4D_0} = \int_{t_0}^{t_m} \exp\left(-\frac{E^\#}{RT(t)}\right) \cdot dt \quad 2-28$$

Pour déterminer A , il est donc nécessaire de connaître l'énergie d'activation $E^\#$. Pour cela il suffit de dériver l'équation 2-28 par rapport à T_m , puis en prenant l'inverse, on obtient une forme plus simple :

$$\frac{dT_m}{dT} = \frac{\langle l_m^2 \rangle}{4D_0} \cdot \exp\left(\frac{E^\#}{RT_m}\right) \quad \text{2-29}$$

Cette relation lie les conditions thermiques de soudage à la profondeur d'interdiffusion de la matière, et donc indirectement à la qualité de la soudure.

$E^\#$ et par voie de conséquence la profondeur de diffusion A , s'obtient finalement graphiquement en prenant la forme logarithmique de (2-29), $E^\#$ étant proportionnelle à la pente de la droite $\ln\left(\frac{dT_m}{dT}\right) = f\left(\frac{1}{T_m}\right)$ soit :

$$\ln\left(\frac{dT_m}{dT}\right) = \ln\left(\frac{\langle l_m^2 \rangle}{4D_0}\right) + \frac{E^\#}{R} \cdot \frac{1}{T_m} \quad \text{2-30}$$

Ces auteurs ont par ailleurs évalué $E^\#$ par viscosimétrie ainsi que par optimisation numérique sur quatre PE aux comportements très différents. Ils ont ainsi montré que les valeurs de ce paramètre ainsi déterminées étaient très proches de celle obtenue graphiquement.

2.2.4 Conductivité thermique du polyéthylène

La conductivité thermique correspond à la capacité qu'a un matériau à conduire la chaleur. C'est un phénomène de transport d'énergie interne depuis les molécules à énergie moléculaire élevée vers les molécules à énergie faible. Comme la température plus élevée est associée à une énergie moléculaire plus élevée, le flux de chaleur par conduction se produit dans le sens de la diminution de la température.

La conductivité des polymères (de l'ordre de $10^{-1} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) est cent fois plus faible que celle des métaux. La structure moléculaire et le taux de cristallinité peuvent avoir une influence sur la conductivité thermique des polymères [Woo, 1995; Dawson, 2006 ; Dos Santos, 2013]. Dans le cadre du soudage, le matériau subit un changement dans sa structure en passant d'un état semi-cristallin à un état amorphe.

Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'étude de l'influence de différents paramètres physiques sur la conductivité des polymères en utilisant diverses techniques de mesures ou d'analyses.

Chaque technique est adaptée à un nombre limité de matériaux, en fonction de ses propriétés thermiques et de la température. On retrouve dans l'article de Rides et al. [Rides, 2009] une description et une comparaison entre ces différentes techniques. Elles peuvent être classées en deux grandes familles :

- Les techniques stationnaires, utilisées quand le matériau est dans son état d'équilibre. L'inconvénient de ces techniques est qu'elles nécessitent une durée expérimentale assez longue pour atteindre l'équilibre.
- Les techniques non stationnaires qui permettent de mesurer la conductivité tout au long de la phase de chauffage. Cette technique présente l'avantage de ne se contenter que d'un temps d'expérience relativement court.

Pour mesurer la conductivité de matériau à faible conductivité thermique, comme c'est le cas pour les polymères, on notera l'existence de plusieurs techniques adaptées :

1. La technique du « fil chaud » a été développée par Van der Held et Van Drunen [Van der Held, 1949]. Un fil chauffé est immergé dans le matériau. La dissipation de la chaleur est radiale à partir du fil dans l'échantillon. Le changement de température dans le fil est enregistré. Le tracé de la température du fil en fonction du logarithme du temps est utilisé pour calculer la conductivité thermique, à condition que la densité et la capacité thermique du fil soient connues. Cette technique fonctionne bien pour les mousses, les liquides et les polymères fondus. Pour mesurer la conductivité des solides il est possible d'adapter cette technique en plaçant le fil chauffant en sandwich entre deux plaques du matériau à tester. Underwood et Taylor [Underwood, 1978] ont utilisé cette méthode pour mesurer la conductivité de plusieurs polymères dont le polyéthylène et ont ainsi pu étudier l'influence des types de thermocouples sur les résultats obtenus. Lobo et Cohen [Lobo, 1990] ont étudié grâce à cette même technique l'influence du taux de cristallinité sur la conductivité des polymères semi-cristallins.

2. La « méthode flash » a été proposée par Parker et al. [Parker, 1961]. Une impulsion d'énergie par laser chauffe un côté d'un échantillon à faces planes et parallèles. L'élévation de température sur la face arrière du fait de l'apport d'énergie est mesurée en fonction du temps [Taylor, 1999]. Le fait de devoir connaître la densité et la chaleur spécifique constitue le principal inconvénient de cette méthode [Altun, 2008].

3. La technique « Modified Differential Scanning Calorimetry » est basée sur la DSC qui est une technique d'analyse thermique qui mesure le flux absorbé ou expulsé par un matériau en fonction du temps ou de la température. À la base, elle est utilisée pour réaliser des enregistrements de thermogrammes de cristallisation ou de fusion. Brennan et al. [1968] sont les premiers à avoir modifié une DSC de type Perkin Elmer pour pouvoir mesurer la conductivité thermique du polytetrafluoroéthylène (PTFE). Un échantillon de préférence en forme de disque est placé dans une des cellules de la DSC. On mesure la température des deux côtés de l'échantillon et le flux de chaleur qui le traverse. La conductivité est déduite grâce à la loi de Fourier. Par la suite plusieurs chercheurs ont apporté des modifications à cette technique dont Chiu et Fair [Chiu, 1979], Sircar et Wells [Sircar, 1982], Khanna et al. [Khanna, 1988], Keaing et McLaren [Keaing, 1990] et Hu et al. [Hu, 2007] pour mesurer la conductivité des thermoplastiques solides, des élastomères et des thermoplastiques fondus.

4. La méthode de « Lee's Disc [Nelkon, 1988] » appartient à la famille des méthodes « Plan chaud ». Elle consiste à placer le matériau dont la conductivité est à mesurer entre deux disques. L'un des disques doit être chauffé à une certaine température. La source de chaleur est supprimée dans un second temps. La chaleur va ainsi passer d'un disque à l'autre en traversant l'échantillon. La chaleur emmagasinée par l'échantillon conduira à une diminution de la température. En mesurant cette différence de température entre les deux disques, il est possible de remonter à la conductivité thermique de l'échantillon. En utilisant cette technique, Yue et al. [Yue, 1994] ont mesuré la conductivité thermique du PE entre 130 et 240 °C. Price et Jarratt [Price, 2002] ont mesuré la conductivité thermique du PTFE et du PTFE composite à différents taux de cristallinité en utilisant les deux techniques présentées précédemment (Lee's disc et MDSC). Les résultats obtenus par les deux méthodes sont équivalents.

2.2.5 Dilatation thermique

La dilatation thermique de la matière étant à l'origine des contraintes et des déplacements dans la matière, il est nécessaire de connaître avec précision son évolution en fonction de la température et de la vitesse à laquelle on refroidit ou on chauffe. L'évolution de la dilatation $\alpha_V(T)$ dépend de la température et de l'évolution du taux de transformation, elle est exprimée en fonction du volume spécifique V : [Parant 2002] :

$$\alpha_V(T) = \frac{1}{3V} \frac{\partial V}{\partial T} \quad 2-31$$

L'évolution du volume spécifique en fonction de la température à différentes vitesses de refroidissement et de chauffage a été mesurée par Parant [Parant, 2002] et Hehn [Hehn, 2006]. Ils en ont déduit que le volume spécifique augmente linéairement dans les phases solide et fondue, et dépend du taux de transformation pendant la phase de transition :

$$\text{à l'état solide : } v_s = 0.00072 \cdot T + 1.022 \quad 2-32$$

$$\text{à l'état liquide : } v_l = 0.00093 \cdot T + 1.114 \quad 2-33$$

Ayant l'évolution du taux de transformation (α) de la matière il est ainsi possible d'utiliser une loi de mélange pour calculer l'évolution du volume spécifique en fonction de la température dans les trois états (solide ($\alpha=0$), fondue ($\alpha=1$), phase de transition) :

$$V = (1 - \alpha) \cdot v_s + v_l \cdot \alpha \quad 2-34$$

2.3 Caractérisation thermique expérimentale du PE

Dans cette partie, nous allons détailler les différentes techniques expérimentales que nous avons mises en œuvre pour caractériser les paramètres des lois de cristallisation et de fusion et la conductivité thermique correspondant au PE sélectionné pour notre étude.

Pour déterminer les paramètres de la cinétique de cristallisation et de la loi de fusion, nous avons réalisé une étude calorimétrique par DSC.

Un montage expérimental basé sur la technique de « *Lee's Disc* » a été utilisé pour mesurer l'évolution de la conductivité thermique avec la température.

Les données relatives à la densité et à la dilatation du polyéthylène en fonction de la température, ont été extraites de la littérature.

2.3.1 Cinétique de cristallisation et loi de fusion

La loi de comportement adoptée pour décrire la cinétique de cristallisation est celle de *Nakamura* (2-14). Les paramètres à identifier sont : le coefficient d'*Avrami* « n » et la constante d'*Ozawa* « K_O ». D'après le modèle d'*Ozawa* (eq. 2-6), ceci implique de déterminer le taux de transformation α_S expérimental à vitesse de refroidissement constante. La même procédure a été utilisée pour déterminer les paramètres de la loi de fusion.

2.3.1.1 Procédure expérimentale

Pour déterminer le taux de transformation expérimental α_S , nous avons utilisé l'équation (2-3) qui l'exprime en fonction du taux de cristallinité X_C . Il est donc nécessaire de déterminer expérimentalement le taux de cristallinité de la matière en fonction de la température.

Pour obtenir le taux de cristallinité de la matière, il faut calculer l'enthalpie de fusion ou de cristallisation pour chaque vitesse de chauffage ou de refroidissement. X_C s'exprime en fonction de l'enthalpie, qui elle dépend de la température, de la façon suivante :

$$X_C(T) = \frac{\Delta H(T)}{\Delta H_C^{100\%}} \quad \mathbf{2-35}$$

avec $\Delta H(T)$ l'enthalpie dissipée et $\Delta H_C^{100\%}$ l'enthalpie de cristallisation dissipée par un cristal pur à la fin de la cristallisation et qui vaut 290 J/g dans le cas du polyéthylène [Hehn, 2006 ; Vermogen, 2006].

Pour déterminer les enthalpies de fusion et de cristallisation, nous avons mené une campagne expérimentale par Analyse Calorimétrique Différentielle pour différentes vitesses de refroidissement et de chauffages constantes. La DSC utilisée (de type Perkin

Elmer 8500) mesure la différence de puissance nécessaire pour imposer la même température à un échantillon de matière et à un échantillon de référence (en isotherme et anisotherme à vitesse constante). On obtient ainsi des courbes représentant l'évolution de la puissance $p(T)$ (ou flux) extraite ou apporté à l'échantillon en fonction de la température (*Figure 2-4*).

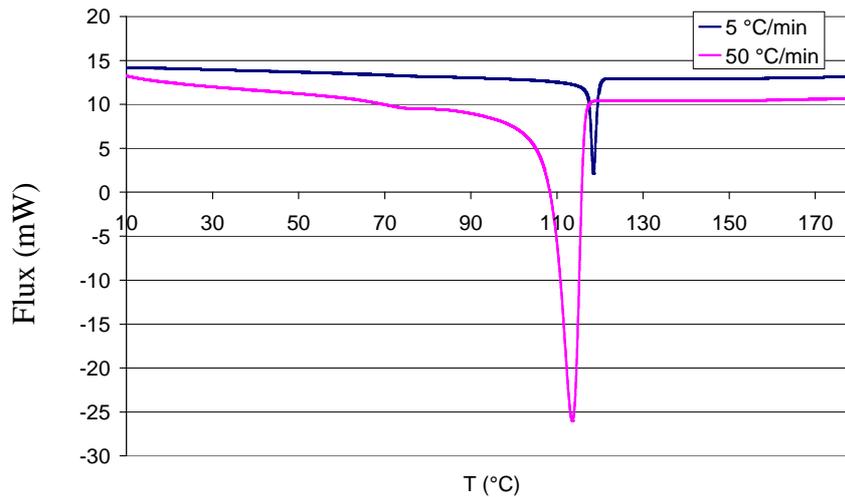


Figure 2-4 : Evolution du flux enregistré par la DSC pour deux refroidissements à -5 °C/min et -50 °C/min

L'expression de l'enthalpie à vitesse de refroidissement ou de chauffage constante est donnée par l'équation suivante [Parant, 2002] :

$$\Delta H(T) = \frac{1}{M\dot{T}} \int_T^{T_l} p.dT - \int_T^{T_l} c_p(T).dT \quad 2-36$$

avec M la masse de l'échantillon, \dot{T} la vitesse de chauffage ou de refroidissement, c_p la chaleur spécifique, T_l la température à partir de laquelle la cristallisation ou la fusion commencent.

L'enthalpie est déduite des courbes $p(T)$ données par la DSC (*Figure 2-5*). On soustrait tout d'abord la ligne de base d'enregistrement. L'enthalpie correspond à l'aire de l'exotherme ou de l'endotherme résultant divisée par la vitesse de chauffage ou de refroidissement et par la masse de l'échantillon.

Sur la *Figure 2-5* le pic observé correspond à la température de cristallisation du polyéthylène utilisé (soit 118 °C) pour une vitesse de refroidissement constante de - 5 °C/min.

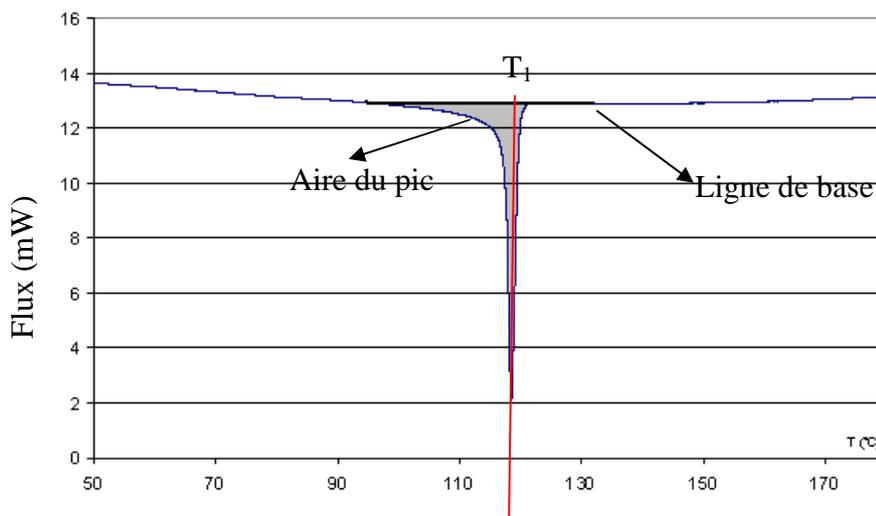


Figure 2-5 : Puissance dégagée lors de la cristallisation d'un PEHD pour une vitesse de refroidissement de 5°C/min

Pour préparer les échantillons nécessaires aux mesures, des lamelles ont été prélevées à la fois dans des granulés et des tubes de polyéthylène, de façon à vérifier si le procédé de mise en œuvre modifie ou non les propriétés du PE. Elles sont ensuite placées entre deux plaques de verre dans une presse chauffante à 130 °C pour obtenir des plaques fines et d'épaisseur homogènes (environ 570 μm). Un emporte-pièce métallique est utilisé pour prélever des échantillons de 6 mm de diamètre dans ces plaques. Ils sont alors placés dans des capsules en aluminium. Ce protocole garantit une forme plate, une épaisseur fine et une masse faible de l'échantillon (1.622 mg).

2.3.1.2 Paramètres de Cristallisation

a) Protocole

Pour l'étude de la cristallisation, tous les échantillons préparés ont été placés dans le four de la DSC, et chauffés à 200 °C à 10 °C/min, puis maintenus à cette température

pendant 2 min afin d'assurer des conditions thermiques initiales stables. Ils ont ensuite été refroidis à différentes vitesses couvrant la plage de vitesses observée lors du soudage par électrofusion : 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60 et 70 °C/min. Les cycles thermiques ainsi effectués sont décrits par le schéma de la *Figure 2-6*.

Chaque essai a été réalisé trois fois par soucis de reproductibilité.

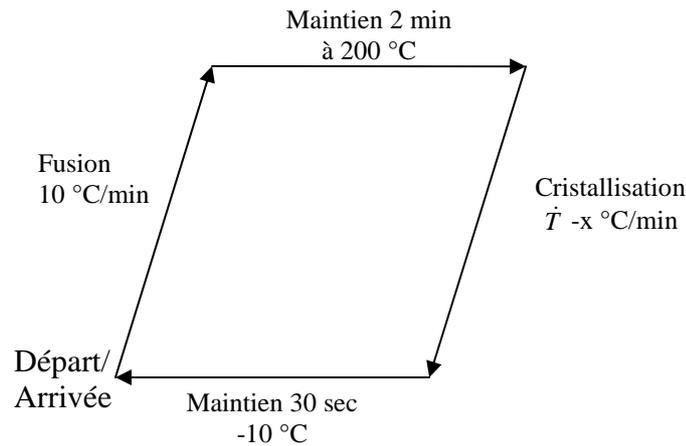


Figure 2-6 : Cycles thermiques utilisés pour l'étude de la cristallisation

b) Calcul des taux de cristallinité et de transformation

Pour calculer l'air sous le pic exothermique, on représente l'évolution du flux normalisé par rapport à la vitesse et au poids de l'échantillon (*Figure 2-7*). On constate que la température de cristallisation diminue quand la vitesse de refroidissement augmente (*Figure 2-7*).

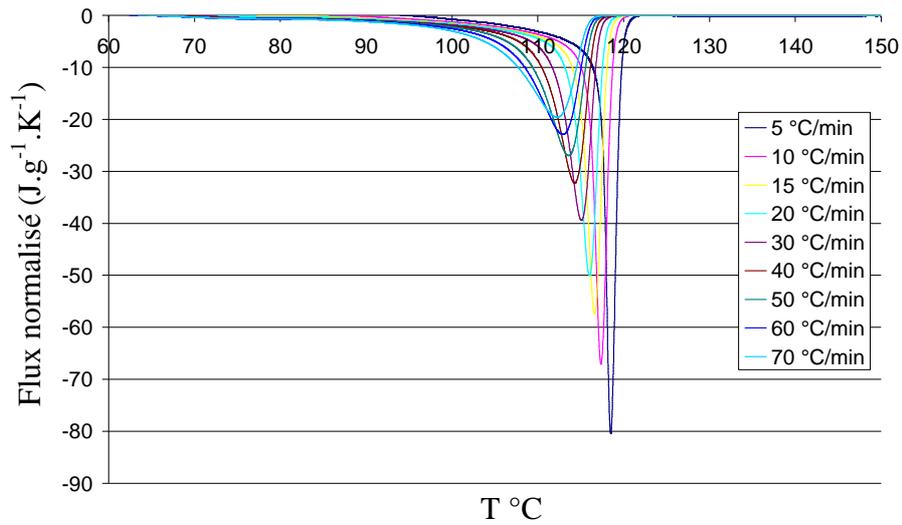


Figure 2-7 : Evolution du flux normalisé en fonction de la température pour différentes vitesses de refroidissement (de -5 à -70 °C/min)

Elle passe en effet de 118.5 °C pour une vitesse de refroidissement faible (-5 °C/min) à 112.2 °C pour les vitesses de refroidissement élevées (-70 °C/min) (Figure 2-8).

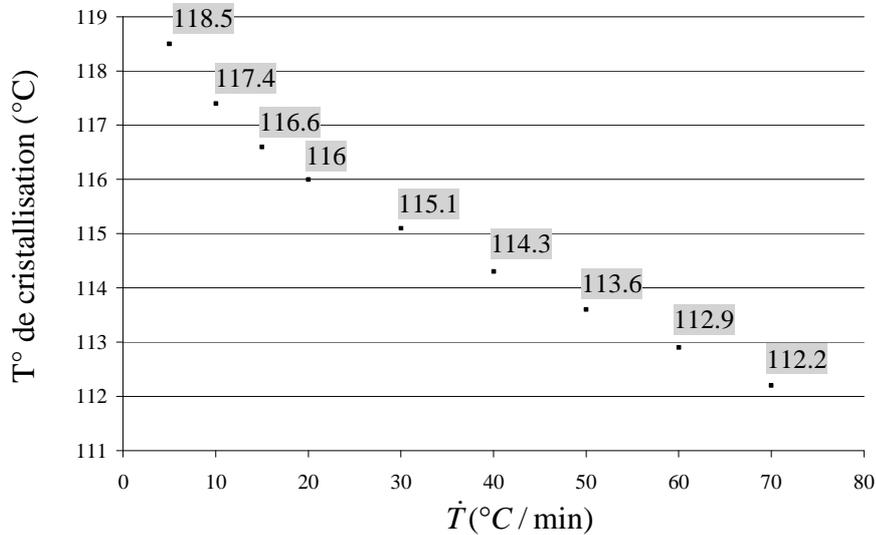


Figure 2-8 : Evolution de la température de cristallisation en fonction de la vitesse de refroidissement

Pour calculer l'enthalpie de cristallisation, l'intégration de la courbe est effectuée entre le début et la fin de la cristallisation. Il est possible ainsi d'exprimer l'évolution du taux

de cristallinité X_C en fonction de la température pour les différentes vitesses de refroidissement (*Figure 2-9*).

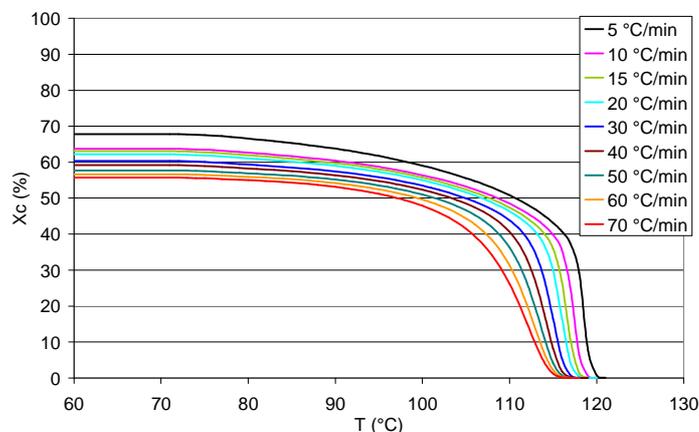


Figure 2-9 : Evolution du taux de cristallinité en fonction de la température obtenue pour différentes vitesses de refroidissement

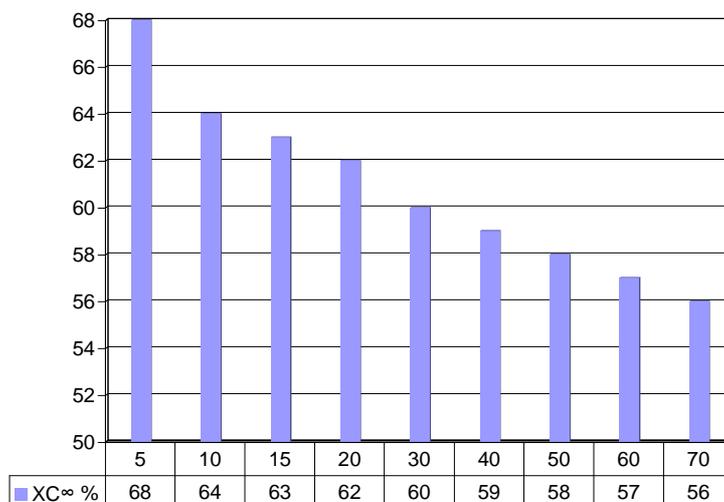


Figure 2-10 : Evolution du taux de cristallinité final $X_{C\infty}$ en fonction de \dot{T}

Le taux de cristallinité à la fin de la cristallisation $X_{C\infty}$ décroît quand la vitesse de refroidissement augmente (*Figure 2-10*). Ce taux pouvant avoir un impact non négligeable sur les propriétés finales du PE, la vitesse de refroidissement sera donc un des paramètres fondamentaux à prendre en considération lors de l'électrofusion.

Le taux de cristallinité étant désormais connu, il est à présent possible de déduire le taux de transformation α_s en fonction de la température (équation 2-3). La figure suivante représente le taux de transformation en fonction de la température obtenue expérimentalement.

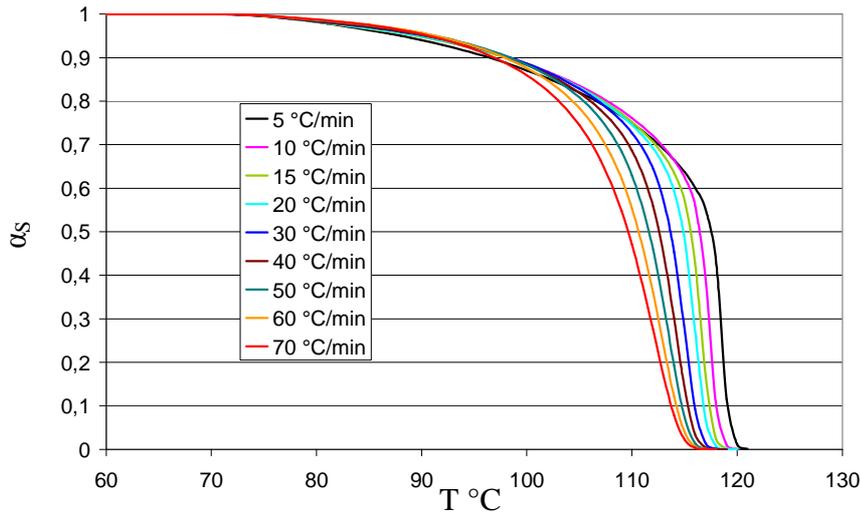


Figure 2-11 : Evolution du taux de transformation α_s en fonction de la température en refroidissement

c) Détermination du coefficient d'Avrami n :

Les expériences ayant été menées à vitesses de refroidissement constantes, on applique le modèle d'Ozawa (eq. 2-6). Afin de déterminer le coefficient d'Avrami n et la constante d'Ozawa K_o , il est nécessaire de prendre la forme logarithmique de cette équation pour avoir :

$$\ln(K_o(T)) = \ln(-\ln(1 - \alpha_s(T))) + n \cdot \ln(\dot{T}) \quad \mathbf{2-37}$$

D'après l'équation (2-37), on déduit que $\ln(-\ln(1 - \alpha_s(T)))$ dépend linéairement de $\ln(\dot{T})$ à une température donnée. Nous avons donc tracé l'évolution de $\ln(-\ln(1 - \alpha_s(T)))$ en fonction de $\ln(\dot{T})$ pour différentes températures comprises entre 110 et 118 °C. Les différents points obtenus sont approchés par des droites (Figure

2-12). Le paramètre n que nous cherchons à déterminer pour chaque température correspond à la valeur absolue des coefficients directeurs de ces droites (Tableau 2-2).

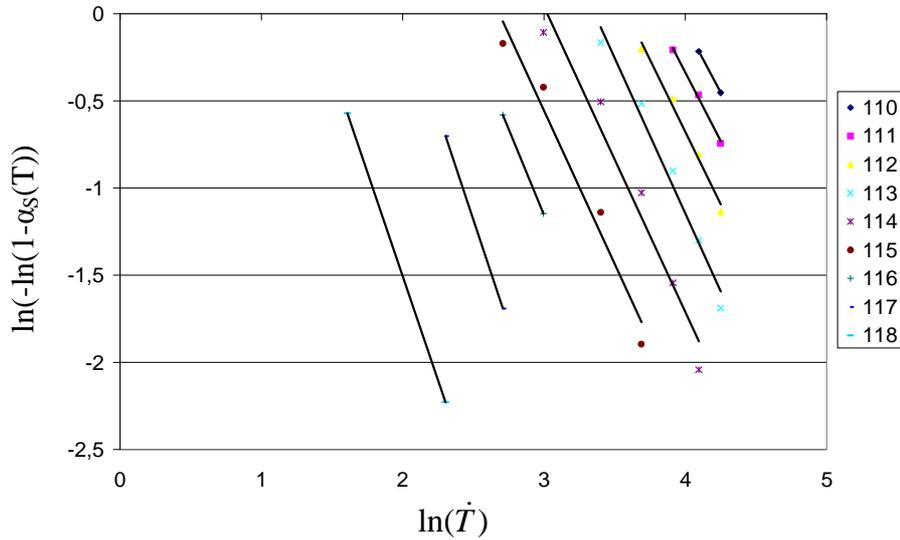


Figure 2-12 : Représentation des courbes $\ln(-\ln(1-\alpha_s(T)))$ en fonction de $\ln(\dot{T})$ pour différentes températures et leurs droites de régression correspondantes

T	Coefficient d'Avrami « n »
110	1,5
111	1,6
112	1,7
113	1,8
114	1,8
115	1,8
116	2,0
117	2,4
118	2,4

Tableau 2-2 : Coefficients directeurs des droites de régression correspondant aux coefficients d'Avrami (n)

Lors du soudage par électrofusion, la vitesse de cristallisation n'excède pas 50 °C/min, ce qui implique que la température de cristallisation reste au dessus de 113 °C. Nous avons opté pour le choix d'identifier un coefficient d'Avrami correspondant à la moyenne des coefficients directeurs obtenus pour les températures comprises entre 113 et 118 °C, soit $n = 2$. Cette valeur ne correspond pas à celles trouvée par les auteurs

[Sperling, 2006] (entre 2.4 et 2.6). Il est possible que ces valeurs soit mesurées avec des machines d'anciennes générations n'acceptant que des faibles vitesses de refroidissement plus faibles. Or ce coefficient est fortement sensible à la vitesse.

d) Détermination de la constante d'Ozawa $K(T)$:

Ayant n , il est désormais possible de tracer $\ln(K_o(T))$ en fonction de la température T pour les différentes vitesses de cristallisation (Figure 2-13).

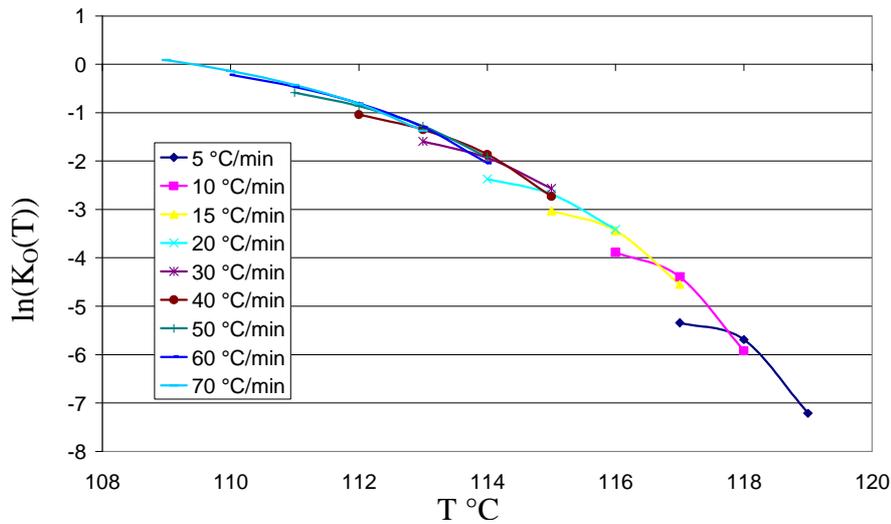


Figure 2-13 : Représentation des courbes $\ln(K_o(T))$ en fonction de la température pour les différentes vitesses de refroidissement

Billon et al. [Billon, 1991] ont pris, quant à eux, pour hypothèse que le logarithme népérien de la constante d'Ozawa variait linéairement avec la température pour chaque vitesse de refroidissement. Ceci permet d'avoir une droite de régression propre à chaque vitesse de refroidissement.

$$\ln(K_o(T)) = A \cdot T + B \Big|_{\dot{T}} \quad 2-38$$

$$K_o = \exp(A \cdot T + B) \Big|_{\dot{T}} \quad 2-39$$

Le *Tableau 2-3* résume les valeurs de A et B correspondant respectivement aux coefficients directeurs obtenus et aux ordonnées à l'origine de chaque courbe de régression pour chaque vitesse.

Vitesse de refroidissement \dot{T} °C/min	A	B
5	0,9355	104,31
10	1,1015	114,07
15	0,7607	84,57
20	0,5199	56,97
30	0,4865	53,42
40	0,5591	45,17
50	0,4422	48,59
60	0,4487	49,29
70	0,3597	39,39
80	0,2742	30,03
Moyenne	0,5888	62,58
Ecart type	0,2628	28,41

Tableau 2-3 : Représentation des coefficients directeurs (A) et des ordonnées à l'origine (B) des courbes de regression pour chacune des vitesses de refroidissement.

Comme Hehn en 2006 [Hehn, 2006], nous avons utilisé une valeur moyenne pour A et B pour des vitesses comprises entre 5 et 70 °C/min. Nous constatons sur la *Figure 2-14* que l'approximation linéaire réalisée n'est pas optimale. L'inconvénient de cette méthode est dans l'écart qu'il peut y avoir entre la valeur moyenne et la valeur maximale ou minimale. La moyenne n'est pas représentative des vitesses faibles ni des vitesses élevées avec un écart type de 0.26 équivalent à une variation de 55%.

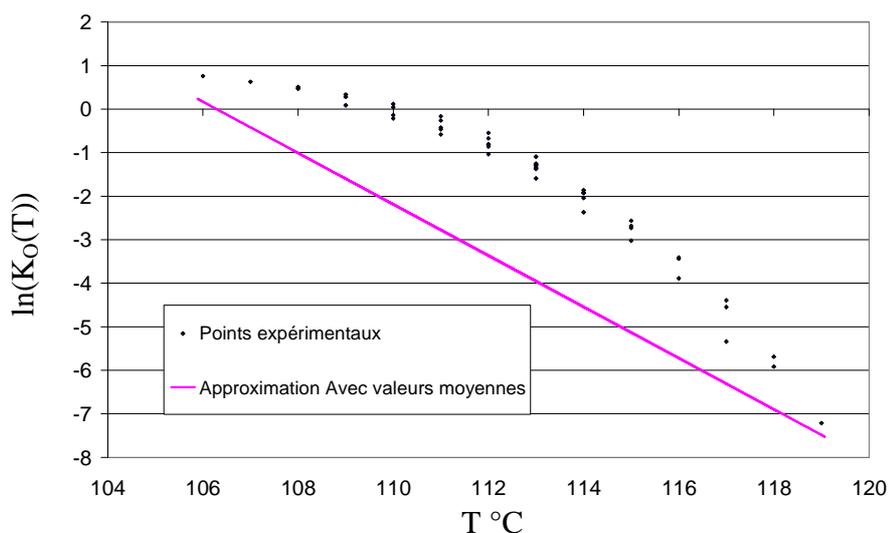


Figure 2-14 : Approximation linéaire de $\ln(K_o(T))$ avec les valeurs moyennes obtenues

C'est pourquoi dans un second temps, nous avons préféré nous tourner vers une autre méthode dans laquelle la constante d'Ozawa est exprimée en fonction de la température avec un polynôme d'ordre 3 qui prend en compte toutes les vitesses :

$$\ln(K_o(T)) = A \cdot T^3 + B \cdot T^2 + C \cdot T + D \tag{2-40}$$

Soit $K_o(T) = \exp(A \cdot T^3 + B \cdot T^2 + C \cdot T + D)$ 2-41

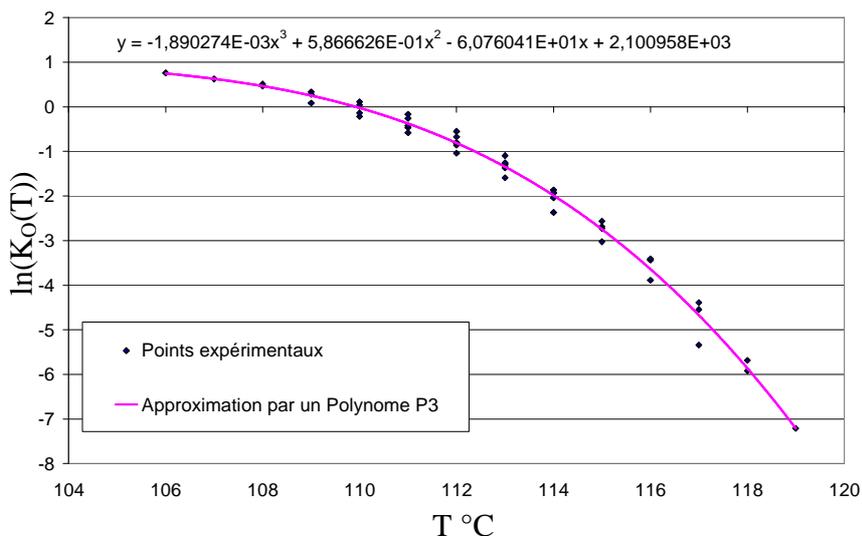


Figure 2-15 : Représentation des courbes $\ln(K_o(T))$ en fonction de la température au cours de la cristallisation et du tracé du polynome de régression

Sur la base des résultats expérimentaux précédents, nous avons obtenu les valeurs des paramètres suivants :

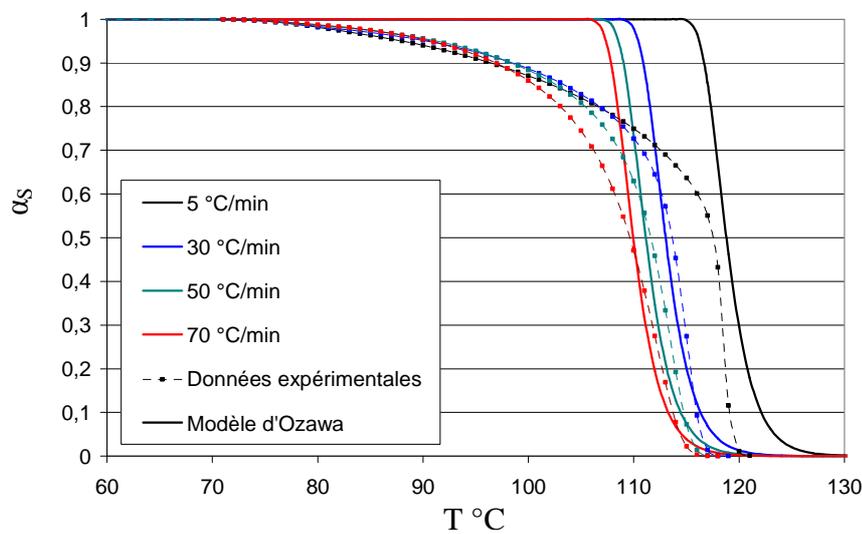
$$A = -1,890274 \cdot 10^{-3} ; B = 5,866626 \cdot 10^{-1} ; C = 6,076041 \cdot 10^{+1} ; D = 2,100958 \cdot 10^{+3}$$

Une modification minime d'un de ces paramètres entraîne des variations majeures d'où la précision affichée.

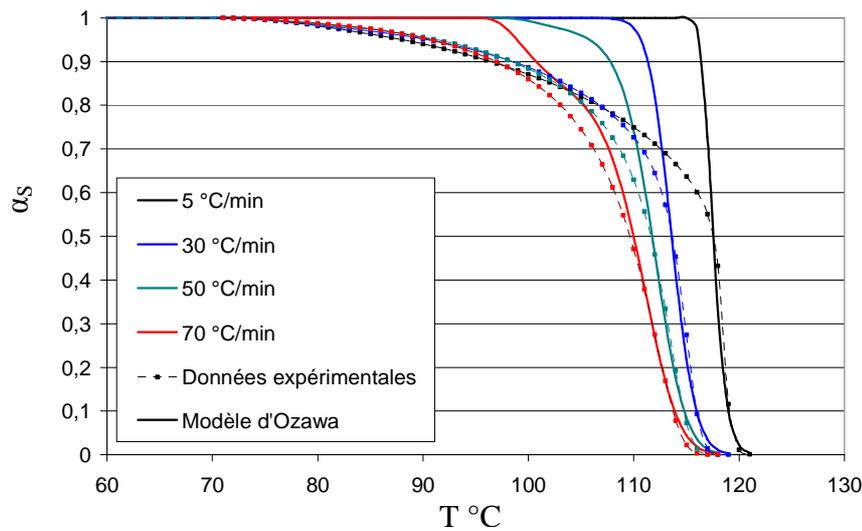
Grâce à cette méthode, on peut avoir une meilleure approximation de la valeur de K_O quelle que soit la température à laquelle on se trouve.

e) Evolution analytique du taux de transformation

Il est désormais possible de tracer l'évolution du taux de transformation obtenue par la loi d'Ozawa (avec les valeurs moyennées d'une part ou avec le polynôme d'ordre 3 d'autre part) et de la confronter aux données expérimentales pour chacune des vitesses de cristallisation considérées.



a) à partir des paramètres moyennés



b) à partir des valeurs approchées à l'aide d'un polynôme de degré 3

Figure 2-16 : Evolution du taux de transformation obtenu expérimentalement et avec le modèle d'Ozawa

On note un bien meilleur accord avec les résultats expérimentaux lorsque K_O est approximé à l'aide du polynôme d'ordre 3, en particulier au début du refroidissement quelle que soit la vitesse de refroidissement. Le modèle n'est pas pour autant parfait, notamment en fin de refroidissement. Mais si l'on considère que la majorité de la cristallisation a lieu au début de la transformation le modèle reste largement acceptable. La fin de la transformation correspond en effet à la cristallisation secondaire qui n'est pas prise en compte dans les théories d'Avrami et d'Ozawa.

2.3.1.3 Fusion

Pour déterminer les paramètres n_f et K_f de la fusion, la même procédure expérimentale a été employée. Les échantillons ont été chauffés à différentes vitesses et refroidis à 10 °C/min. La Figure 2-17 montre les cycles thermiques qui ont été suivis pour caractériser les propriétés de fusion de notre matériau.

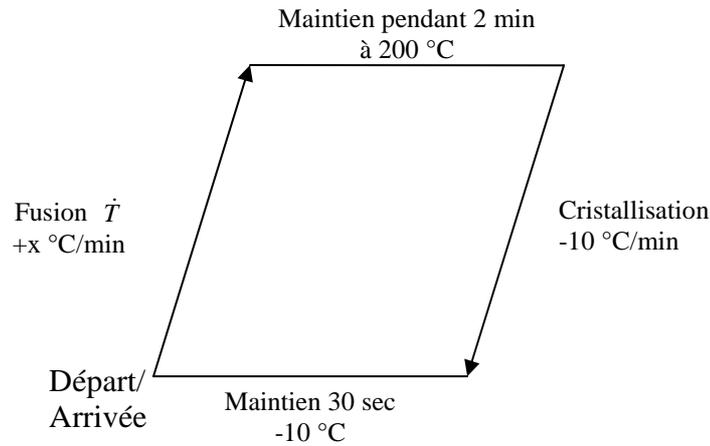


Figure 2-17 : Cycles thermiques utilisés pour l'étude de la fusion

Les vitesses de chauffages ont été choisies de façon à ce qu'elles soient du même ordre que celles observées lors du soudage par électrofusion (jusqu'à environ 150 °C/min). Malgré l'épaisseur fine des échantillons utilisés, le chauffage à grande vitesse favorise la présence d'un gradient thermique. Dans ce cas, la température mesurée ne correspond pas forcément à la température réelle de l'échantillon.

Les courbes de flux normalisées en fonction de la température pour une vitesse de chauffage donnée sont tracées sur la Figure 2-18. Ces courbes montrent le caractère endothermique de la fusion. Le sommet du pic, pour chaque vitesse, correspond à la température de fusion.

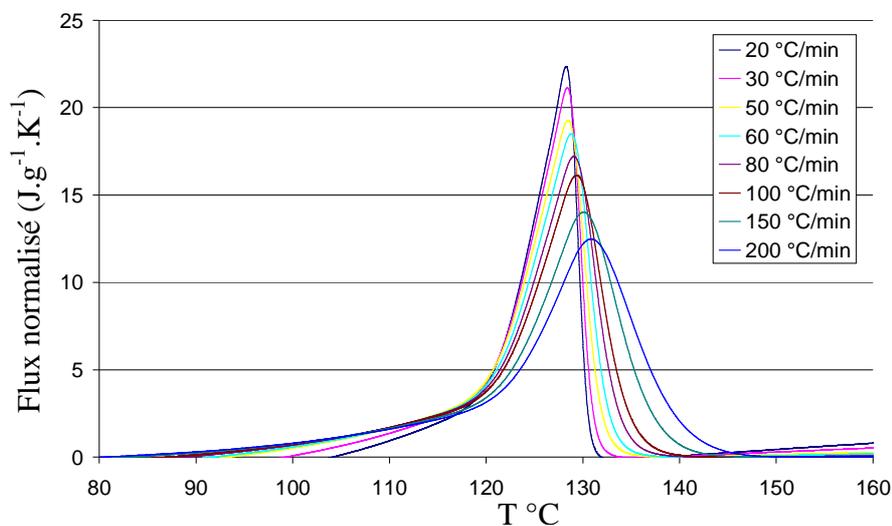


Figure 2-18 : Evolutions du flux normalisé en fonction de la température pour différentes vitesses de chauffage

Les températures de cristallisation et de fusion mesurées en fonction de la vitesse de chauffage ou de refroidissement ont été reportées sur la même Figure 2-19. On peut constater que la sensibilité de la température de fusion à la vitesse de chauffage est relativement faible (128,3 °C à 20 °C/min et 130,8 à 200 °C/min), alors qu'en cristallisation une différence de 8 °C selon que l'on refroidisse à 20 °C/min ou à 80 °C/min (Figure 2-19).

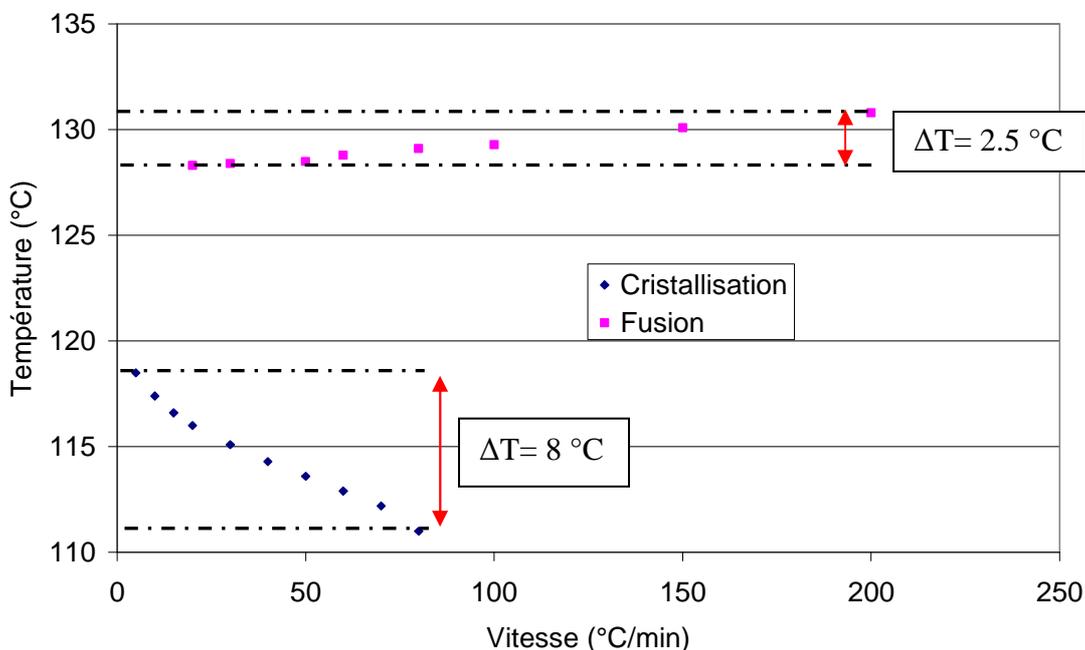


Figure 2-19 : Evolution des températures de cristallisation et de fusion en fonction de la vitesse de chauffage ou de refroidissement

On remarque sur la Figure 2-19 que la température de fusion évolue surtout au-delà de 50 °C/min. en dessous elle est relativement stable. Il est possible aux plus hautes vitesses de chauffage que la température ne soit pas homogène dans l'échantillon. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé des mesures par DSC complémentaires à 60 °C/min en faisant varier l'épaisseur des échantillons et donc leur masse (tous les échantillons ont le même diamètre). Les températures de fusion mesurées avec chacun des échantillons sont présentées sur la Figure 2-20.

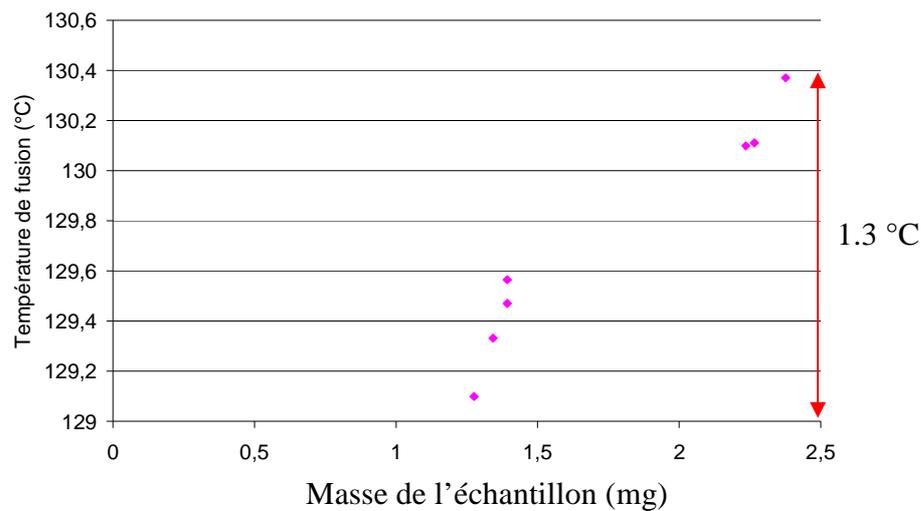


Figure 2-20 : Sensibilité de la température de fusion mesurée par DSC à la masse de l'échantillon (vitesse de refroidissement 60 °C/min)

On peut constater que la température de fusion mesurée augmente avec la masse de l'échantillon. La variation maximale obtenue est de 1,3 °C, et donc du même ordre de grandeur que les variations liées à la vitesse de chauffage ci-dessus.

Contrairement à ce qui se passe en cristallisation, nous avons donc pris la décision de négliger les effets de vitesses de chauffage sur la température de fusion et donc sur le taux de transformation.

Monasse et al. [Monasse, 1987] étaient parvenus à la même conclusion mais pour des vitesses plus faibles. Nous avons choisi les vitesses les plus faibles (de 20 à 50 °C/min) pour l'identification des paramètres et avons appliqué une procédure identique à celle utilisée en cristallisation pour déterminer l'évolution du taux de transformation expérimental et les paramètres de la loi de fusion.

La Figure 2-21 présente le tracé et la comparaison des courbes expérimentales et théoriques (modèle d'Ozawa) obtenues pour des vitesses de chauffage respectivement de 20, 30 et 50 °C /min. Pour toutes les vitesses, les courbes obtenues se superposent bien en fin de fusion. En revanche, le modèle représente assez mal le début de la fusion. On peut faire une certaine analogie avec la mauvaise prise en compte de la cristallisation secondaire lors du refroidissement. La loi utilisée, basée sur les lois

d'Avrami et d'Ozawa, représente fidèlement uniquement les parties où la quasi-totalité de transformation a lieu (fin de la fusion en chauffage et début de la cristallisation en refroidissement).

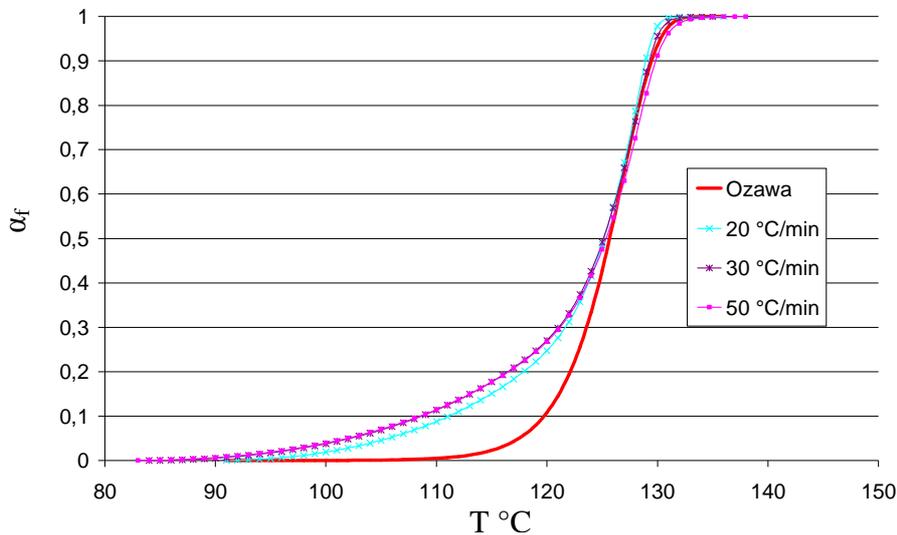


Figure 2-21 : Evolution des taux de transformation obtenus expérimentalement et avec le modèle d'Ozawa

2.3.2 Mesure de la conductivité en fonction de la température

L'objectif de cette étude est de mesurer la conductivité thermique du PE à différentes températures. Une technique basée sur celle du « Lee's Disc » (présentée paragraphe 2.2.4) a été utilisée, pour sa précision, son adéquation avec les plages de températures considérées et sa simplicité de mise en œuvre. Cette technique consiste à faire traverser un flux thermique dans un échantillon et à mesurer l'écart de température entre les deux cotés de l'échantillon. Connaissant le flux de chaleur et le gradient de température, on peut remonter à la conductivité thermique de l'échantillon par l'intermédiaire de la loi de Fourier :

$$Q = \lambda.A.\frac{(\Delta T)}{x} \quad 2-42$$

avec Q le flux, λ la conductivité thermique de l'échantillon, A la surface traversée par le flux et x l'épaisseur de l'échantillon.

Le montage

Comme indiqué sur la *Figure 2-22*, le montage est constitué de deux disques en laiton, une matière à haute conductivité thermique ($120 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) (A et C), de même diamètres, isolés de part et d'autre. Les surfaces des disques sont parfaitement planes et polies pour assurer un bon contact thermique.

Un échantillon en PEHD (B) de diamètre équivalent (10 cm) est posé entre les deux disques. Son épaisseur (1 mm) est faible par rapport à son diamètre, ce qui nous permet de supposer que le transfert thermique se fait dans une seule direction (l'épaisseur) et aussi de négliger l'échange entre les extrémités de l'échantillon et l'air (*Figure 2-22*).

Le chauffage est assuré par une cartouche chauffante régulée en température.

La température est mesurée au niveau des disques de laiton, à l'aide de thermocouples, à différentes épaisseurs dans la direction radiale, pour vérifier l'homogénéité de la température dans les disques (A) et (C).

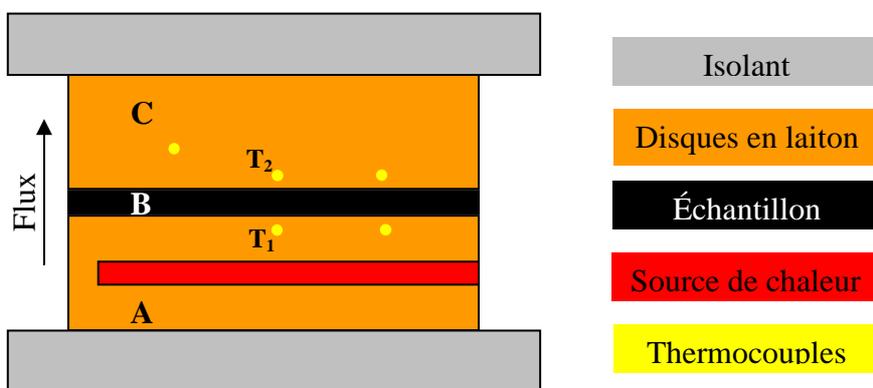


Figure 2-22 : Montage de mesure de conductivité thermique des matériaux à faible conductivité

Protocole de mesure

La source de chaleur permet de réguler le flux injecté en fonction de la température voulue (T_1). Un flux passe donc du disque (A) vers le disque (C) à travers l'échantillon (B). Le flux est maintenu jusqu'à ce que les températures mesurées T_1 et T_2 soient stables. L'écart entre les deux températures ($\Delta T = T_1 - T_2$) est enregistré.

Si on néglige les pertes dans l'échantillon, le flux Q qui passe à travers (B) est équivalent à celui dégagé de (C) par radiation et convection. Pour le mesurer on procède au refroidissement de C comme suit :

- L'échantillon (B) est retiré rapidement,
- Les deux disques (A) et (C) sont mis en contact pour que la température de (C) augmente de $6\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figure 2-23 a).
- Les deux disques sont à nouveau séparés, le flux est coupé, la surface inférieure de (C) est isolée avec un isolant et la température est enregistrée au cours du refroidissement (Figure 2-23 b).

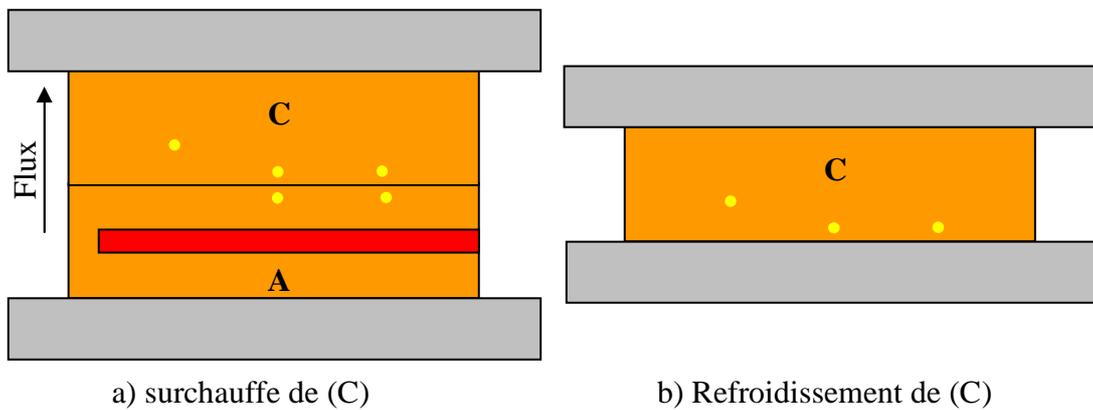


Figure 2-23 : Etapes expérimentales de mesure de la conductivité

Le tracé de la température, en fonction du temps et pendant les différentes étapes (Figure 2-24), nous permet d'identifier quatre étapes : (1) le chauffage, (2) la stabilisation de la température, (3) la surchauffe de C et (4) le refroidissement de C.

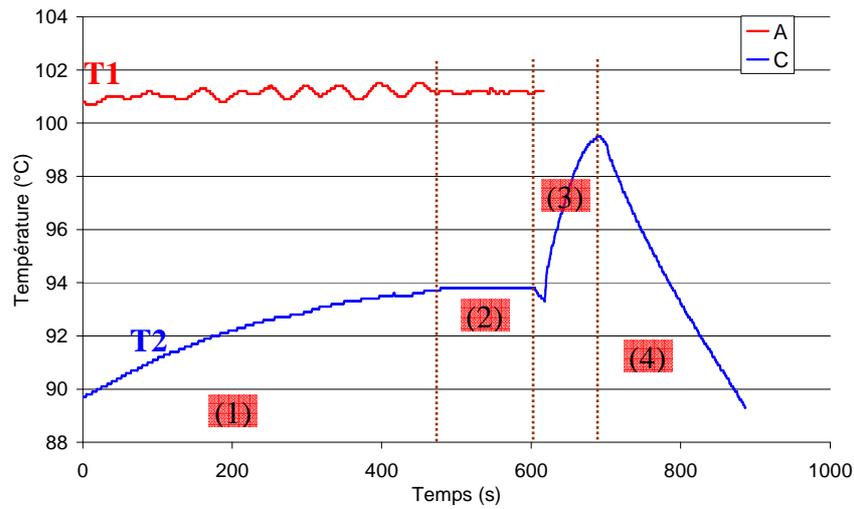


Figure 2-24 : Evolution de la température mesurée en fonction du temps (chauffage à 101°C)

Pendant le refroidissement, la température passe de $(T_2 + 6 \text{ °C})$ à la température ambiante (Figure 2-25).

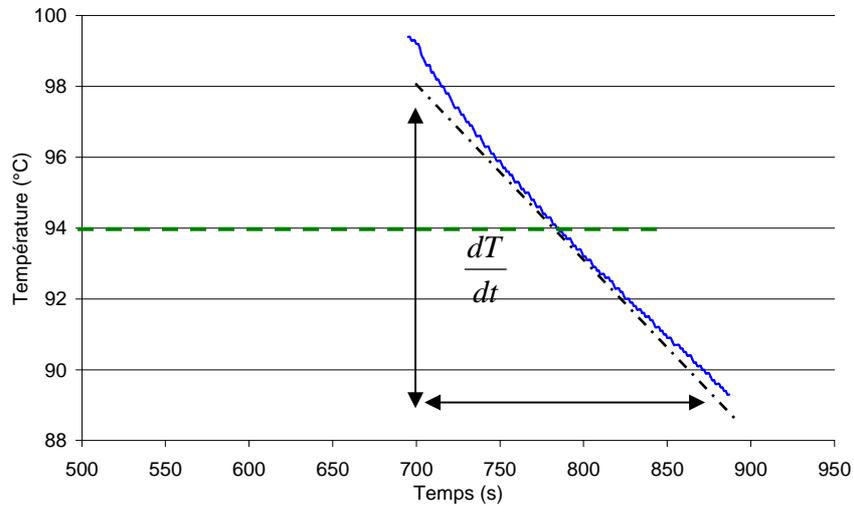


Figure 2-25 : Calcul de la pente pendant le refroidissement

On considère que quand la température est égale à T_2 , le disque (C) perd de la chaleur avec le même taux qu'il en gagnait pendant son état stationnaire. On calcule donc la pente de la courbe à l'instant où la température est égale à T_2 pour en déduire le flux Q :

$$Q = m.C_p \cdot \frac{dT}{dt} \quad 2-43$$

avec m la masse du disque (C) et c_p la chaleur spécifique du disque.

La conductivité a été déterminée en combinant les équations (2-42) et (2-43) :

$$\lambda = \frac{\left(m.C_p \cdot \frac{dT}{dt} \right) \cdot x}{A \cdot \Delta T} \quad 2-44$$

La conductivité thermique du PE a été mesurée pour plusieurs températures de façon à couvrir les états solide et fondu (*Figure 2-26*). Elle décroît linéairement en fonction de la température pour une température inférieure à la température de fusion. Après la fusion, la conductivité reste constante.

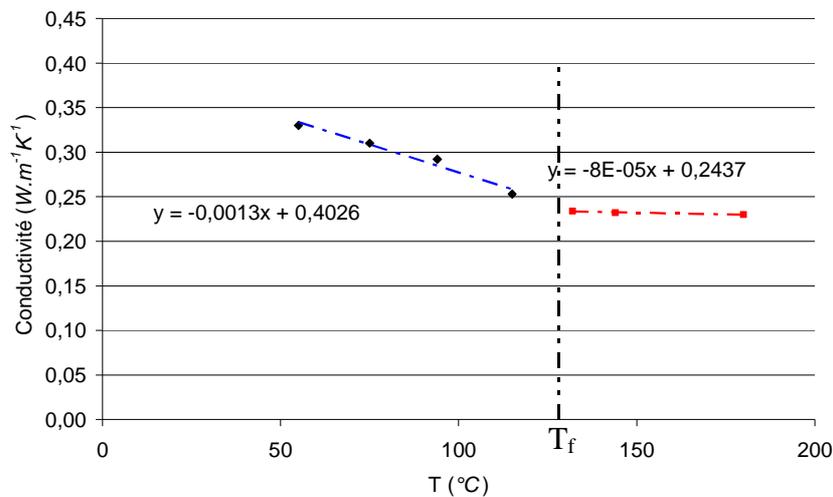


Figure 2-26 : Evolution de la conductivité mesurée en fonction de la température

Cette technique est sensible à la méthode avec laquelle on calcule la pente de refroidissement et à la mesure de l'épaisseur de l'échantillon. Chaque conductivité mesurée correspond à celle d'un intervalle de température $[T1 - T2]$. Cette méthode donne un ordre de grandeur qui correspond à celui trouvé dans la littérature pour la conductivité thermique du PEHD [Nakashiba, 1993; Fujikake, 1997].

2.4 Bibliographie sur les modèles numériques de soudage

Il a été prouvé qu'il était possible de recourir à l'analyse numérique par la méthode des éléments finis ou des différences finies pour simuler le transfert de chaleur dans la matière ou déterminer les déformations et les contraintes susceptibles d'apparaître au cours du soudage grâce à un couplage thermomécanique. Plusieurs modèles numériques de procédés de soudage ont été utilisés pour évaluer les distributions de température et de contrainte au sein d'une pièce soudée. La plupart d'entre eux sont des modèles éléments finis bidimensionnels. Les paramètres calculés par ces modèles numériques sont classiquement : la température, la pression, le volume de la zone fondue, la surface de la zone ayant bien soudée et les contraintes résiduelles [Bowman, 1992-1997].

Dans ce paragraphe, nous allons passer en revue les principaux modèles numériques de soudage publiés à ce jour dans la littérature ainsi que les principaux phénomènes physiques qui y ont été modélisés. Bowman [Bowman, 1997] a réalisé ce travail il y a déjà quelques années spécifiquement sur le soudage par électrofusion. Nous avons pu constater que depuis, peu de nouveaux travaux ont été publiés sur ce sujet. On peut classer les différents modèles en plusieurs catégories, notamment en fonction de la dimension du modèle éléments finis (1, 2 ou 3 dimensions) et du nombre de phénomènes physiques modélisés dans le procédé.

Les études autour de la simulation du soudage par électrofusion ont commencé dans les années 80 avec Pitman [Pitman, 1985]. L'évolution de la température au sein des pièces soudées constitue le point central de son étude. Elle est déterminée à l'aide d'un modèle de transfert de chaleur à une dimension (1D). La thermodépendance des paramètres de la matière est prise en considération. Les principales hypothèses dont il a fait le postulat sont :

- La largeur de la zone couverte par le fil chauffant est très grande par rapport à l'épaisseur du tube et de l'accessoire. C'est ce qui lui a permis de se placer dans une configuration unidimensionnelle ;
- La présence de l'espacement entre l'accessoire et le tube n'a pas d'influence sur l'évolution de la température. Le contact est donc considéré parfait ;

- L'énergie délivrée par le fil chauffant est homogène le long du fil.

Ce modèle détermine la distribution de la température dans la direction axiale et néglige le gradient thermique dans les autres directions. La résistance thermique entre les différents corps n'est pas prise en compte, ni l'aspect mécanique (dilatation de la matière, loi de comportement mécanique...). La comparaison avec les mesures expérimentales n'a pas permis de valider le modèle numérique. Il permet tout de même d'avoir un ordre de grandeur de la température maximale qu'on peut atteindre à l'interface entre l'accessoire et le tube et au niveau des surfaces externes.

En s'inspirant de ce modèle, Dufour et Meister [Dufour 1989] ont ajouté les effets de la chaleur latente dans l'équation de la chaleur. Ceci a permis d'obtenir un calcul plus précis de la température au cours du refroidissement.

O'Donoghue et al. [O'Donoghue, 1991] et Kanninen et al. [Kanninen, 1992] ont construit un modèle de soudage thermo-mécanique à 2 dimensions en utilisant le logiciel commercial ABAQUS. Leur modèle thermo-mécanique prend en compte les chaleurs latentes et la dépendance des propriétés thermiques du matériau par rapport à la température. Le PE est considéré comme élastique avec un module d'Young et un coefficient de Poisson dépendants de la température. Ce modèle a permis d'étudier l'influence de l'espacement entre l'accessoire et le tube, sans pour autant être validé avec des mesures expérimentales.

Nakashiba et al. [Nakashiba, 1993] et Nishimura et al. [Nishimura 1994] ont développé un modèle à deux dimensions avec le logiciel éléments finis CASTEM. Ce modèle a permis d'étudier l'influence de la tension appliquée, du temps de chauffage et de la température ambiante sur l'évolution de la température au sein des pièces. Les résultats de l'étude semblent être en bonne adéquation avec les données expérimentales fournies. Cependant, la comparaison n'a pu être réalisée qu'au centre de l'interface entre le tube et l'accessoire. Les hypothèses choisies ne permettent pas en effet de valider l'évolution de la température tout au long de l'interface.

Le modèle de Rosala et al. [Rosala, 1996] semble finalement être le plus complet. Il a été développé à l'aide du logiciel commercial de simulation ABAQUS. L'objectif était

d'étudier l'influence de l'espacement qu'il peut y avoir entre le tube et l'accessoire (*Figure 2-27*). L'accessoire et le tube sont initialement séparés et grâce à la dilatation de la matière ils entrent en contact l'un avec l'autre au cours du soudage. Il prend en compte les deux aspects, thermique et mécanique du soudage.

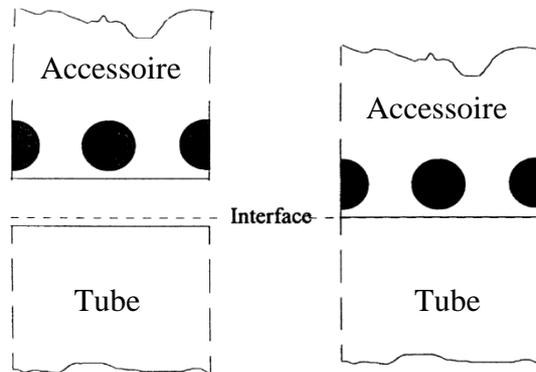


Figure 2-27 : Présentation du modèle de Rosala et al. [Rosala, 1996]

Les principales hypothèses faites pour calculer le déplacement de la matière lié au soudage et la distribution de la température sont les suivantes :

- Le modèle est 2D axisymétrique ;
- Le fil chauffant est considéré fixe.
- La conductivité, la densité et la chaleur spécifique du polymère dépendent de l'évolution de la température au cours du soudage ;
- Les enthalpies de fusion et de cristallisation sont considérées indépendantes de la vitesse de chauffage ou de cristallisation ;
- Le polyéthylène suit une loi d'érouissage élasto-plastique. Le module d'Young et la limite élastique sont considérés comme dépendants de la température dans la phase solide et indépendants de celle-ci dans la phase fondue (Tableau 2-4).
- Pour contourner des problèmes de divergences, les auteurs ont choisi de prendre comme coefficient de dilatation du fil chauffant, celui du PE. Il s'agit d'une hypothèse extrêmement forte.

	25 °C	110 °C	350 °C
Module d'Young	362 MPa	34 MPa	34 MPa
Limite élastique	14 MPa	2,3 MPa	2,3 MPa
Coefficient de Poisson	0,45	0,45	0,45

Tableau 2-4 : Paramètres de la loi de comportement utilisée par Rosala

Ce modèle a permis d'étudier l'influence de l'espacement entre l'accessoire et le tube sur l'évolution de la température à l'interface. Les résultats présentés confirment, comme on pouvait s'en douter, que l'espacement influe grandement sur l'évolution de la température dans la première partie du chauffage (pour des températures inférieures à 75 °C). Une fois la matière suffisamment dilatée, le contact entre les deux corps devient parfait, et l'espacement initial n'intervient plus sur l'évolution de la température.

Fujikake et al. [Fujikake, 1997] ont effectué une simulation similaire pour étudier l'évolution de l'espacement en fonction du temps au cours du chauffage. Le comportement du PE est supposé élastique avec un module d'Young dépendant de la température. Ce modèle thermo-mécanique a permis de calculer l'évolution de la pression et de la température à l'interface en fonction du temps au cours du chauffage. La comparaison des résultats avec l'expérience montre que l'étude reste qualitative, l'accord entre expérience et simulation n'étant qu'approximatif.

Les contraintes simulées par ces modèles sont peu réalistes, la loi de comportement utilisée étant relativement simple. Le modèle ne prend pas en compte la transition entre l'état solide et l'état fondu ni la viscosité de la matière fondue. Du point de vue de la thermique, les résultats sont proches de ceux obtenus au cours des études précédentes (une fois l'influence de l'écart initial devenue négligeable). Les modèles ne renseignent en rien sur la distribution de la température dans le fil chauffant ni à l'interface.

Aucun des modèles présentés ne prend en compte l'influence des cinétiques de cristallisation sur la loi mécanique et sur l'évolution de la température dans le volume de la matière. La même loi de comportement est utilisée quel que soit l'état (solide, fondu et intermédiaire) dans lequel se trouve le polyéthylène. Au mieux, seuls les paramètres de la loi de comportement évoluent.

Hehn [Hehn, 2006] a simulé, quant à lui, le soudage bout-à-bout des tubes en polyéthylène en utilisant le modèle élément finis *Forge@2005*. Pour modéliser la rhéologie de la matière, il a eu recours à deux lois élasto-visco-plastiques, la première pour simuler la matière à l'état solide et la seconde pour la simuler à l'état fondu. Pour simuler la phase de transition, les deux lois de comportement ont été reliées par une loi de mélange, dépendante du taux de cristallinité de la matière. Le modèle proposé met en évidence l'influence de la dilatation thermique sur la formation de la soudure ainsi que le mouvement de la matière au cours du chauffage et du refroidissement.

Les géométries des pièces rencontrées dans l'électrosoudage étant relativement diverses et complexes, la modélisation en 2D ne semble pas suffisante pour rendre compte des phénomènes ayant lieu aux cours du procédé. Parmi les études thermiques proposées, le modèle de Rosala reste le plus abouti avec la prise en compte des conditions aux limites et des propriétés thermiques du PE. Le modèle mécanique proposé par Hehn et appliqué au soudage bout-à-bout, est néanmoins plus proche de la réalité que celui de Rosala.

2.5 Conclusion

Le soudage est un processus complexe, qui fait intervenir de nombreux facteurs. Il faut nécessairement faire un choix entre ceux qui sont indispensables pour une modélisation fiable et ceux que l'on peut négliger afin de diminuer la complexité et le temps de calcul.

Pour la suite de notre étude et de façon à dépasser les limites des modèles numériques actuels, nous avons fait le choix d'une modélisation en trois dimensions du soudage par électrofusion.

Ce chapitre nous a permis d'identifier les principaux phénomènes physiques qui interviennent lors du soudage par électrofusion : les cinétiques de fusion et de cristallisation, la dilatation thermique et l'interdiffusion moléculaire.

L'approche proposée par Nakamura a été retenue pour prédire l'évolution du taux de transformation de la matière au cours du procédé. Les paramètres des modèles ont été identifiés à l'aide d'une campagne expérimentale.

Les propriétés thermiques du PE utilisé ont été sélectionnées dans la littérature et complétées le cas échéant par des essais expérimentaux (conductivité thermique en fonction de la température).

Pour prédire la qualité du soudage en fonction des conditions de soudage, le calcul du taux d'interdiffusion basé sur la loi de reptation est le critère qui semble être le plus riche.

La dilatation de la matière est liée à son volume spécifique qui dépend de la température et de la vitesse de fusion ou de cristallisation. Nous avons fait le choix par la suite d'une loi de mélange pour déterminer le volume spécifique en fonction du taux de transformation.

3.1	Introduction	73
3.2	Description du logiciel Forge®	74
3.2.1	Equations de la mécanique	74
3.2.1.1	Loi de comportement.....	75
3.2.1.2	Conditions aux limites.....	76
3.2.1.3	Formulation variationnelle du problème mécanique.....	77
3.2.2	Equations de la thermique	78
3.2.2.1	Equation de la chaleur	78
3.2.2.2	Conditions aux limites.....	78
3.2.2.3	Forme variationnelle de l'équation de la chaleur	79
3.2.3	Discrétisation spatiale de l'équilibre mécanique et thermique.....	80
3.3	Développements spécifiques pour l'électrosoudage.....	80
3.3.1	Evolution de la phase fondue.....	81
3.3.2	Enthalpies de fusion et de cristallisation	82
3.3.3	Modèle d'interdiffusion.....	83
3.3.4	Loi de comportement mécanique	84
3.3.4.1	Etat fondu	84
3.3.4.2	Etat solide	85
3.3.4.3	Transition solide/fondu.....	85
3.4	Validation des développements	85
3.4.1	Evolution de la phase fondue.....	86
3.4.2	Enthalpie de cristallisation.....	87
3.4.3	Critère d'interdiffusion	88
3.5	Conclusion.....	90

3.1 Introduction

Nous avons vu en introduction que la géométrie des accessoires les plus courants est plutôt tridimensionnelle et relativement complexe. L'enroulement des fils chauffants est par ailleurs non axisymétrique. Il est donc nécessaire de simuler le soudage par électrofusion en trois dimensions.

Précédemment nous avons présenté les phénomènes physiques qu'il est nécessaire de prendre en compte pour simuler au mieux le procédé d'électrofusion : les cinétiques de fusion et de cristallisation, les cinétiques de diffusion et la dilatation thermique.

Ces différents éléments ont fait l'objet de développements numériques dans le logiciel éléments finis Forge® afin de modéliser ce type de soudage.

Dans ce chapitre nous allons tout d'abord décrire le fonctionnement général du modèle, puis nous allons exprimer les différentes équations qu'il a été nécessaire de modifier, de compléter et d'implémenter afin de modéliser le procédé. Une validation des développements sur des géométries relativement simples suivra.

3.2 Description du logiciel Forge®

Forge® est un code de calcul thermomécanique par éléments finis développé par le CEMEF en collaboration avec la société TRANSVALOR. Le logiciel a été historiquement développé dans le cadre de la mise en forme des métaux. Il offre la possibilité de simuler une vaste gamme de procédés, des plus traditionnels (forgeage, matriçage, frappe, ...) aux plus spécifiques (laminage, débouchage, ...). Forge® s'appuie sur une formulation implicite en espace et explicite en temps. Le calcul thermique est réactualisé pour chaque incrément mécanique. Forge utilise des éléments tétraédriques linéaires mixtes de type P1+/P1 où les inconnues sont la vitesse et la pression. Le contact multi domaine est géré par pénalisation. Un remailleur automatique est disponible pour éviter que les éléments ne dégénèrent en cas de grandes déformations. Le comportement des matériaux est pris en compte à travers des lois élastiques, élastoplastiques et élastoviscoplastiques.

Nous avons fait le choix d'utiliser ce modèle éléments finis pour la simulation du soudage par électrofusion car il répond aux principaux besoins identifiés, à savoir : une simulation en trois dimensions (3D), une parallélisation des calculs pour l'accélération des temps de calcul et la possibilité de générer des calculs de taille importante, un couplage thermomécanique et la possibilité d'intégrer des lois de comportements spécifiques.

3.2.1 Equations de la mécanique

Les matériaux utilisés dans le cadre du soudage par électrofusion sont assimilés à un milieu continu, que l'on suppose homogène. Les principes fondamentaux de la mécanique des milieux continus peuvent ainsi être appliqués. L'équation de conservation de la quantité de mouvement qui régit le problème mécanique peut être exprimée par :

$$\nabla \cdot \underline{\underline{\sigma}} + \rho \underline{\underline{g}} = \rho \underline{\underline{\gamma}} \quad \mathbf{3-1}$$

avec $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes, ρ la masse volumique, $\underline{\underline{g}}$ l'accélération de la pesanteur et $\underline{\underline{\gamma}}$ l'accélération.

Dans le cadre du soudage par électrofusion, les effets de gravité et des forces d'inertie seront négligés, l'équation 3-1 s'écrit alors comme suit :

$$\nabla \cdot \underline{\underline{\sigma}} = 0 \quad 3-2$$

3.2.1.1 Loi de comportement

Au cours du chauffage, on passe d'un état solide à un état fondu ; il nous faut donc pouvoir aisément changer de comportement. Une loi de comportement de type thermo-élasto-viscoplastique, qui autorise la transition entre un modèle élasto-plastique (solide) et un modèle visco-plastique (fondu), est utilisée. Le tenseur des vitesses de déformation se décompose en trois termes :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} = \underline{\underline{\dot{\epsilon}}^e} + \underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}} + \underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{th}} \quad 3-3$$

avec $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^e}$, $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}}$ et $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{th}}$ qui sont respectivement les tenseurs de vitesse de déformation élastique, visco-plastique, et thermique.

Le tenseur des vitesses de déformations élastiques est défini par la loi de Hooke et celui de la partie visco-plastique est lié au déviateur des contraintes de von Mises. La partie thermique est, quant à elle, liée au coefficient de dilatation $\alpha_v(T) = -\frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_p$ et à la dérivée de la température par rapport au temps. Dans le cadre de petites déformations, l'ensemble des tenseurs peuvent s'écrire comme suit :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^e} = \frac{1+\nu}{E} \underline{\underline{\dot{\sigma}}} - \frac{\nu}{E} tr(\underline{\underline{\dot{\sigma}}}) I \quad 3-4$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}} = \frac{3\dot{\underline{\underline{\sigma}}}}{2\bar{\underline{\underline{\sigma}}}} s \quad 3-5$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{th}} = \alpha_v \frac{dT}{dt} I \quad 3-6$$

avec E le module de Young, ν le coefficient de Poisson et I le tenseur identité. Dans la partie visco-plastique, \underline{s} , $\dot{\underline{\epsilon}}$ et $\bar{\sigma}$ sont respectivement la partie déviatorique du tenseur des contraintes, la vitesse de déformation généralisé et la contrainte équivalente de von Mises :

$$\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3}tr(\underline{\sigma})I = \underline{\sigma} + pI \quad 3-7$$

$$\dot{\underline{\epsilon}} = \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\underline{\epsilon}}_{ij}^{vp}\dot{\underline{\epsilon}}_{ij}^{vp}} \quad 3-8$$

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2}s_{ij}s_{ij}} \quad 3-9$$

3.2.1.2 Conditions aux limites

Les surfaces sur lesquelles les conditions aux limites mécaniques et thermiques sont appliquées sont présentées sur la *Figure 3-1* qui est une représentation simpliste d'un cas général susceptible d'être rencontré en électrosoudage.

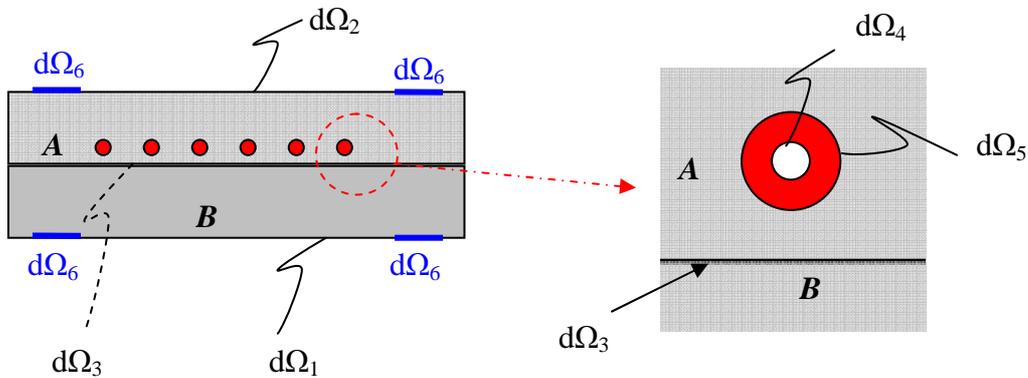


Figure 3-1 : Représentation simpliste des corps qui interviennent dans l'électrosoudage

Avec :

- A, l'accessoire de soudage qui contient le fil chauffant, B, le tube, et en rouge le fil chauffant,

- $d\Omega_1$ et $d\Omega_2$ sont respectivement les surfaces interne du tube et externe de l'accessoire de soudage,
- $d\Omega_3$, l'interface entre l'accessoire chauffant et le tube,
- $d\Omega_4$, la surface interne du fil chauffant,
- $d\Omega_5$, l'interface entre le fil chauffant et le PE,
- $d\Omega_6$, la surface sur laquelle les conditions aux limites en pression ou en vitesse sont appliquées.

Le maintien des deux corps ensemble se fait par l'intermédiaire d'un déplacement nul, ou encore d'une vitesse nulle :

$$\underline{v}(x,t) = 0 \quad (\text{pour } x \in d\Omega_6) \quad \mathbf{3-10}$$

A l'interface entre l'accessoire chauffant et le tube (surface $d\Omega_3$), nous imposons un contact bilatéral collant.

Pour définir la condition aux limites en frottement, une loi de frottement peut être définie. Elle permet de prendre en compte la cission de frottement. Le vecteur de cission de frottement, quant à lui, peut être défini comme suit :

$$\underline{\tau} = \underline{\underline{\sigma}}\underline{n} - (\underline{\underline{\sigma}}\underline{n} \cdot \underline{n})\underline{n} \quad (\text{sur } d\Omega_3) \quad \mathbf{3-11}$$

avec \underline{n} la normale extérieure à la matière.

3.2.1.3 Formulation variationnelle du problème mécanique

Forge® utilise une formulation mixte en vitesse et pression pour résoudre le problème mécanique. La formulation faible des équations d'équilibre et d'incompressibilité de la déformation plastique est décrite ci-dessous :

$$\int_{\Omega} \underline{s} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^* d\Omega - \int_{\Omega} p \nabla \cdot \underline{v}^* d\Omega - \int_{d\Omega} \underline{\tau} \cdot \underline{v}^* dS = 0 \quad \forall \underline{v}^* \quad \mathbf{3-12}$$

$$\int_{\Omega} p^* \nabla \cdot \underline{v}^* d\Omega = 0 \quad \forall p^* \quad \mathbf{3-13}$$

où v^* et p^* sont respectivement les fonctions test virtuelles de vitesse et de pression.

3.2.2 Equations de la thermique

3.2.2.1 Equation de la chaleur

La partie thermique est gouvernée par l'équation de la chaleur qui permet de connaître la température en tout point du matériau et à chaque instant :

$$\rho(T)C_p(T)\frac{dT}{dt} = -\nabla \cdot \underline{q} + \dot{w} \quad \mathbf{3-14}$$

où ρ , C_p et T sont respectivement : la masse volumique, la capacité calorifique et la température. \dot{w} est la source interne de chaleur due à deux phénomènes : la conversion partielle de la puissance mécanique en énergie thermique et l'enthalpie de fusion ou de cristallisation H :

$$\dot{w} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + H \quad \mathbf{3-15}$$

On suppose que le matériau suit la loi de conduction de Fourier, c'est-à-dire que le flux de chaleur est une fonction linéaire du gradient thermique :

$$\underline{q} = -\lambda \cdot \nabla T \quad \mathbf{3-16}$$

où k est la conductivité thermique.

Cette équation nécessite une bonne connaissance des conditions initiales et des conditions aux limites thermiques du domaine pour être résolue.

3.2.2.2 Conditions aux limites

Les conditions aux limites thermiques que l'on peut rencontrer au cours du soudage par électrofusion sont les suivantes :

- Au contact entre le polymère et l'air (surfaces $d\Omega_1$ et $d\Omega_2$), l'échange de chaleur se fait par convection et rayonnement. On utilise donc un coefficient de transfert thermique h_a tel que :

$$-\lambda.\nabla T|_{\partial\Omega_i} \cdot \underline{n} = h_a \cdot (T|_{\partial\Omega_i} - T_{ext}) \quad 3-17$$

où T_{ext} est la température de l'air.

- Entre le fil chauffant et l'accessoire $d\Omega_3$ d'une part et entre l'accessoire chauffant et le tube $d\Omega_5$ d'autre part, on considère une résistance thermique de contact. Elle représente dans ce dernier cas la lame d'air due au jeu entre tube et accessoire. Elle s'exprime de cette façon :

$$-\lambda.\nabla T|_{\partial\Omega_i} \cdot \underline{n} = h_c \cdot (T|_{\partial\Omega_i^+} - T|_{\partial\Omega_i^-}) \quad 3-18$$

où h_c est l'inverse de la résistance thermique de contact, et $T|_{\partial\Omega_i^+}$ et $T|_{\partial\Omega_i^-}$ représentent les températures de part et d'autre du contact.

- Au niveau du fil chauffant $d\Omega_4$ parcouru par un courant électrique délivrant une puissance connue, on impose une densité de flux de chaleur Φ :

$$-\lambda.\nabla T|_{\partial\Omega_4} \cdot \underline{n} = \Phi \quad 3-19$$

3.2.2.3 Forme variationnelle de l'équation de la chaleur

Pour résoudre le problème thermique, par la méthode des éléments finis, l'équation de la chaleur peut s'exprimer, compte-tenu des conditions aux limites ci-dessus, sous une forme variationnelle en utilisant la méthode de Galerkin. La formulation faible du problème thermique consiste à trouver le champ de température T tel que :

$$\begin{aligned} \int_{\Omega} \rho C_p \frac{dT}{dt} T^* d\Omega + \int_{\Omega} k \nabla T \cdot \nabla T^* d\Omega - \int_{\Omega} \dot{w} T^* d\Omega + \int_{\partial\Omega_{3,5}} h_c \cdot (T - T|_{\partial\Omega_i}) \cdot T^* dS_{3,5} \\ + \int_{\partial\Omega_{1,2}} h_a \cdot (T - T_{ext}) \cdot T^* dS_{1,2} + \int_{\partial\Omega_4} \Phi \cdot T^* dS_4 = 0 \end{aligned} \quad 3-20$$

où T^* est une fonction test qui s'annule au niveau des surfaces où la température est imposée.

Les équations thermiques et mécaniques que nous venons de présenter sont couplées par le biais du comportement mécanique qui dépend de la température. De plus, la déformation des matériaux constituant le tube et l'accessoire modifie les conditions de contact, et donc la résistance thermique. La prise en compte du couplage thermomécanique dans Forge® est possible grâce à la résolution locale de l'ensemble des équations d'équilibres par la méthode des éléments finis.

3.2.3 Discrétisation spatiale de l'équilibre mécanique et thermique

Une formulation éléments finis consiste à découper le domaine en petites portions sur lesquelles la solution du problème est calculée. Le domaine est découpé donc en petits éléments triangulaires (en 2D) ou tétraédriques (en 3D). L'ensemble de ces éléments forme un maillage. En 3D, le domaine est discrétisé avec des éléments tétraédriques linéaires $P1+/P1$ où «+» désigne un degré de liberté supplémentaire utilisé pour l'interpolation de la vitesse. La vitesse est donc décomposée en une partie linéaire et une autre qui correspond à l'ajout du degré de liberté qui enrichit l'élément et satisfait les conditions de compatibilités de Brezzi-Babuska [Brezzi, 1991]. La pression et la température sont quant à elles linéaires et continues sur les éléments. Pour plus de détails, on peut se référer à Coupez [Coupez, 1995] et Perchat [Perchat, 2000].

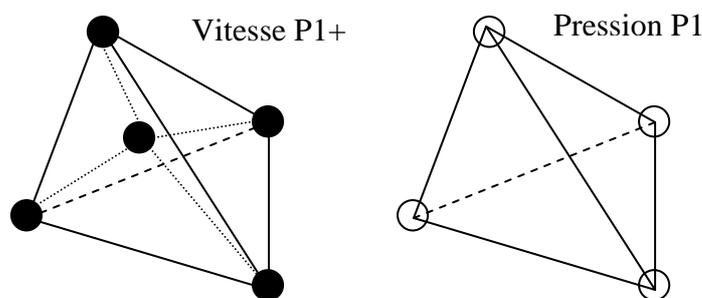


Figure 3-2: Représentation en 3D de l'élément $P1+/P1$

3.3 Développements spécifiques pour l'électrosoudage

Nous avons présenté précédemment les équations développées dans Forge® pour la résolution des problèmes mécaniques et thermiques. Initialement Forge® a été développé pour la mise en forme des métaux. Dans le cadre de la thèse, des

modifications ont été apportées à plusieurs niveaux dans le but de prendre en compte les phénomènes physiques spécifiques au soudage par électrofusion, à savoir :

Pour la thermique :

- Le calcul de l'évolution du taux de transformation dans le polymère au cours du chauffage et du refroidissement.
- La prise en compte des enthalpies de cristallisation et de fusion, dues à la transformation de la matière, à travers la modification de l'équation de transfert de chaleur.
- Le calcul du taux d'interdiffusion de la matière en tout point de l'interface entre deux matériaux.

Pour la mécanique :

- Une loi de comportement a été implémentée. Il s'agit d'une loi de mélange entre deux lois de comportement « solide et fondue ». Les deux lois sont de type élasto-visco-plastique.

Nous présenterons dans un premier temps les différents développements nécessaires à la prise en compte des phénomènes physiques et dans un deuxième temps la validation des développements sur des cas simples.

3.3.1 Evolution de la phase fondue

Le calcul de l'évolution de la phase fondue au cours du chauffage nous renseigne sur l'état physique de la matière (solide, fondue ou en cours de transition). Le taux de phase fondue est déduit du calcul du taux de transformation de la matière (α_f et α_s).

A l'incrément i le taux de transformation $\alpha_f(i)$ est calculé en fonction du taux de phase fondue de l'incrément précédent ($t-dt$) et de la variation du taux de transformation $\frac{d\alpha_f}{dt}$.

$$\alpha_{f(i)} = \alpha_{f(i-1)} + \left. \frac{d\alpha_f}{dt} \right|_{(i)} dt \quad \mathbf{3-21}$$

La présence de non linéarité dans l'équation de la variation du taux de transformation de la matière oblige à une recherche itérative de la solution par une méthode de Newton-Raphson. Nous rappelons ci-dessous les deux variations (eq. 2.17 et 2.14) qui correspondent respectivement à la fusion et à la cristallisation :

- pendant la fusion
$$\frac{d\alpha_f}{dt} = n_f \frac{d(K_f^{1/n_f}(T))}{dT} (1 - \alpha_f) \left[\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_f} \right) \right]^{n_f - 1}$$
- pendant la cristallisation
$$\frac{d\alpha_s}{dt} = -n \frac{d(K_o^{1/n}(T))}{dT} (1 - \alpha_s) \left[\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_s} \right) \right]^{n - 1}$$

$$\text{avec } \alpha_f = 1 - \alpha_s$$

Pour faire les calculs à l'incrément (i), la valeur de $\alpha_{f(i)}$ dépend de sa variation sur le même pas de temps. Elle est donc choisie comme étant la valeur de cette variable au milieu de l'incrément (i) (après une durée égale à $dt/2$) et non pas en fin d'incrément (après une durée égale à dt). Une méthode semi-implicite a été utilisée pour calculer la valeur de ce taux de phase. Elle est approchée de la façon suivante :

$$\alpha_{f(i)} = \alpha_{f(i-1)} + \frac{1}{2} \frac{d\alpha_f}{dt} \Big|_{(i)} \cdot dt \quad \mathbf{3-22}$$

Le pas de temps utilisé pour le calcul du taux de phase fondue n'est pas le même que celui utilisé pour le calcul mécanique et thermique. Les vitesses mises en jeu ne sont pas du même ordre de grandeur. La transition en cristallisation ou en fusion est extrêmement rapide. C'est pourquoi nous avons choisi un pas de temps pour ces calculs de 10^{-4} s à comparer au pas de temps utilisé pour la résolution thermomécanique qui est plutôt de l'ordre de la seconde.

3.3.2 Enthalpies de fusion et de cristallisation

L'équation de chaleur a été modifiée dans Forge® et couplée au calcul cinétique du taux de transformation de la matière afin de prendre en compte l'enthalpie due à la

crystallisation et à la fusion. L'enthalpie H , dépend directement de la variation du taux de transformation de la matière par l'intermédiaire de la relation suivante :

$$H = \rho \Delta H \frac{dX_c}{dt} \quad 3-23$$

avec ΔH qui peut être déduit de l'équation 2-35.

En combinant les deux équations on obtient:

$$H = \rho X_c \frac{dX_c}{dt} \Delta H_c^{100\%} \quad 3-24$$

L'équation de la chaleur (eq. 3-14) devient alors :

$$\rho(T)C_p(T) \frac{dT}{dt} = -\nabla \bar{q} + \dot{W} + \left(\rho(T)X_c \frac{dX_c}{dt} \Delta H_c^{100\%} \right) \quad 3-25$$

Avec :

$$X_c = (1 - \alpha_f) X_{c\infty} \quad 3-26$$

3.3.3 Modèle d'interdiffusion

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.2.3, dans le cadre du soudage, le taux d'interdiffusion de la matière entre les différents corps est capable de nous renseigner sur l'état de la soudure. Ce critère a été développé et validé par Saint-Royre et al. [Saint-Royre, 1989] dans le cadre du soudage par électrofusion. Nous rappelons que cette loi permet de calculer la profondeur de diffusion de la matière de part et d'autre de l'interface et de remonter à un taux d'interdiffusion A (eq. 2-28). Nous rappelons ci-après cette loi pour mémoire :

$$A = \frac{\langle l_m^2 \rangle}{4D_0} = \int_{t_0}^{t_m} \exp\left(-\frac{E^\#}{RT(t)}\right) \cdot dt$$

Les développements réalisés dans Forge® permettent à présent de déterminer la valeur du paramètre A en tout point.

3.3.4 Loi de comportement mécanique

Le comportement du PE est basé sur les travaux de Hehn [Hehn, 2006]. Deux lois thermodépendantes différentes décrivent les comportements solide et fondu. Une loi de mélange basée sur le taux de transformation modélise la transition entre les deux états.

3.3.4.1 Etat fondu

Dans le cas d'un comportement élasto-visco-plastique, la description des variables liées à la partie plastique de la déformation sont basées sur le critère de von Mises :

- si $\bar{\sigma} = \sigma_0$: déformation plastique
- si $\bar{\sigma} < \sigma_0$: déformation élastique
- si $\bar{\sigma} > \sigma_0$: configuration impossible

avec σ_0 la limite élastique. A l'état fondu, elle s'exprime sous la forme d'une loi puissance en fonction du taux de déformation $\dot{\bar{\epsilon}}$ et de la consistance à l'état fondu $K_f(T)$:

$$\sigma_{0_f} = K_f(T) |\dot{\bar{\epsilon}}|^{m-1} \quad \mathbf{3-27}$$

avec m le terme de sensibilité par rapport à la vitesse de déformation.

Les courbes rhéologiques déterminées par Hehn [Hehn, 2006] sur nos matériaux montrent un plateau newtonien à faible taux de cisaillement, suivi d'un comportement rhéofluidifiant en loi puissance. En soudage par électrofusion, la matière fondue est retenue par des zones solides qui limitent les vitesses d'écoulement. On peut ainsi considérer un comportement newtonien et donc $m=1$.

La consistance K_f varie avec la température selon une loi d'Arrhénius :

$$K_f(T) = K_{0f} * \exp\left(\frac{\beta_f}{T}\right) \quad 3-28$$

avec β_f , le coefficient de thermodépendance.

3.3.4.2 Etat solide

Le comportement de la matière à l'état solide est également supposée élasto-viscoplastique. La limite élastique est définie en fonction de la consistance solide K_s qui dépend de la température.

$$\sigma_{0_s} = K_s(T) \quad 3-29$$

avec

$$K_s(T) = \frac{1}{K_{0s} * \exp(\beta_s * T)} \quad 3-30$$

avec β_s , le coefficient de thermodépendance.

3.3.4.3 Transition solide/fondu

La limite élastique du polymère est fortement liée à l'évolution du taux de phase fondue α_f qui sert de facteur pondérateur entre le comportement solide et le comportement fondu. Une loi de mélange a été utilisée avec une pondération par un polynôme du sixième ordre. La viscosité au cours de la transition s'écrit alors :

$$\sigma_0 = (1 - \alpha_f)^6 \sigma_{0_s} + (1 - (\alpha_f - 1)^6) \sigma_{0_f} \quad 3-31$$

Quand α_f vaut 0, le comportement suit la loi de comportement solide, et quand il vaut 1 le comportement suivi est celui de l'état fondu.

3.4 Validation des développements

Avant de valider nos développements sur des géométries réelles, une première batterie de tests a été réalisée sur des géométries simples pour lesquelles des solutions analytiques existent. Dans ce paragraphe, nous allons passer en revue les résultats

obtenus pour chacun des développements numériques qui ont été réalisés : l'évolution de la phase fondue (taux de transformation), la prise en compte des enthalpies de cristallisation et de fusion et le calcul du paramètre d'interdiffusion.

3.4.1 Evolution de la phase fondue

On considère un cube en polyéthylène, initialement à 250 °C, et refroidi successivement avec trois vitesses constantes : -5, -20 et -40 °C/min. L'évolution du taux de transformation en fonction de la température est calculé numériquement à l'aide de Forge® et comparée aux résultats théoriques donnés par la loi d'Ozawa (eq. 2.6).

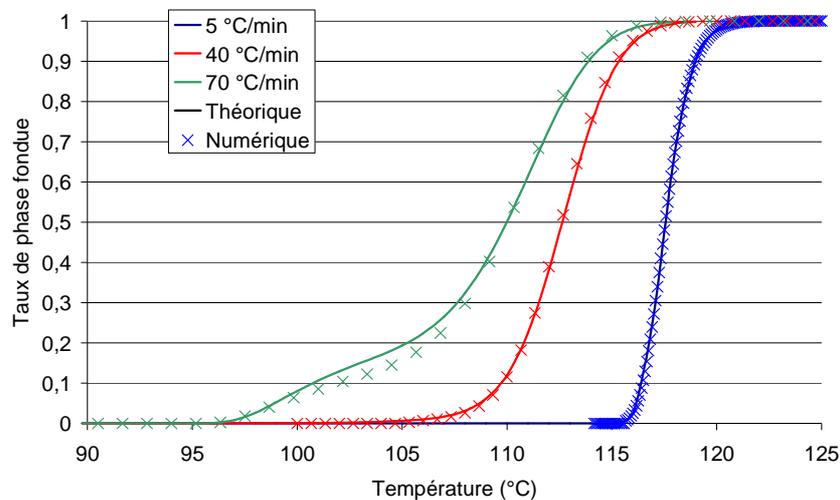


Figure 3-3 : Evolution au cœur du cube du taux de la phase fondue en fonction de la température. Comparaison entre résultats théoriques (traits continus) et calculés (points) pour trois vitesses de refroidissement

Comme on peut le constater sur la Figure 3-3, les évolutions théoriques et numériques obtenues sont extrêmement proches. On peut considérer que le modèle numérique implémenté dans Forge® reproduit correctement le modèle théorique, tout du moins pour des vitesses de refroidissement constantes. Il n'est pas possible d'avoir une comparaison à vitesse de refroidissement quelconque. Le modèle considéré suppose que la température évolue par paliers, la vitesse de refroidissement étant constante pour chacun des paliers. Le modèle est donc validé par palier et sera généralisé pour les vitesses de refroidissement quelconques.

3.4.2 Enthalpie de cristallisation

Pour mettre en évidence l'importance de la prise en compte de l'enthalpie de cristallisation, nous avons comparé des résultats obtenus en prenant ou non en compte cette donnée (*Figure 3-4*). Le cas étudié concernait un cube initialement porté à 200 °C et refroidi à l'air libre, avec un coefficient de transfert thermique de $15 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ jusqu'à atteindre la température ambiante fixée à 23 °C.

Pendant le refroidissement, l'aspect exothermique lié à la cristallisation se traduit par une diminution de la vitesse de refroidissement et par l'apparition d'un plateau sur les courbes de température au cœur du cube (*Figure 3-4*). Le début de la diminution de la vitesse correspond au début du changement de phase. Nous avons également observé ce plateau avec les mesures présentées au premier chapitre.

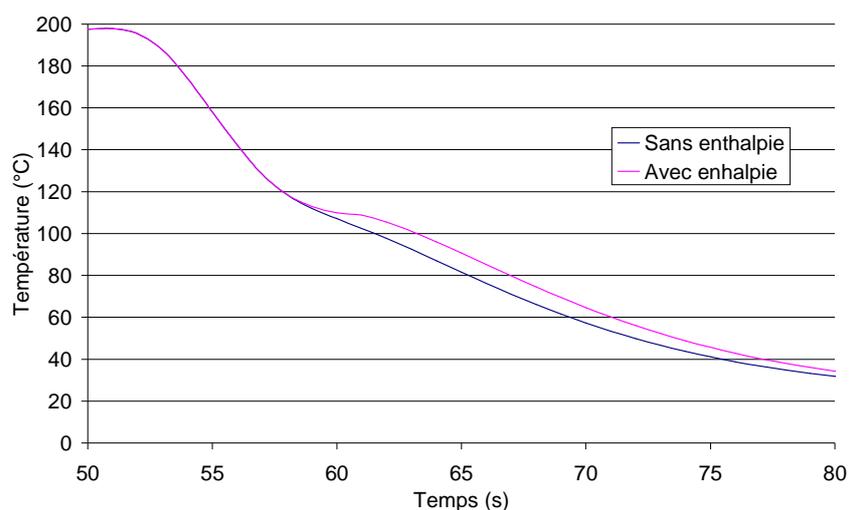


Figure 3-4 : Evolution de la température au cœur du cube en fonction du temps.

Comparaison entre deux calculs, réalisés avec et sans prise en compte de l'enthalpie de cristallisation

On constate que l'enthalpie de cristallisation influe assez fortement sur l'évolution de la température puisqu'on note une différence pouvant atteindre 10 °C selon qu'on la prenne ou non en considération. La rhéologie et le paramètre de dilatation de la matière étant sensibles à la température, il nous semble important de ne pas le négliger lors de la modélisation du procédé d'électrofusion.

3.4.3 Critère d'interdiffusion

Le calcul du paramètre d'interdiffusion est un calcul d'intégrale au cours du temps (eq. 2.28). Ce calcul a été réalisé avec Forge® à partir du champ de température 3D. Pour le valider, nous avons extrait en un nœud l'évolution de la température au cours du temps, et calculé à l'extérieur de Forge l'évolution de ce paramètre.

Nous nous sommes placés dans la configuration de la *Figure 3-5*. Deux plaques (A et B) en polyéthylène sont mises en contact. On impose sur une partie de la surface externe de la plaque A une température de 370 °C pendant 100 secondes. On laisse ensuite les deux plaques refroidir à l'air libre.

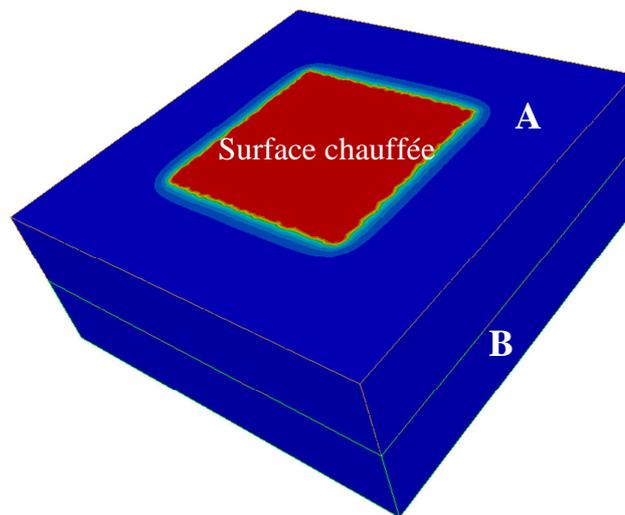


Figure 3-5 : Représentation d'un modèle composé de deux plaques à souder

Nous avons choisi un nœud situé à l'interface entre les deux plaques. Comme on peut le constater sur la *Figure 3-6*, qui montre les évolutions du paramètre d'interdiffusion théorique et calculés par Forge®, en fonction de la température, les valeurs obtenues par les deux méthodes concordent parfaitement. L'écart entre les deux courbes augmente en fin d'interdiffusion mais reste inférieur à 1 % ce qui est tout à fait acceptable. Le tracé de l'évolution de la température sur le même graphe, nous permet de constater que le paramètre A continue d'augmenter y compris lorsque le chauffage est stoppé, pour atteindre un plateau lorsque la température passe sous la barre des 135 °C.

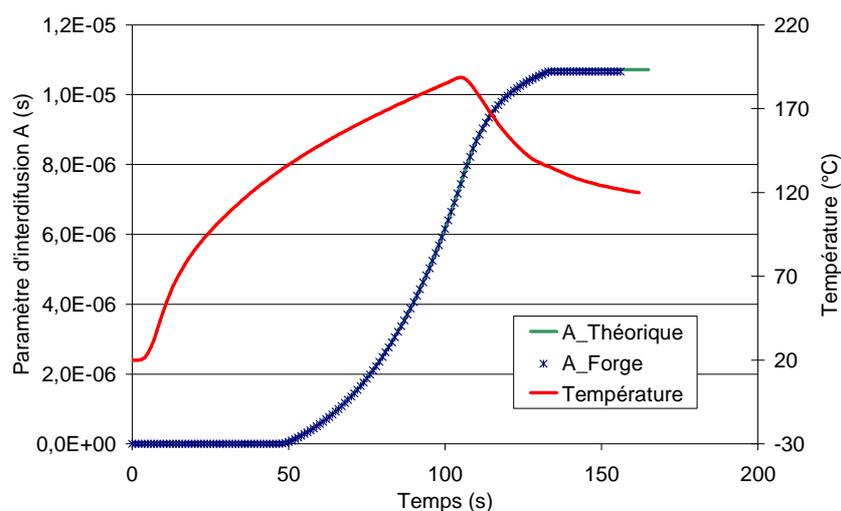


Figure 3-6 : Evolution de la température au centre de l'interface en fonction du temps et du paramètre d'interdiffusion, en un même point. Comparaison entre modèle théorique et Forge®.

Si la *Figure 3-6* montre l'évolution du paramètre d'interdiffusion en un point situé au centre de l'interface, le modèle permet tout à fait de prédire son évolution au cours du temps, en tout point de l'interface. La *Figure 3-7* permet de visualiser l'évolution de la zone « soudée » en fonction du temps, c'est-à-dire pour laquelle le paramètre d'interdiffusion dépasse une valeur critique définie pour l'occasion par l'utilisateur comme étant égale à 10^{-5} s. Dans ce cas, la soudure n'est pas encore atteinte à la fin du chauffage. Le paramètre d'interdiffusion continue de progresser pendant le refroidissement et la soudure apparaît 5 secondes après l'arrêt du chauffage (en rouge sur la *Figure 3-7*).

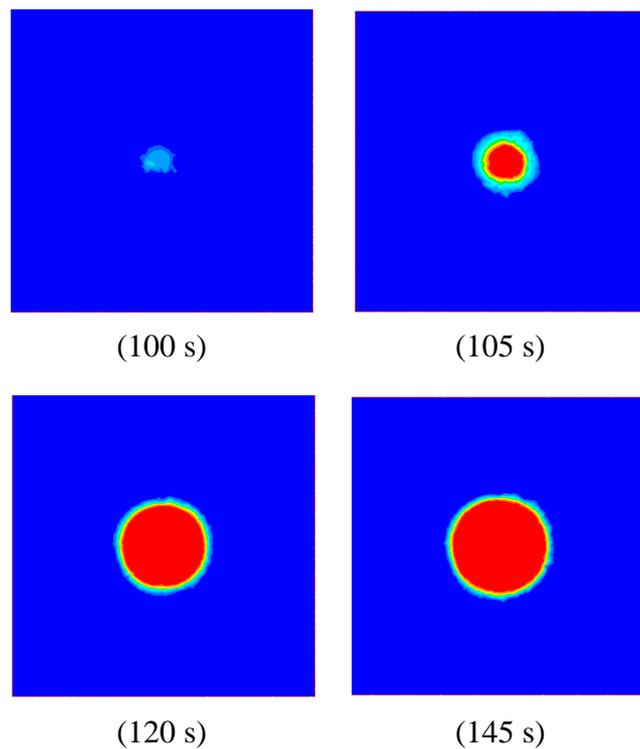


Figure 3-7 : Evolution de la zone bien soudée en fonction du temps

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le logiciel Forge®, développé au laboratoire initialement pour la mise en forme des métaux. Une fois les équations de base présentées, nous avons indiqué les différents développements numériques qu'il a été nécessaire de réaliser pour adapter le modèle éléments finis à la simulation du soudage par électrofusion (évolution de la phase fondue, prise en compte du passage entre état solide et fondu à travers une loi de mélange, puis de l'enthalpie de cristallisation et enfin du critère d'interdiffusion).

Les différents calculs de validation réalisés sur des géométries très simples ont montré un très bon accord entre la simulation et les résultats théoriques.

Il nous faut à présent vérifier la robustesse du modèle sur des géométries plus complexes. C'est ce à quoi le chapitre suivant est dévolu.

4.1	Introduction	93
4.2	Méthodes expérimentales en vue de déterminer la qualité d'une soudure	94
4.2.1	Etude bibliographique	94
4.2.1.1	Essais destructifs	94
4.2.1.2	Contrôle non destructif	101
4.2.2	Méthodes choisies	103
4.3	Validation sur géométrie plane.....	104
4.3.1	Procédures expérimentales	105
4.3.1.1	Fabrication des éprouvettes	105
4.3.1.2	Assemblage et soudage.....	109
4.3.1.3	Essais de pelage	110
4.3.2	Modélisation numérique	110
4.3.2.1	Géométries et discrétisation spatiale du maillage.....	111
4.3.2.2	Application des conditions de chauffage.....	113
4.3.2.3	Conditions aux limites pour simuler la soudure de l'éprouvette	119
4.3.2.4	Etude de sensibilité.....	119
4.3.2.5	Conclusion sur la mise en donnée numérique	124
4.3.3	Confrontation expérimentale/numérique (Thermique).....	125
4.3.3.1	Température.....	125
4.3.3.2	Etat physique de la matière.....	138
4.3.3.3	Faciès de rupture.....	140
4.3.4	Confrontation expérimentale/numérique (Mécanique)	145
4.3.4.1	Mesure expérimentale par VIC 3D.....	146
4.3.4.2	Modèle élasto-visco-plastique	152
4.4	Conclusion	164

4.1 Introduction

Avant d'aborder des géométries complexes réelles comme le manchon ou la selle de raccordement, une étude sur des formes plus simples a été menée. L'objectif est de valider le modèle d'électrofusion développé au chapitre précédent en comparant simulations numériques et résultats expérimentaux sur une géométrie permettant des mesures plus aisées que ne l'autorisent les dispositifs utilisés couramment, tout en cherchant à s'approcher des conditions thermiques réelles.

Ne pouvons nous contenter des méthodes expérimentales disponibles dans la littérature, nous avons, comme nous allons le voir plus loin, notre propre dispositif.

Dans ce chapitre, nous allons dans un premier temps détailler la phase de « conception » des éprouvettes, leur élaboration et comment elles ont été modélisées numériquement. Le processus de validation du modèle numérique consistera dans un premier temps à comparer les résultats numériques en termes d'évolution de température à ceux obtenus expérimentalement à l'aide de ces éprouvettes.

Nous insisterons dans ce paragraphe sur les différentes techniques disponibles pour accéder à des mesures expérimentales de température fiables.

La validation du modèle numérique portera dans un deuxième temps sur le taux de transformation de la matière. Cette phase nécessite de révéler puis de mesurer expérimentalement la surface de la zone affectée par le soudage (zone fondue).

Un essai mécanique à sélectionner parmi ceux disponibles dans la littérature permettra dans un troisième temps de révéler les faciès de rupture, d'observer les modes de rupture et d'établir un lien avec le calcul numérique du paramètre d'interdiffusion.

Enfin, nous nous intéresserons à la mesure des déformations des plaques au cours du soudage. Les résultats seront confrontés à ceux prédits par le modèle thermomécanique.

4.2 Méthodes expérimentales en vue de déterminer la qualité d'une soudure

4.2.1 Etude bibliographique

De nombreux auteurs ont tenté de trouver une méthode expérimentale fiable pour caractériser la qualité d'une soudure en fonction des paramètres d'entrée.

Les techniques expérimentales se répartissent en deux familles : les essais destructifs et les essais non destructifs. Nous allons les passer en revue dans la suite de ce document.

4.2.1.1 Essais destructifs

4.2.1.1.1 Essais mécaniques

Usclat [Usclat, 1985], Chevrand et al. [Chevrand, 1986], Federspiel et al., [Federspiel, 1987] et Dufour et Meister [Dufour, 1989] ont développé un essai de traction sur des éprouvettes de type « Pied d'éléphant » (*Figure 4-1*). Le montage est composé de deux éprouvettes de formes identiques dont une comporte un fil chauffant. L'objectif de cette étude est de déterminer l'influence des paramètres tels que la tension et l'intensité du courant appliqué, le temps de soudage et le jeu à l'interface grâce à des mesures de la température, de la pression à l'interface, de l'étendue de la zone fondue et de l'énergie nécessaire au pelage. L'utilisation d'éprouvettes relativement simples a permis de maîtriser et de mesurer les forces et les déplacements pendant le soudage au moyen d'une machine de traction.

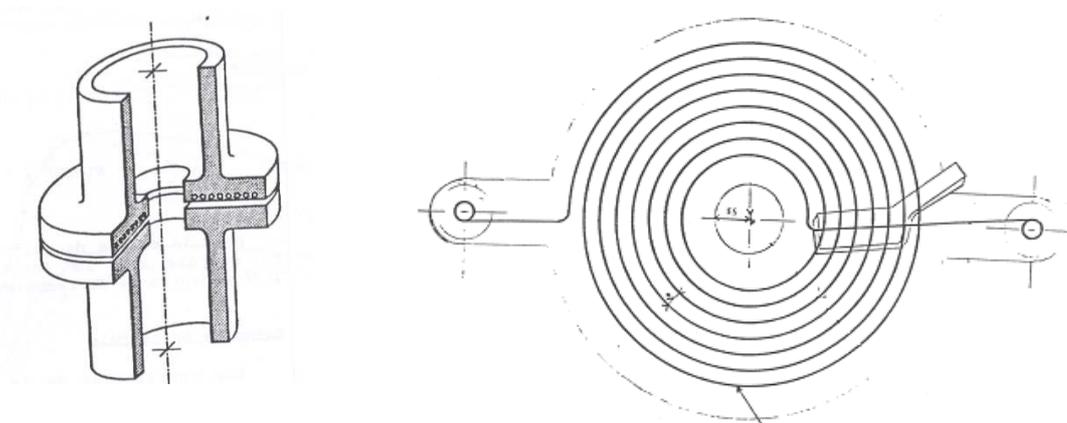


Figure 4-1 : Schéma de l'éprouvette « Pied d'éléphant » pour étudier l'électrosoudage [Usclat, 1985]

Les éprouvettes sont placées entre les mors d'une machine de traction. Pendant les phases de soudage et de refroidissement, d'éventuelles forces dues à la dilatation sont enregistrées. Après soudage et refroidissement, une vitesse de traction constante est appliquée à l'éprouvette, la force maximale (avant la rupture) enregistrée et les modes et les faciès de rupture ont été observés.

Des mesures de la température à l'interface ont permis de remonter au taux d'interdiffusion et donc de créer un lien entre la qualité du soudage et le taux d'interdiffusion. Par contre cet essai n'a pas permis de quantifier un taux de diffusion critique au-delà duquel le soudage est correct.

D'autres études ont été menées par Saint-Royre et al. [Saint-Royre, 1989] pour combler ce manque et tenter de déterminer les conditions optimales en température et temps de chauffage et d'obtenir le taux d'interdiffusion à atteindre pour assurer un bon soudage. Pour cela, deux plaques fines (entre 0,36 et 0,38 mm) de PE ont été soudées à l'aide d'une cellule chauffante par lumière infrarouge (*Figure 4-2*). Un essai de pelage de type « T-Peel test » à 80 °C a été effectué avec une force de traction de 2100 N. La soudure était considérée comme efficace si elle résistait à la rupture pendant 1000 minutes.

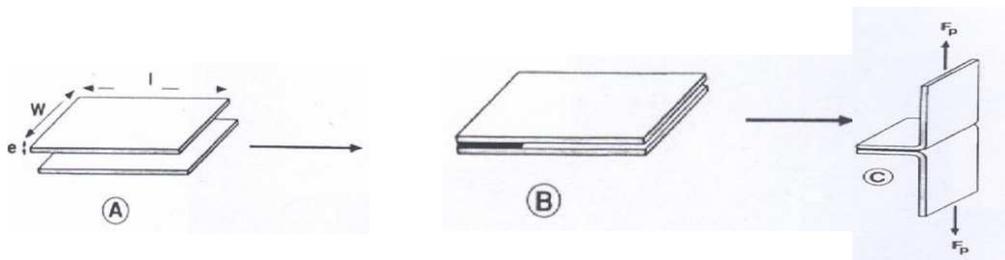


Figure 4-2 : Méthodologie de l'essai : (A) Géométrie de la plaque de PE. (B) phase de chauffage : la zone soudée représente 1/3 de la surface totale. (C) Mécanisme de séparation : essai T-Peel à 80° avec une force F_p constante [Saint-Royre, 1989]

L'essai de pelage a permis de définir un critère en relation avec la qualité du soudage. Avec ce critère il est possible de déterminer les températures minimales T_m à atteindre pour avoir un bon soudage, pour des vitesses de chauffage comprises entre 20 et 400 °C/min. La *Figure 4-3* montre l'évolution de cette température minimale T_m , en fonction de la vitesse de chauffage (dT/dt).

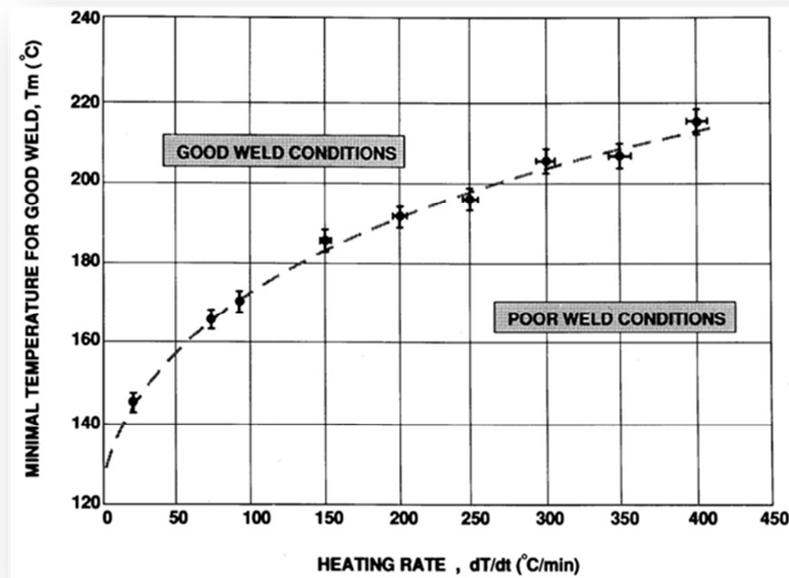


Figure 4-3 : Evolution de la température minimale de soudage en fonction de la vitesse de chauffage [Saint-Royre, 1989]

L'analyse des résultats, basée sur le concept d'adhésion par interdiffusion macromoléculaire, présenté au chapitre 2, a permis de définir un taux d'interdiffusion nécessaire pour avoir un bon soudage (P_C) en intégrant les données expérimentales dans l'équation 2.30.

Toujours dans le but de déterminer un critère de bon soudage, Nishimura et al. [Nishimura, 1989] ont travaillé sur un autre type d'éprouvette (Figure 4-4). Une plaque rectangulaire est soudée à une autre plaque qui enferme le fil chauffant. Une traction verticale est appliquée à la plaque supérieure, dans un essai s'apparentant à un essai de pelage. Ils ont étudié l'influence de l'énergie appliquée au système sur la résistance de la soudure et sur les faciès de rupture. Ils ont montré que pour une énergie donnée (c'est-à-dire la puissance appliquée fois le temps de chauffage), la résistance de la soudure reste la même. Ils ont également mis en évidence que pour des temps de chauffage très longs, le matériau tend à se dégrader. La résistance de la soudure dépend fortement de la température maximale atteinte à l'interface, la température optimale n'étant pas forcément la plus élevée, du fait d'éventuelles dégradations.

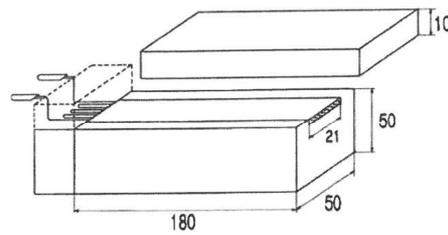


Figure 4-4 : Eprouvettes utilisées pour le soudage par électrofusion [Nishimura, 1989]

Pour ce qui est des faciès de ruptures, ils en ont déduit qu'une fracture à l'interface (Figure 4-5 b) reflétait un mauvais soudage, tandis qu'une fracture dans le plan du fil (Figure 4-5 d) impliquait au contraire une qualité satisfaisante [Shi, 2012] (Figure 4-5).

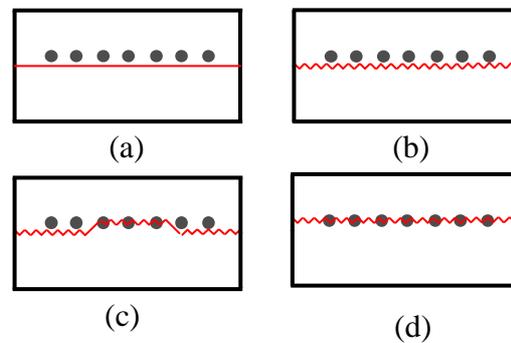


Figure 4-5 : Présentation des différents faciès de rupture. a) état initial avant le soudage. b) fracture à l'interface. c) fracture partielle. d) Fracture dans le plan du fil chauffant

Ces différents modes de rupture sont répertoriés au niveau normatif [ISO 13956]. La figure ci-après montre un exemple, issu de cette norme, de faciès de rupture après arrachement d'un accessoire de soudage. C'est un cas de soudage partiel. La norme définit également deux modes de rupture, à savoir ductile ou fragile, en fonction du faciès de rupture observé.

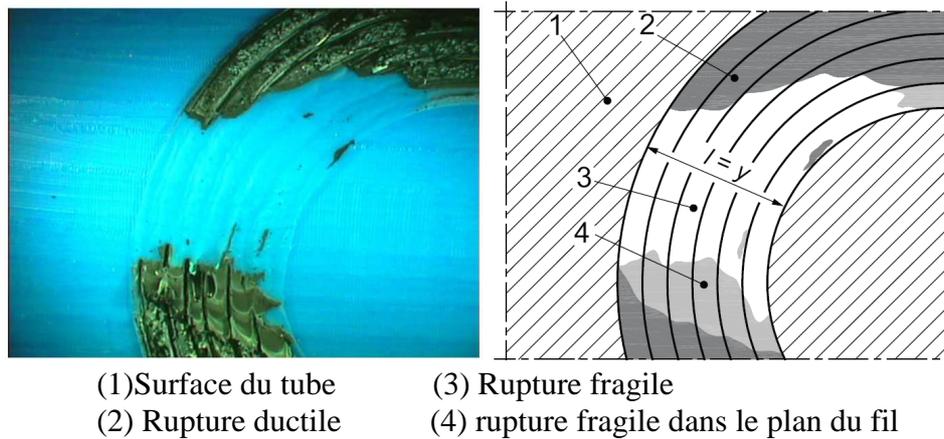


Figure 4-6 : Différents modes de rupture présentés par la norme ISO 13956

Marshall et Cosgrove [Marshall, 1991] ont utilisé une approche expérimentale pour visualiser l'influence du temps de fusion sur la qualité du soudage. Ils ont travaillé sur un ensemble soudé avec un tube de 180 mm de diamètre externe. Des échantillons en forme de poutre doubles de type « cantilever » ont été prélevés dans cet assemblage en vue de réaliser des tests d'arrachement (Figure 4-7).

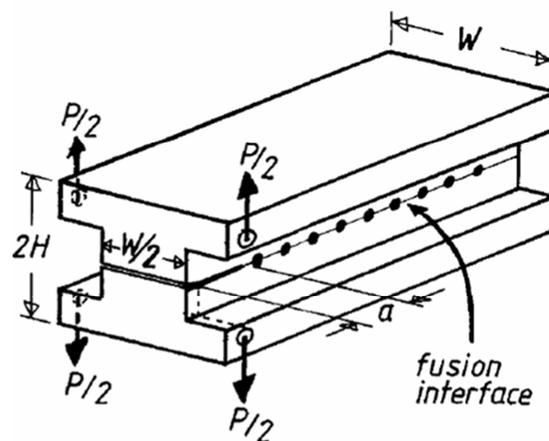


Figure 4-7 : Essais d'arrachement sur éprouvettes de type « Cantiliver » [Marshall, 1991]

À partir de la force P_{max} obtenue à la rupture, un paramètre de ténacité à la rupture K_C était mesuré :

$$K_c = \frac{P_{\max} \cdot a}{W \cdot H^{3/2} \left[3.46 + 2.38 \frac{H}{a} \right]} \quad 4-1$$

où W et H correspondent respectivement à la largeur et à l'épaisseur de l'échantillon, et a à la distance de rupture entre l'extrémité de l'éprouvette et la position du premier fil où va s'amorcer la rupture (voir *Figure 4-7*). L'évolution du paramètre K_C en fonction du temps de chauffage indique la présence d'un temps d'incubation, à partir duquel K_C augmente brusquement avant d'atteindre un plateau pour des temps de chauffage élevés. Une étude similaire menée par Bowman et al. [Bowman, 1992] montre aussi la présence d'un plateau à partir duquel la force maximale à la rupture n'évolue plus.

Si ces deux études renseignent sur l'état de la soudure dans les zones où les éprouvettes ont été prélevées, elles ne permettent pas d'avoir une idée quant à la forme ou la taille de la zone soudée.

La norme ISO 13956 introduite précédemment a été mise à jour en 2010, en intégrant une configuration de pelage aux côtés des deux configurations de traction pré-existantes [ISO 13956].

Les configurations en traction consistent à appliquer une traction symétrique de part et d'autre de l'accessoire, le tube ou l'accessoire étant fixé selon la configuration choisie (*Figure 4-8*). Cet essai se rapproche de celui effectué sur les éprouvettes de type « pied d'éléphant » présenté plus haut. La rupture intervient brutalement sur toute la surface ou conduit à l'arrachement du tube lui-même. Ces deux configurations en traction ne permettent pas toujours de révéler des zones localement mal soudées.

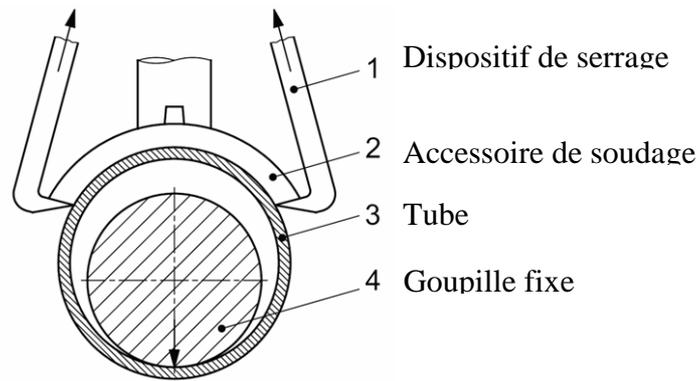


Figure 4-8 : Dispositif d'arrachement de l'accessoire de soudage [ISO 13956]

La configuration de pelage consiste à introduire dans le tube une frette libre en rotation, et à désolidariser l'accessoire du tube en le maintenant par des mors d'un seul côté (Figure 4-9). Cette configuration rejoint l'essai de pelage traditionnel et permet contrairement au cas précédent de révéler l'interface de soudage progressivement.

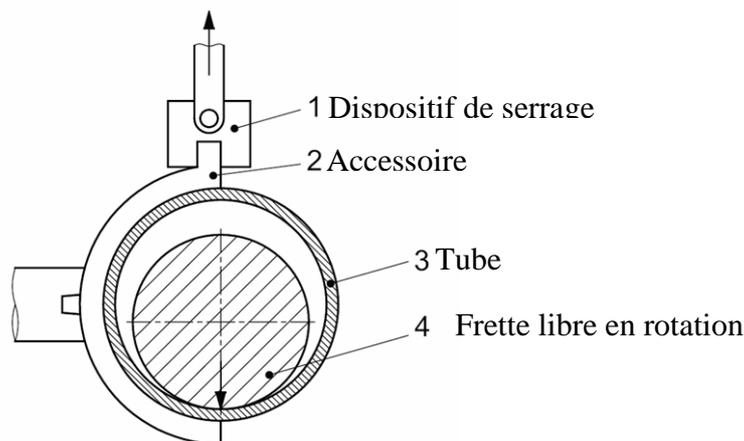


Figure 4-9 : Dispositif de pelage de l'accessoire de soudage [ISO 13956]

Dans les deux cas, il est extrêmement difficile de quantifier le taux de matière ayant fondu lors du soudage. D'autres techniques ont dû être proposées.

4.2.1.1.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

Gueugnaut et al. [Gueugnaut, 1988] ont étudié l'histoire thermique de la matière autour de la zone soudée par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR). Cette technique leur a permis de déterminer le taux de cristallinité en fonction de la distance

par rapport à l'interface. Cette technique a mis en évidence la différence de taux de cristallinité qu'il peut y avoir entre le cœur de la zone fondue et ses contours. Ce gradient est favorisé par la vitesse de refroidissement qui varie entre le centre et les bords. Cette technique est néanmoins peu précise au niveau des bords.

4.2.1.1.3 «Sèche-cheveux»

Une autre technique a été proposée par Gueugnaut [Gueugnaut, 1989] pour révéler la zone fondue. Cette technique, connue sous le nom du « sèche cheveux » consiste à révéler la zone ayant fondu lors du soudage par un traitement thermique postérieur au soudage. Les échantillons à étudier sont prélevés en réalisant des coupes perpendiculaires à l'interface de la jonction. Ils sont ensuite portés à une température de l'ordre de 80 °C pendant plus d'une heure. Après refroidissement, on distingue alors deux zones (Figure 4-10). Gueugnaut a montré que la frontière correspondait à la limite de la zone qui a fondu pendant le soudage (Figure 4-10).

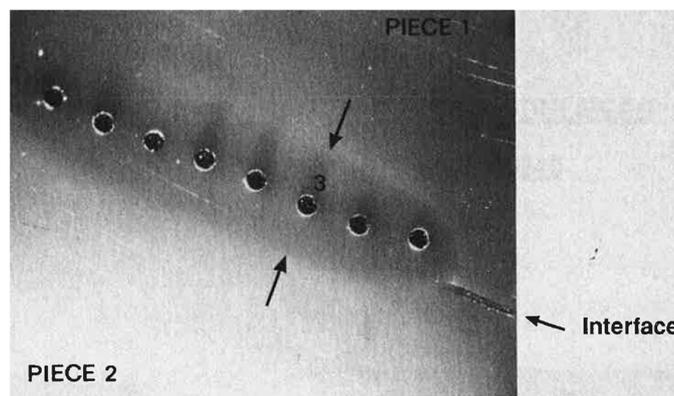


Figure 4-10 : Visualisation de la zone affectée, révélée par la technique du « sèche cheveux » [Gueugnaut, 1989]

Les résultats obtenus par cette technique sont en concordance avec ceux obtenus par la technique FTIR présentée plus haut. Elle a été utilisée avec succès par Nishimura et al. [Nishimura, 1989] et Hehn [Hehn 2006].

4.2.1.2 Contrôle non destructif

Un autre moyen de juger de la qualité d'une soudure est de déterminer la présence ou non de défauts dans celle-ci. La pollution, la surchauffe et une interdiffusion

insuffisante entre les parties à souder peuvent en effet engendrer notamment des cavités sous forme de bulles ainsi que des zones de non soudage. Pour les détecter, certains auteurs ont eu recours au contrôle par ultrasons [Shin, 2004 ; Hekun, 2012 ; Shi, 2012 ; Gueugnaut, 2008-2012-2013]. Cette technique non destructive permet en principe de détecter les défauts aussi bien en surface qu'en volume. Elle permet également de détecter précisément la position des fils chauffants et la frontière entre la zone fondue et la zone froide. Des images obtenues par cette technique sont présentées ci-dessous. Elles mettent en évidence les différents défauts susceptibles d'être rencontrés (*Figure 4-11*).

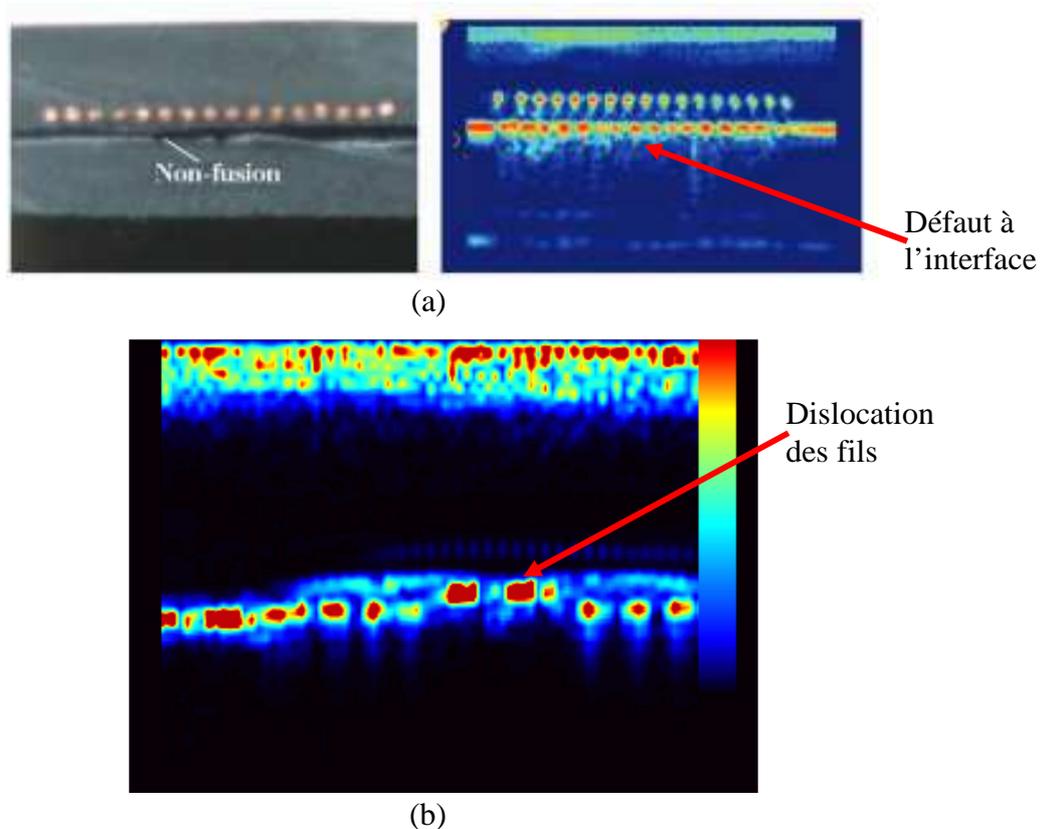


Figure 4-11 : Images obtenues par ultrason dans le cas a) d'un défaut à l'interface [Hekun, 2012] b) d'une dislocation des fils [Shi, 2012].

Une interdiffusion incomplète ne conduit pas nécessairement à une discontinuité physique à l'interface et donc peut ne pas être détectée avec précision par cette technique [Gueugnaut, 2013]. Elle ne permet pas de différencier un soudage (interdiffusion suffisante) d'un « collage » (interdiffusion insuffisante) comme le prouve la *Figure 4-12*.

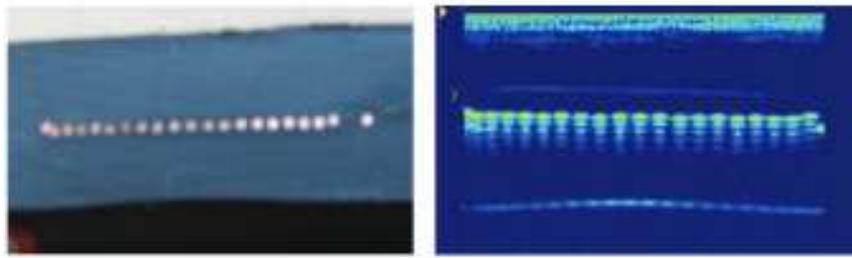


Figure 4-12 Vue d'une coupe d'un soudage incomplet non détecté par ultrason [Hekun, 2012]

4.2.2 Méthodes choisies

Aucune des études expérimentales présentées précédemment ne répond à l'ensemble des besoins de notre étude, à savoir :

- permettre des mesures aisées de l'évolution de la température au sein des éprouvettes au cours d'un soudage par électrofusion et de les comparer à des résultats numériques.
- de corrélérer faciès/modes de rupture et conditions thermiques rencontrées au cours du soudage
- de corrélérer des courbes obtenues à l'aide d'essais mécaniques et qualité d'une soudure.
- indirectement, d'étudier l'influence des conditions de soudage sur la qualité de la soudure.

C'est pourquoi nous nous sommes inspirés des essais normalisés présentés dans le paragraphe ci-dessus (*Figure 4-9*), pour proposer notre propre dispositif expérimental. Nous avons choisi d'utiliser une géométrie plane pour faciliter la mise en œuvre de l'essai et son analyse. Le dispositif que nous avons imaginé se devait de respecter un certain nombre de similitudes avec les pièces réelles et en particulier leur épaisseur, la longueur et le diamètre du fil chauffant, l'écart entre deux boucles de fil chauffant et l'espacement entre le fil chauffant et l'interface.

On mesurera la température à l'aide de thermocouples, et la technique du « sèche-cheveux » sera employée pour évaluer la zone affectée par le soudage. L'état de l'interface sera observé en fin d'essai de pelage pour identifier le mode de rupture pour chaque condition de soudage.

4.3 Validation sur géométrie plane

Le dispositif proposé est constitué (Figure 4-13) d'une plaque chauffante supérieure dans laquelle est immergé un fil chauffant (source de chaleur) et d'une plaque inférieure. Les deux plaques seront soudées ensemble par électrofusion.

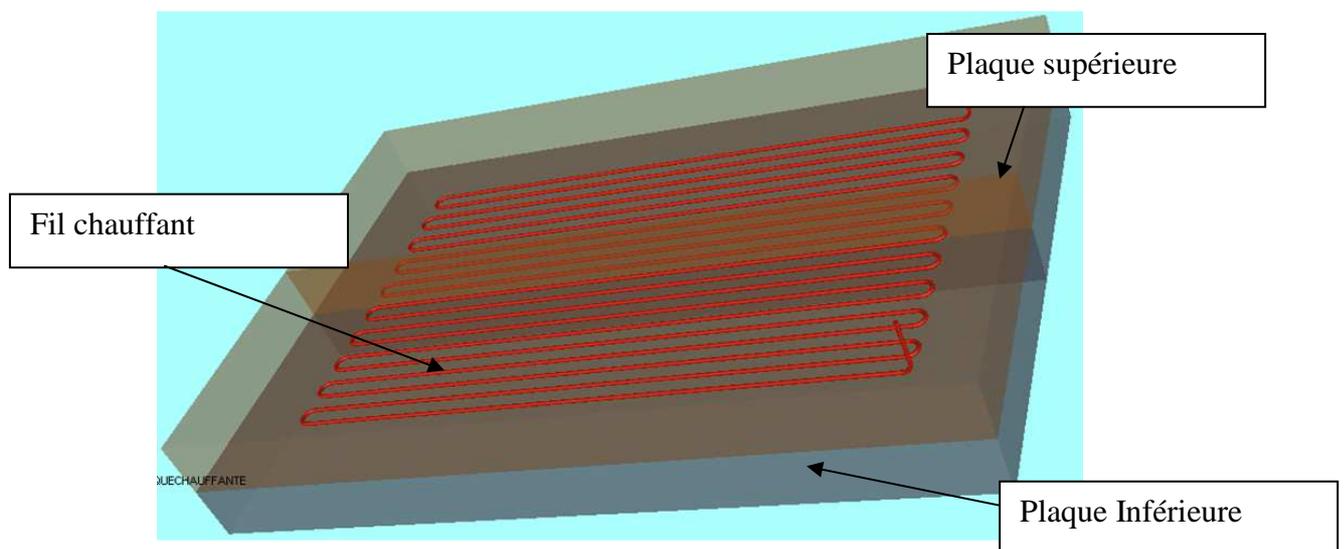


Figure 4-13 : Présentation du dispositif proposé pour la validation des développements numériques (partie couverte par le fil chauffant).

Les données géométriques choisies sont les suivantes :

- Epaisseur des deux plaques : 8 mm (Figure 4-14 c)
- Espacement entre les fils : 2 mm (Figure 4-14 b et d)
- Longueur du fil chauffant : 1,7 m
- Section du fil : 0,52 mm (Figure 4-14 c)
- Distance entre le fil et l'interface : 0,5 mm (Figure 4-14 c)

La longueur des plaques a été choisie de façon à pouvoir contenir une zone couverte par le fil chauffant (73,6 mm) et une autre qui ne sera pas sondée et qui servira à tenir l'éprouvette lors des essais de pelage (81,4 mm) (Figure 4-14 a et c).

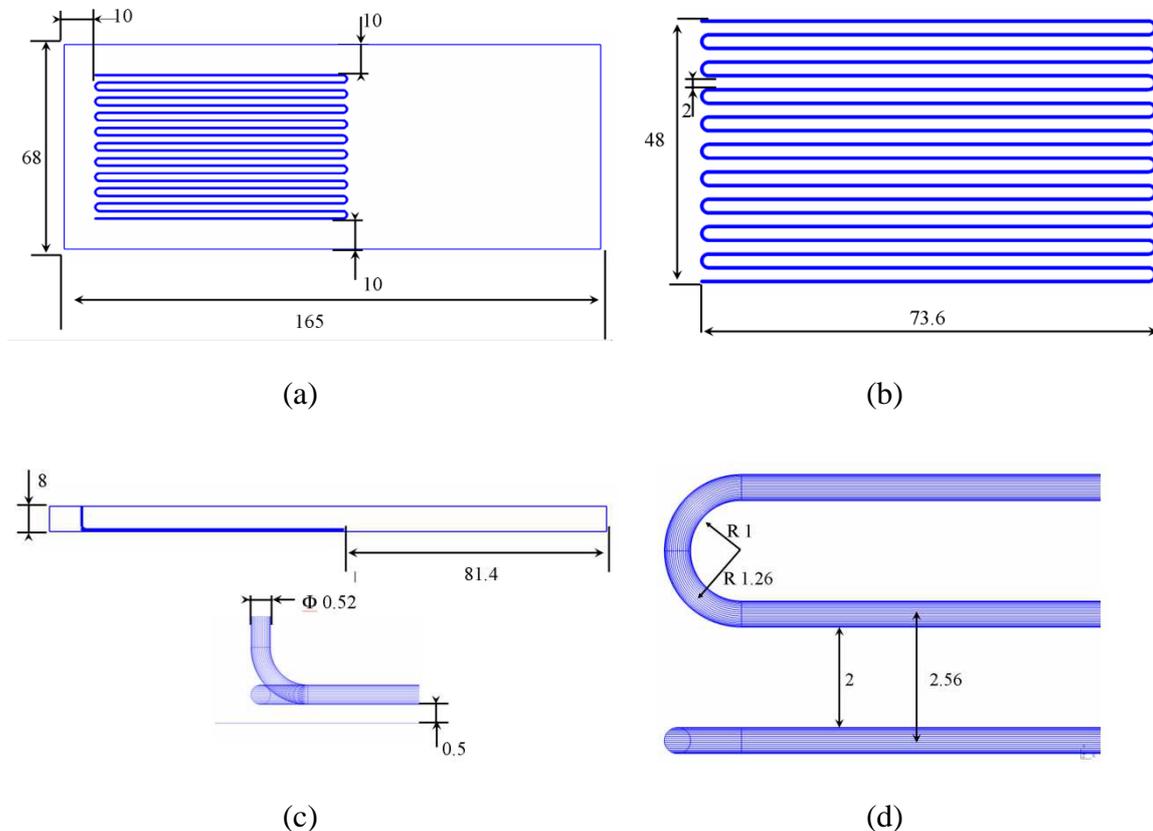


Figure 4-14 : Plan 2D de la plaque chauffante à fabriquer et à modéliser

4.3.1 Procédures expérimentales

4.3.1.1 Fabrication des éprouvettes

4.3.1.1.1 Procéder d'injection

Les plaques ont été réalisées au CEMEF par injection sur une presse DK Codim de 110 tonnes de force de fermeture, avec une unité d'injection de diamètre 32 mm, une pression hydraulique maximale de 200 bar et un facteur de conversion pression hydraulique pression matière de 7,5. La technique employée est identique à celle utilisée pour fabriquer les accessoires électrosoudables. Le polyéthylène est celui qui a été caractérisé au chapitre 3.

Lors de l'injection les granulés sont fondus par apport de chaleur et par cisaillement entre la vis et le fourreau. Le fluide visqueux obtenu est injecté dans une cavité aux dimensions des pièces que l'on souhaite obtenir. La température du moule est régulée pour assurer le refroidissement du polymère, en évitant autant que possible une solidification prématurée.

4.3.1.1.2 Les étapes de fabrication

La fabrication des plaques chauffantes a nécessité plusieurs étapes :

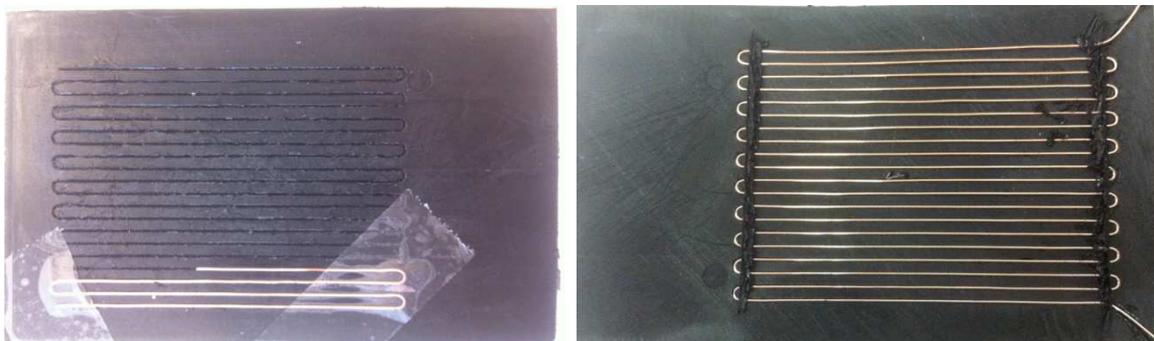
- Injection d'une plaque de 8 mm d'épaisseur, 16,5 cm de long et 6,8 cm de large. Ces plaques joueront le rôle du tube dans les dispositifs industriels. Le volume de la cavité étant supérieur aux capacités d'injection de la machine, nous commençons par une phase appelée intrusion : la vis reculée au maximum (dosage maximal) tourne et extrude pendant une durée fixée le polymère dans le moule. Ensuite, elle se déplace en translation pour la phase d'injection habituelle. Les conditions d'injection sont les suivantes :

Température fourreau (depuis la trémie) (°C)	Température du moule (°C)	Débit (cm ³ /s)	Pression de maintien (bar)	Temps de maintien (s)	Temps de Refroidissement (s)	Temps d'intrusion (s)
245/250/255/ 260/260	55	60	825	99	100	6

- Injection d'une plaque de 1 mm d'épaisseur, et de même dimension que la précédente dans les autres directions. La faible épaisseur de la cavité a constitué une difficulté pour l'injection due à la viscosité très élevée du PE. Cette épaisseur était nécessaire pour respecter la distance de 0,5 mm entre le fil qui sera fixé sur cette plaque et la future interface de soudage, distance moyenne que l'on retrouve dans les accessoires. Nous avons augmenté très fortement la température d'injection, jusqu'à 300 °C, et même dans ces conditions, le remplissage est incomplet. Les conditions d'injection sont les suivantes :

Température fourreau (depuis la trémie) (°C)	Température du moule (°C)	Débit (cm ³ /s)	Pression de maintien (bar)	Temps de maintien (s)	Temps de Refroidissement (s)	Temps d'intrusion (s)
290/295/295/ 300/300	65	120	1050	10	20	0

- Les plaques obtenues ont été rainurées à l'aide d'une fraise (Charly Robot) pour créer l'empreinte dans laquelle le fil chauffant sera logé (*Figure 4-15 a*). Une fraise à tête ronde et de diamètre de 0,55 mm a été utilisée, avec une vitesse de rotation de 8000 tours/min .
- Le fil de cuivre est ensuite préformé dans un moule avant d'être fixé dans l'empreinte par l'intermédiaire de petites soudures (*Figure 4-15 a et b*).



(a)

(b)

Figure 4-15 : a) Nappe chauffante rainurée. b) Fixation du fil chauffant dans l'empreinte à l'aide de deux cordons de soudure

- La nappe chauffante ainsi obtenue a ensuite été surmoulée dans le moule de 8 mm d'épaisseur (*Figure 4-16 a*). L'ensemble représente l'accessoire de soudage. Un passage pour les extrémités du fil chauffant a été prévu de façon à pouvoir le brancher ultérieurement à la machine de soudage. Les conditions d'injection sont les suivantes :

Température fourreau (depuis la trémie) (°C)	Température du moule (°C)	Débit (cm ³ /s)	Pression de maintien (bar)	Temps de maintien (s)	Temps de Refroidissement (s)	Temps d'intrusion (s)
245/250/255/ 260/260	60	60	675	99	480	3

Une fois le surmoulage réalisé, on constate la présence d'une légère courbure des plaques chauffantes (*Figure 4-16 b*). Ceci est dû au fait que le PE est injecté

à 260 °C sur la nappe chauffante qui est à température ambiante. Pendant le refroidissement, le retrait de la matière n'est donc pas homogène. Afin de limiter ce phénomène, le temps refroidissement dans le moule a été allongé.



(a)

(b)

Figure 4-16 : a) Insert utilisé pour l'injection des plaques de 8mm d'épaisseur. b) courbure des plaques observée après refroidissement

Après avoir effectué les premiers surmoulages et obtenu les plaques chauffantes, les dimensions ont été vérifiées en réalisant des coupes à plusieurs endroits. La distance la plus délicate à respecter est celle qui sépare le fil chauffant de la surface interne de la nappe chauffante (0,5 mm). Les observations au microscope attestent que les dimensions ont été respectées avec une précision de l'ordre de $\pm 0,1$ mm.

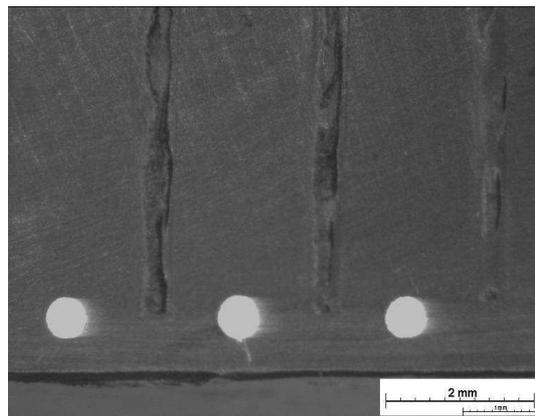


Figure 4-17 : Image d'une coupe de la plaque chauffante obtenue par microscopie optique

4.3.1.2 Assemblage et soudage

Des thermocouples ont été disposés à différents endroits avant la phase de soudage.

Afin d'éviter tout mouvement relatif d'une plaque par rapport à l'autre, et de façon à pouvoir imposer ultérieurement les conditions aux limites réelles d'encastrement lors de la simulation numérique, nous avons eu recours à trois colliers de serrage Rilsan, deux posés à chaque extrémité de la zone couverte par le fil chauffant et le troisième au milieu de cette zone (*Figure 4-18*). Ces colliers sont serrés manuellement au maximum. La reproductibilité n'est donc pas parfaite. Ce dispositif permettra de considérer lors de l'étape de simulation numérique, des conditions d'échange thermique avec l'air par convection sur toute la surface d'échange.



Figure 4-18: Assemblage des plaques par l'intermédiaire de trois colliers Rilsan

Les extrémités du fil chauffant sont reliées à un générateur de courant pour le chauffage du fil par effet Joule pendant un temps donné. On enregistre en continu les valeurs de la tension, de l'intensité et l'on déduit par calcul la résistance électrique du fil. L'évolution de la puissance injectée, en fonction du temps, dans le fil est déduite par la relation suivante : $P(t)=U(t)*I(t)$. Cette dernière servira de condition de chauffage pour le modèle numérique.

4.3.1.3 Essais de pelage

Parmi les différentes méthodes proposées dans la littérature et présentées préalablement pour déterminer les caractéristiques de la soudure, nous avons choisi un essai s'apparentant au pelage.

Le montage consiste à visser deux charnières sur les plaques supérieure et inférieure à l'aide de trois vis (*Figure 4-19*). Un papier rugueux a été placé entre les charnières et les plaques de façon à limiter d'éventuels glissements. L'écartement des deux plaques pour disposer les écrous est suffisamment faible pour ne pas entraîner de rupture au niveau de la soudure.

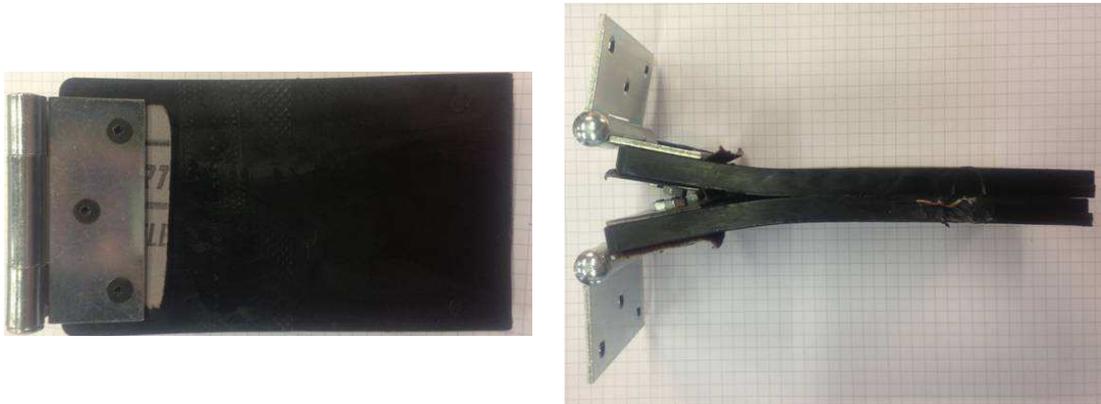


Figure 4-19 : Assemblage des plaques avec les charnières dans le but d'effectuer les essais de pelage

Les charnières sont reliées aux mors d'une machine de traction. Un déplacement jusqu'à la rupture avec une vitesse de traction de 20 mm/min a été imposé. La vitesse de traction a été choisie suffisamment élevée pour éviter les effets du fluage.

4.3.2 Modélisation numérique

La mise en données du modèle du soudage a été effectuée directement dans le logiciel Forge®.

Deux versions de Forge® existent, en deux dimensions et trois dimensions. Bien que la géométrie soit plane, les phénomènes physiques qui interviennent dans le soudage restent en 3 dimensions. C'est pourquoi la version 3D de Forge® a été choisie.

4.3.2.1 Géométries et discrétisation spatiale du maillage

La géométrie des plaques a été réalisée avec le logiciel Gmsh® qui permet d'avoir un maillage fin et conforme (coïncident) entre les différents corps. Dans un premier temps, nous avons modélisé la plaque chauffante et la plaque inférieure. Pour modéliser la présence du fil chauffant, un trou a été réalisé dans la plaque chauffante en suivant la forme de l'enroulement du fil chauffant.

La plaque fait 16,5 cm de longueur alors que la partie couverte par le fil chauffant est de l'ordre de 7 cm (*Figure 4-14*). Pour limiter le temps de calcul, la partie non affectée par le soudage n'a pas été modélisée. La géométrie de l'assemblage est symétrique. Nous avons ainsi pu nous contenter de ne modéliser que la moitié de la zone utile (*Figure 4-20*).

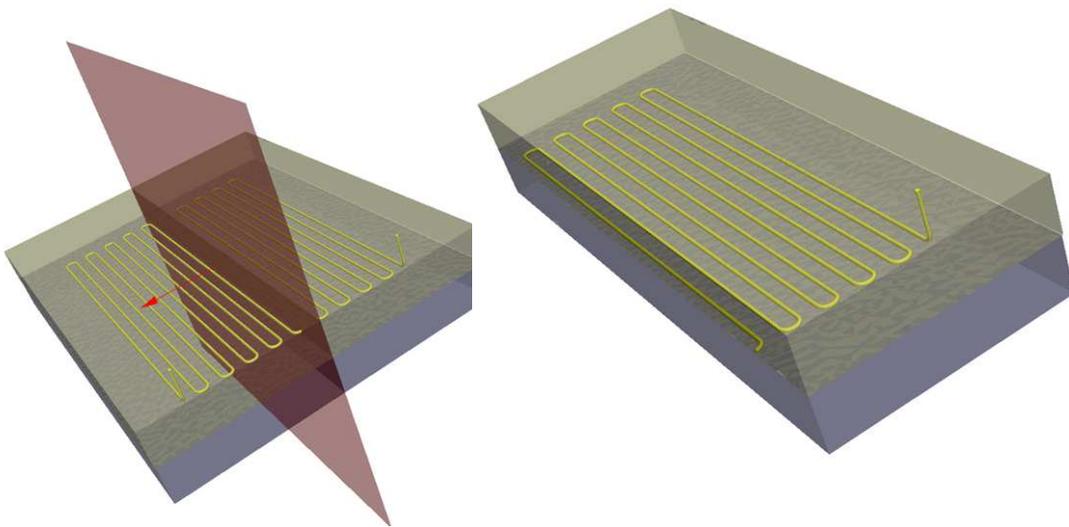


Figure 4-20 : Modélisation de l'assemblage (plaque supérieure et plaque inférieure)

Dans un deuxième temps, nous avons cherché à modéliser le fil chauffant. Son diamètre (0,52 mm) est extrêmement faible par rapport à sa longueur (1,70 m) ce qui implique un maillage extrêmement fin au niveau de sa surface. Pour réduire le nombre d'éléments tout en conservant une précision suffisante au niveau du calcul, nous avons eu recours à un maillage anisotrope, qui consiste à étirer les éléments dans la direction de l'axe principale du fil chauffant (fibre neutre) (*Figure 4-21*). La surface externe du fil

chauffant a été construite à l'aide d'éléments triangulaire anisotropes qui a servi de base à la construction du maillage volumique (tétraèdres) des pièces.

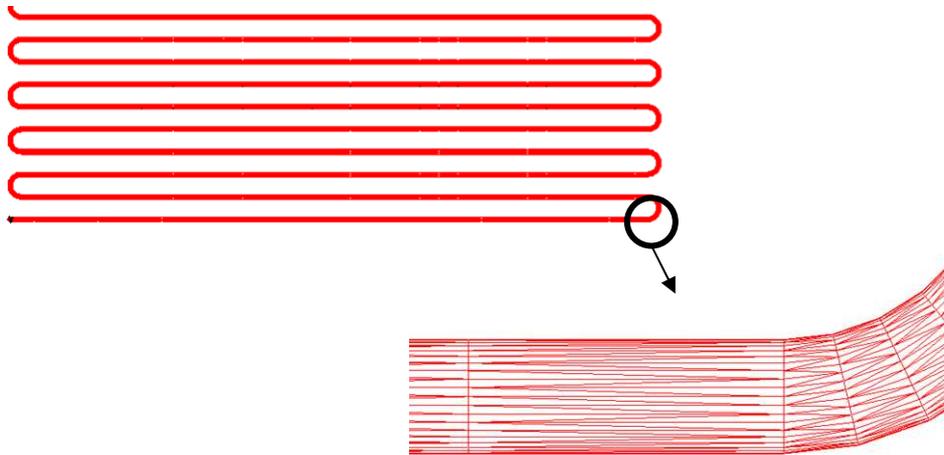


Figure 4-21: Maillage anisotrope étiré dans la direction du fil chauffant

Afin de calculer avec précision les gradients de température fortement orientés, le remailleur MTC développé au CEMEF a été utilisé dans un second temps de façon à obtenir un maillage anisotrope optimisé dans le volume autour du fil chauffant (raffiné autour du fil chauffant et grossier au niveau des surfaces externes) (*Figure 4-22*). La même procédure a été utilisée pour mailler la plaque inférieure avec des éléments fins dans l'épaisseur et grossiers dans les autres directions (*Figure 4-23*). Ceci a l'avantage de reproduire correctement les interfaces entre les différents sous-domaines, tout en assurant des transitions thermiques relativement précises, avec un nombre acceptable d'éléments. La plaque chauffante, le fil chauffant, et la plaque inférieure sont discrétisés respectivement avec 767900, 26500 et 628500 éléments.

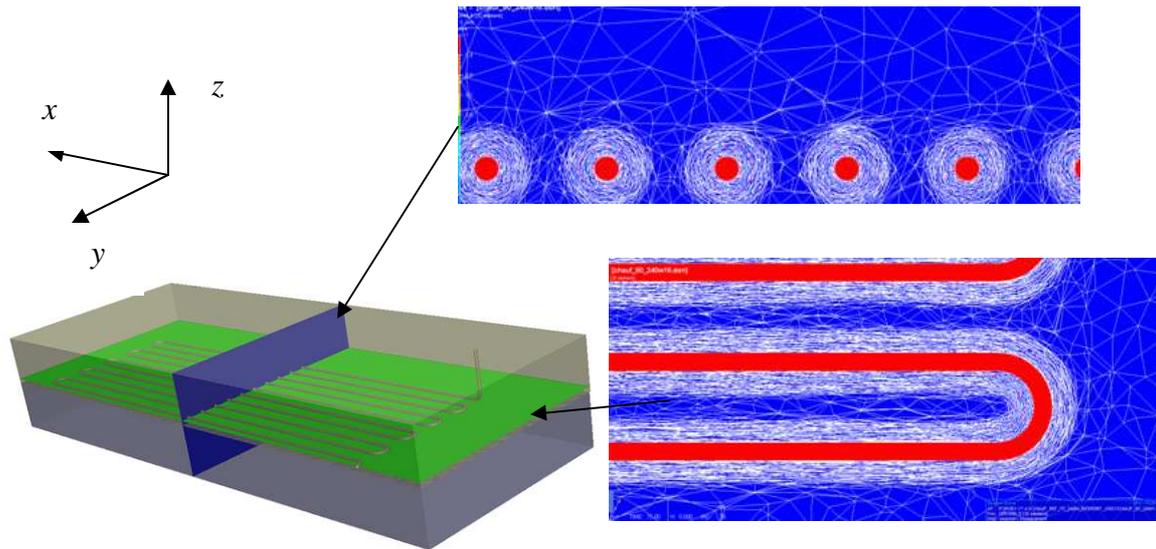


Figure 4-22 : Maillage volumique anisotrope autour du fil chauffant

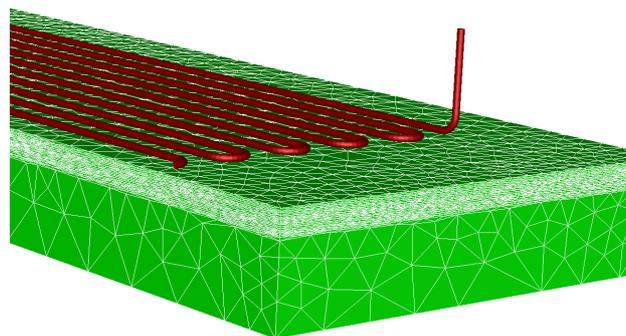


Figure 4-23 : Maillage anisotrope de la plaque raffiné dans la direction de l'axe z

4.3.2.2 Application des conditions de chauffage

La question à laquelle, nous avons été rapidement confronté a été de savoir comment estimer ou mesurer la température du fil expérimentalement d'une part et comment l'imposer au modèle numérique d'autre part.

Il existe a priori plusieurs façons d'envisager cette étape. Nous allons les passer en revue l'une après l'autre.

4.3.2.2.1 Densité de flux imposée

La première possibilité que nous avons envisagée a été de ne pas modéliser le fil chauffant lui-même et d'appliquer une densité de flux équivalente à une puissance de

240 W pendant un temps de chauffage de 80 s sur le trou qui lui correspond (*Figure 4-24*).

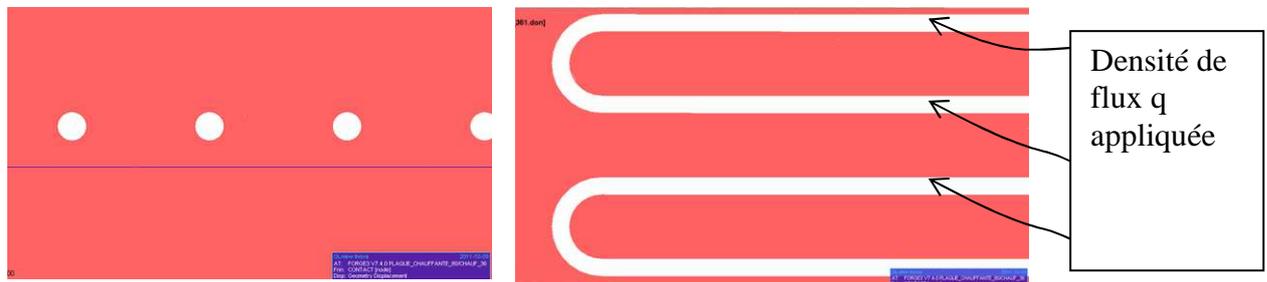


Figure 4-24: Deux coupes montrant comment la densité de flux est appliquée dans le modèle

La *Figure 4-25* représente la répartition de la température dans le plan qui traverse les fils chauffants à la fin du chauffage. La figure de droite correspond à un agrandissement de la zone où les fils sont coudés.

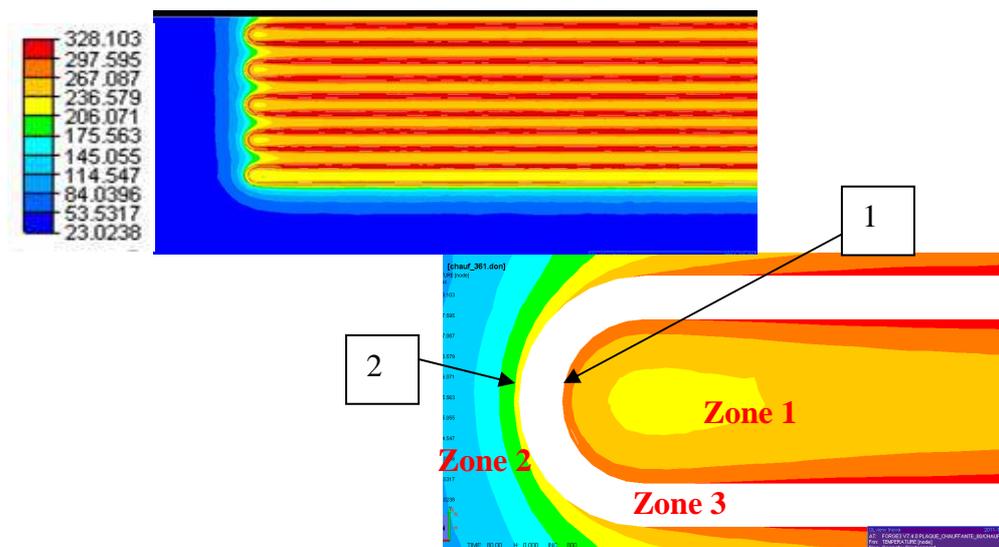


Figure 4-25 Carte de température dans le plan traversant le fil chauffant (après 80 s de chauffage)

On note à l'intérieur des coudes la présence de zones relativement froides (en jaune, environ 220 °C) alors que la température de la surface du trou (qui matérialise la présence du fil) est d'environ 300 °C.

La *Figure 4-26* représente l'évolution de température aux points 1 et 2 indiqués sur la figure précédente et situés à la surface du trou.

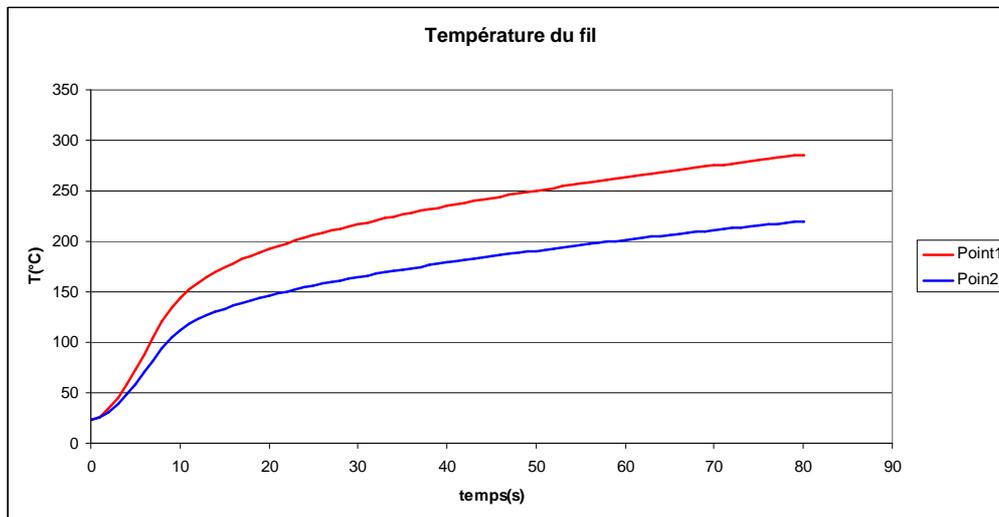


Figure 4-26 : Profil de la température en deux points situés de part et d'autre du trou matérialisant le fil

La différence de température entre ces deux points de mesures est très élevée (plus de 65 °C de différence à la fin du chauffage). Le fil ayant une conductivité 100 fois supérieure à celle du PE, sa température devrait être homogène dans une section. Le résultat précédent semble donc peu réaliste.

Les zones 1 et 2 présentées dans la *Figure 4-25* correspondent au polyéthylène dans lequel le calcul thermique est effectué. La zone 3, quant à elle, n'a pas été maillée et se comporte donc comme un isolant.

Dans la zone 2 la chaleur se diffuse sur un grand volume, au contraire de la zone 1. Aucun transfert de chaleur n'a lieu entre les zones 1 et 2 du fait de l'absence de maillage. Ceci entraîne une température plus élevée au point 1 (au voisinage du fil) qui ne peut diffuser vers la zone 2, par conséquent plus froide.

L'option de faire abstraction du fil chauffant et d'appliquer une densité de flux sur sa surface n'est donc pas satisfaisante. Nous avons donc modifié notre stratégie en choisissant de modéliser dans un deuxième temps le fil chauffant lui-même.

Cependant, une condition aux limites en flux nécessite la présence d'une surface libre. Nous avons par conséquent dû percer un trou au centre du fil comme indiqué sur la figure suivante (*Figure 4-27*). La densité de flux sera appliquée au centre du fil chauffant.

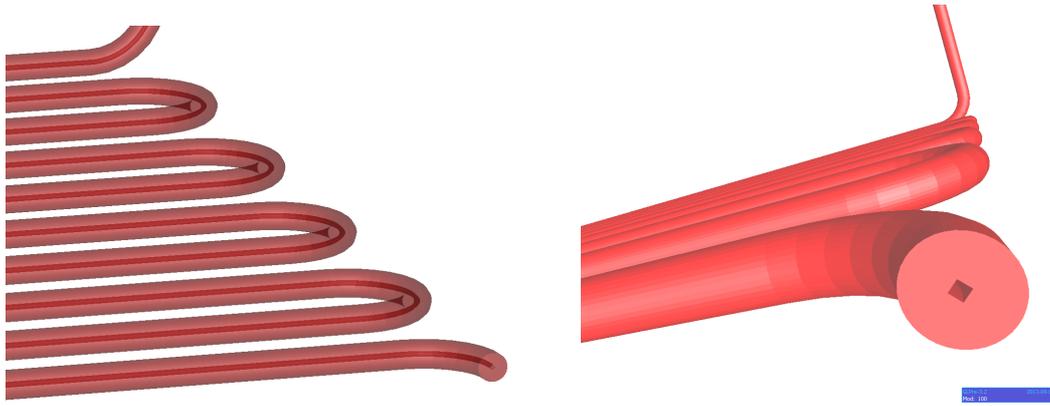


Figure 4-27 : Fil chauffant percé, à l'intérieur duquel la densité de flux est appliquée

Pour avoir une bonne transition thermique entre les différents objets, un maillage conforme (maillage coïncidant entre le fil et le polymère) a été utilisé (*Figure 4-28*).

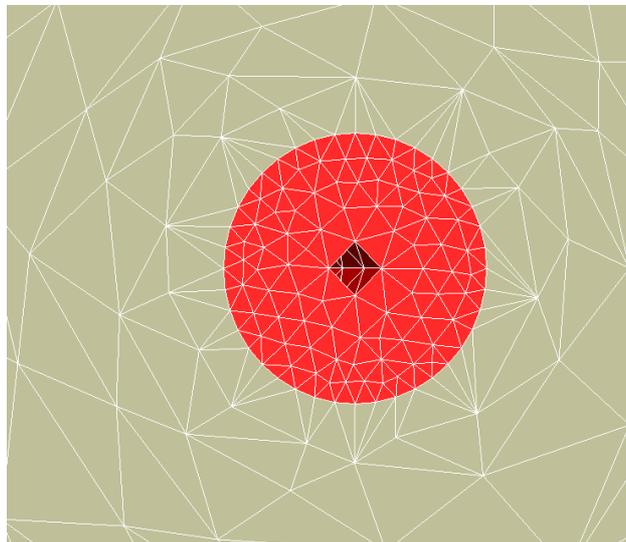


Figure 4-28 : Maillage conforme entre le fil chauffant et la plaque chauffante

Nous avons effectué une simulation avec le fil chauffant auquel nous avons attribué les propriétés thermiques du cuivre. La puissance du système de chauffage en entrée est de 260W et le temps de chauffage de 60 s.

La *Figure 4-29* représente l'évolution de la température aux points 1 et 2 (voir *Figure 4-25*). Les deux courbes concordent désormais parfaitement. La température est homogène sur la périphérie du fil.

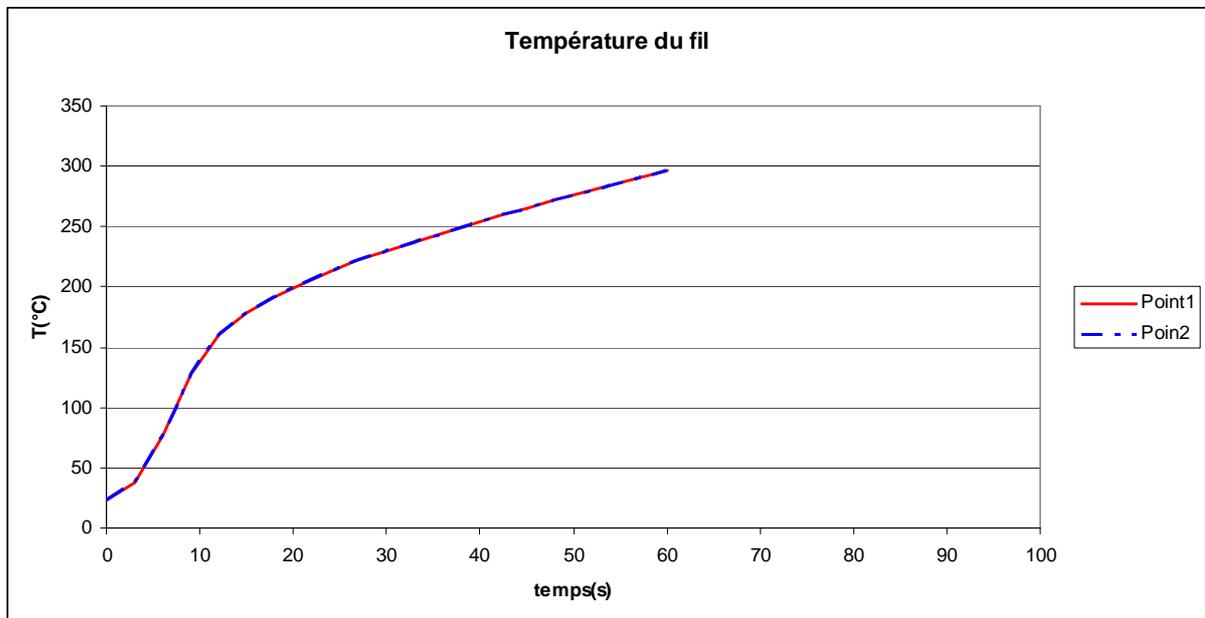


Figure 4-29 : Evolution de la température sur deux points à l'interface entre le fil et le PE

On représente ci-après une coupe dans le plan du fil chauffant (*Figure 4-30*). La température du fil est légèrement plus basse au niveau des coudes et lorsque le fil est en périphérie de la zone qu'il recouvre. Ceci est dû à la diffusion de la puissance électrique dans un grand volume de polymère. Au bout de 45 secondes de chauffage, on atteint une différence de température de 30 °C entre un point situé en bordure de zone et un autre au centre et de 110 °C au bout de 60 secondes de chauffage.

La technique employée consistant à modéliser le transfert thermique au sein du fil donne donc des résultats physiquement acceptables.

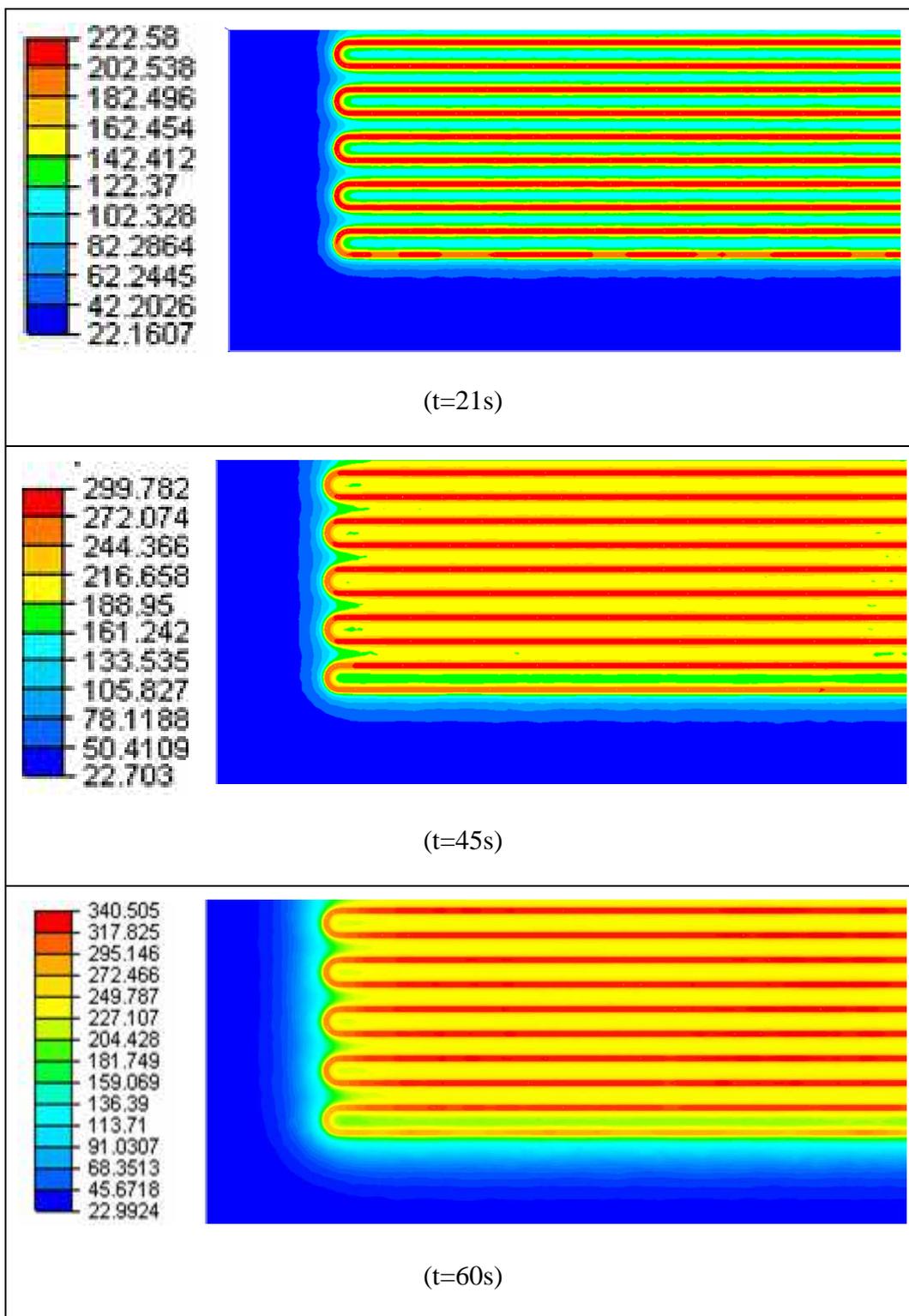


Figure 4-30 : Carte de distribution de la température dans le plan du fil chauffant à différents instants

4.3.2.3 Conditions aux limites pour simuler la soudure de l'éprouvette

4.3.2.3.1 Thermiques

La température initiale de l'éprouvette est la température ambiante (23 °C). Le coefficient d'échange avec l'air a été fixé à $17 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$.

L'espacement entre les deux plaques n'est pas pris en compte dans cette première simulation. On introduit néanmoins une résistance thermique de contact. On fait de même à l'interface entre le fil et le polymère.

Malgré la dépendance à différents paramètres, comme la pression, la rugosité et la température, la résistance de contact a été supposée constante. Il n'y a pas eu à notre connaissance d'études pour la déterminer sa valeur entre un cuivre et le PE ni entre deux plaques en PE pendant le soudage par électrofusion. Par contre, ce paramètre a été déterminé à l'interface entre un moule en acier et un polymère pendant l'injection [Delaunay, 2000 ; Bendada, 2004; Dawson, 2008 ; Chapelle, 2009]. Plutôt que d'effectuer des mesures supplémentaires, nous avons décidé, en première approximation, de commencer par des valeurs tirées de la littérature, puis d'effectuer une analyse de sensibilité afin de déterminer l'influence de ce paramètre sur les résultats calculés. Les valeurs trouvées dans la littérature sont de l'ordre de $2.10^{-4} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$ et $2.5.10^{-4} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$ [Dawson, 2008 ; Delaunay, 2000], respectivement aux interfaces Fil/PE et PE/PE.

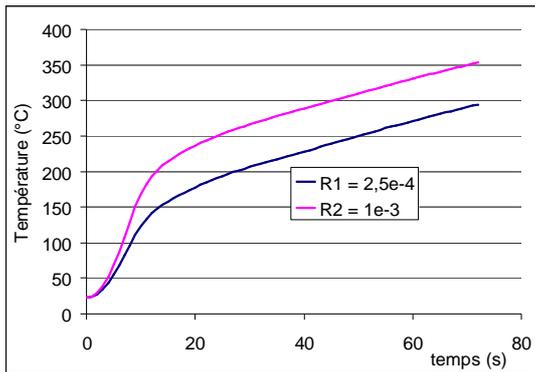
4.3.2.4 Etude de sensibilité

4.3.2.4.1 Echange entre le fil et le PE

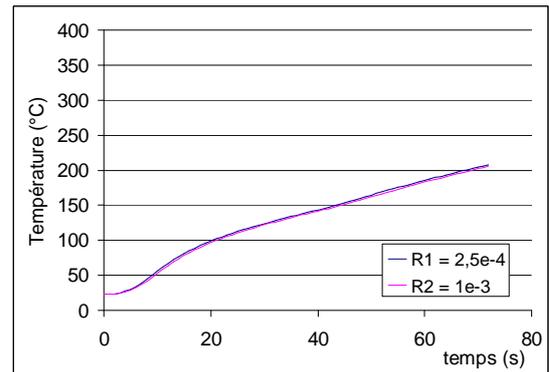
On étudie dans ce paragraphe la sensibilité du calcul à la valeur de la résistance de contact entre le fil chauffant et le PE. Une puissance de 180 W est imposée pendant 80 secondes.

Deux résistances de contact sont étudiées : $R_2 = 2,5.10^{-4} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$ qui correspond à celle identifiée par Dawson et al. et Delaunay et al. et une autre plus élevée $R_1 = 10^{-3} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$.

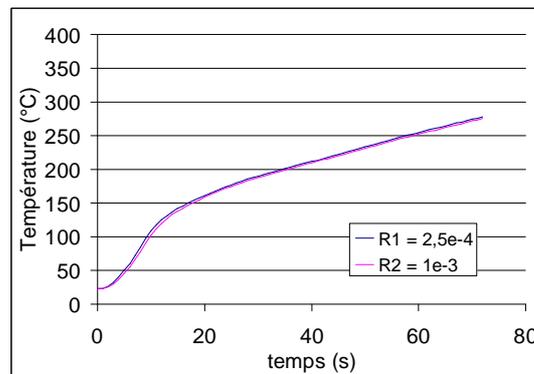
Pour les deux simulations effectuées, la température a été relevée au niveau de l'interface entre le fil et le PE en deux points en contact qui correspondent respectivement au fil et au PE, ainsi qu'à l'interface entre les deux plaques. Les trois figures suivantes montrent respectivement l'évolution de la température du fil (*Figure 4-31 a*), celle du PE en contact avec le fil (*Figure 4-31 b*) et sa valeur au centre de l'interface (*Figure 4-31 c*) pour les deux valeurs de résistance de contact R_1 et R_2 .



a) T° du fil au milieu de sa longueur



b) T° du PE au contact avec le fil



c) T° au centre de l'interface entre les deux plaques

Figure 4-31 : Influence de la résistance de contact entre le fil et le PE

La température du PE en contact avec le fil et la température au centre de l'interface sont les mêmes quelle que soit la valeur donnée à la résistance de contact entre le fil et le PE. Seule la température du fil change en fonction de celle-ci. Ceci peut être expliqué en considérant une résistance thermique très grande. La chaleur va se concentrer dans le fil, et sa température va augmenter, alors que la température du polymère va être peu

affectée. Pour la suite de notre étude nous avons utilisé $R=2,5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ qui correspond à celle trouvée dans la littérature.

4.3.2.4.2 Echange entre les deux plaques de PE

Dans cette partie nous allons étudier la sensibilité du calcul par rapport à la résistance de contact entre les deux plaques. On suppose la présence d'un espacement « e » entre les deux plaques. La résistance de contact correspondant à la couche d'air s'exprime comme suit en fonction de la conductivité de l'air λ et de l'épaisseur de la couche « e » :

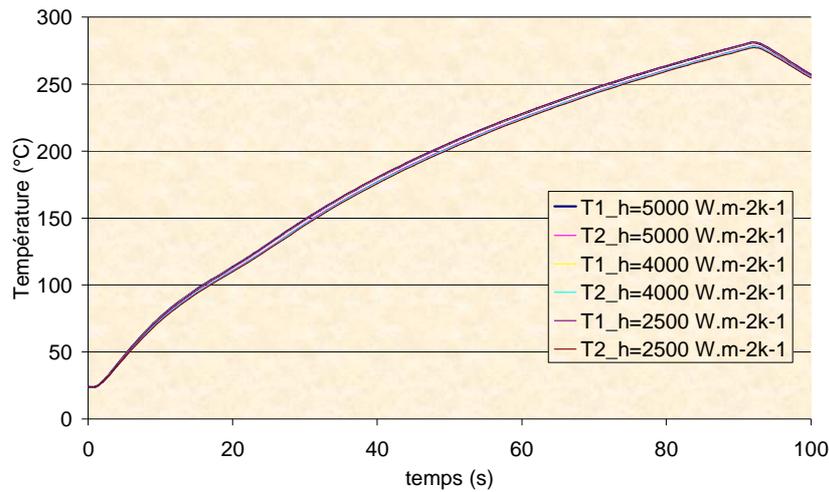
$$\frac{1}{h} = \frac{\lambda_{\text{air}}}{e} \quad \mathbf{4-2}$$

Nous avons étudié deux situations possibles : la première étude suppose que le contact mécanique est parfait entre les deux plaques. Dans ce cas, nous avons étudié trois résistances de contact proches de celle utilisée entre le fil et le PE : $2 \cdot 10^{-4}$; $2,5 \cdot 10^{-4}$ et $4 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ correspondant respectivement à un coefficient d'échange de 5000, 4000 et $2500 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$.

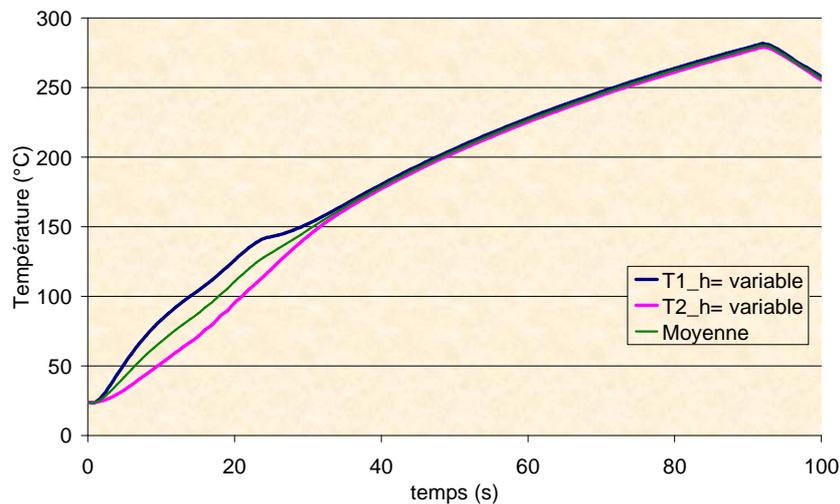
La deuxième étude suppose que l'épaisseur de la couche initialement de 2,4 mm diminue et tend vers la disparition quand la température à l'interface augmente. On suppose qu'à 150 °C la matière a fondu et que l'espace a disparu entre les deux plaques. Avec un λ_{air} de $0,024 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ le tableau suivant résume l'évolution de l'espacement et de la résistance de contact en fonction de la température :

Température (°C)	e (m)	$1/h$ ($\text{m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$)
23	2,40E-04	1,00E-03
140	8,00E-05	3,33E-03
150	0	2,00E-04
400	0	2,00E-04

La température a été tracée en deux points (T1 et T2) opposés de l'interface appartenant respectivement à la plaque chauffante et à la plaque inférieure (*Figure 4-32*).



a) coefficient d'échange fixe



b) coefficient d'échange dépendant de la température

Figure 4-32 : Evolution de la température pour différentes résistances de contact

Dans un premier temps, nous avons comparé les courbes pour les coefficients d'échange fixes (Figure 4-32 a). Les trois cas d'étude sont relativement proches, la différence maximale entre les deux points de mesure est de l'ordre de 5°C ce qui peut être négligeable dans le cadre de notre étude.

Dans le deuxième cas (Figure 4-32 b), où le coefficient d'échange dépend de la température, l'écart de température entre la plaque chauffante et la plaque inférieure atteint, au début du chauffage, un maximum de 33°C . À partir de 150°C , la matière fond et l'espacement entre les deux plaques disparaît et conduit à un échange quasi

parfait. Le tracé de la moyenne entre T1 et T2 en fonction du temps est le même pour toutes les conditions.

Dans le cadre de notre étude, l'espacement n'étant pas étudié, on considère que le contact mécanique est parfait entre les plaques. On simule une résistance thermique par un coefficient d'échange $h = 3000 \text{ W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$ fixe. Le coefficient d'échange choisi est 40 % plus faible que celui utilisé entre le fil chauffant et le PE.

4.3.2.4.3 Conductivité du PE

La plupart des articles traitant du soudage de polyéthylène utilisent une valeur constante pour la conductivité thermique. Pour vérifier si cette hypothèse est correcte ou non, nous avons effectué une analyse de sensibilité de l'évolution de la température au cours d'un cycle de chauffage / refroidissement par rapport à ce paramètre. Quatre calculs (240 W pendant 91 s) avec quatre valeurs de conductivité différentes ont été menés :

- le premier avec une valeur constante égale à $0,34 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$;
- le second avec une valeur constante égale à $0,4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$;
- le troisième avec une valeur variable en fonction de la température (de $0,37 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 20 °C à $0,24 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 128 °C). (Ces valeurs correspondent aux valeurs mesurées (*paragraphe 2.3.2*));
- et le quatrième avec une valeur variant linéairement en fonction de la température (de $0,45 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 20 °C à $0,24 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 128 °C), puis constante et égale à cette dernière valeur au-delà.

La Figure 4-33 montre que la conductivité a une influence directe sur la température la plus élevée atteinte au bout de 91 secondes de chauffage. Cette température passe de 238 °C (pour une valeur constante égale à $0,34 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) à 280 °C (pour la valeur variable, allant de $0,37$ à $0,25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) à la fin du chauffage. Une telle différence pourrait être préjudiciable lors du calcul de la transformation de phase ou de calcul d'interdiffusion des macromolécules.

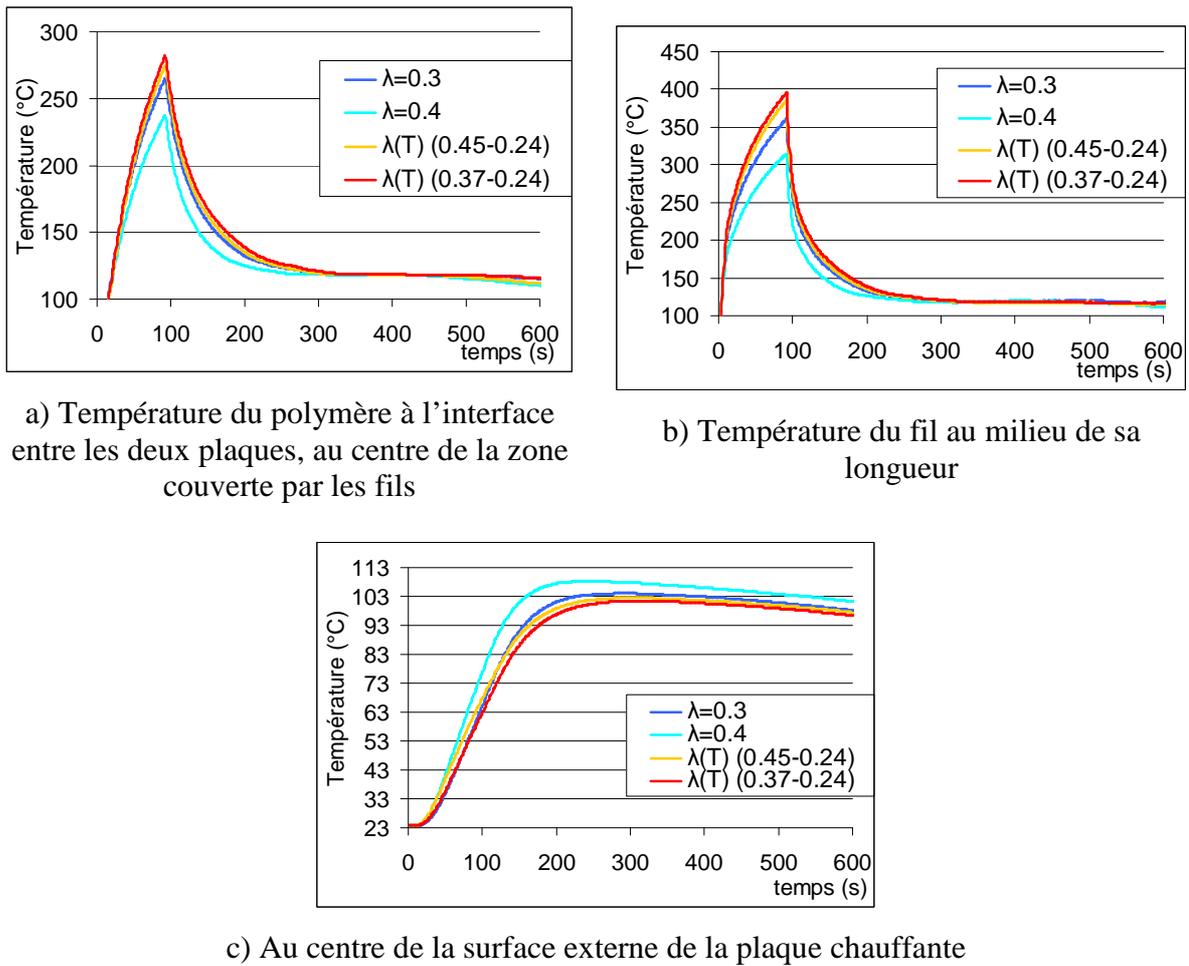


Figure 4-33 : Evolution de la température à différents endroits pour différentes valeurs de conductivité thermique.

4.3.2.5 Conclusion sur la mise en donnée numérique

Au regard des éléments présentés précédemment, nous avons effectué les choix suivants pour l'ensemble des simulations numériques à venir.

- La simulation comporte trois objets : la plaque supérieure avec son fil chauffant et la plaque inférieure.
- Le maillage total est composé de 3 millions d'éléments environ. Il s'agit d'un maillage de taille importante, et ce malgré la prise en compte d'un plan de symétrie et du recours à un maillage anisotrope.
- Une résistance de contact faible est prise en compte entre le fil et le PE et entre les deux plaques de PE.

- La conductivité thermique du PE est considérée dépendante de la température.
- Une densité de flux est appliquée à l'intérieur du fil chauffant pour modéliser les conditions de chauffage.
- Les calculs ont été lancés sur 16 processeurs et nécessitent 20 h de calcul pour simuler 2000 s de soudage

4.3.3 Confrontation expérimentale/numérique (Thermique)

4.3.3.1 Température

Pour valider le modèle numérique, la première observable à mesurer est la température. Il faut pouvoir accéder, en tout point, à l'évolution des champs de température générés par la nappe chauffante de la plaque. Pour cela nous avons choisi de placer un certain nombre de thermocouples lors de nos essais expérimentaux de façon à pouvoir comparer les champs de température prédits par notre modèle à ceux mesurés expérimentalement.

4.3.3.1.1 Mesures de la température

Les thermocouples utilisés sont de type « K » et de diamètre 0,5 mm. Deux techniques ont été envisagées pour installer les thermocouples. La première consistait à percer des trous dans la plaque chauffante et dans la plaque inférieure et à y insérer des thermocouples rigides. Cette technique présente l'avantage de placer précisément les thermocouples. Par contre leur gaine est rigide, et peut générer des puits de chaleur, susceptibles de perturber la mesure de la température. D'autre part les thermocouples se retrouvent dans la direction du gradient de température le plus élevé, perpendiculaires aux isothermes, et une petite erreur de position peut entraîner une grande incertitude de mesure.

La deuxième technique consistait à utiliser des thermocouples souples (gainés très fines) et à les placer en sandwich entre les deux plaques. La position des thermocouples n'est pas parfaitement maîtrisée puisqu'ils sont susceptibles de bouger lors ou après leur mise en place. Cela limite en revanche les puits de chaleur et la mesure devrait être plus précise.

Un essai de soudage dans le but de comparer ces deux techniques a été réalisé : une tension de 8 V a été imposée pendant 91 s. La *Figure 4-34* présente la position des différents thermocouples. B1 et B2, ainsi que H1 et H2 correspondent aux thermocouples qui ont été insérés suivant la première méthode, en passant respectivement par la plaque inférieure et la plaque supérieure. Les deux thermocouples notés D1 et D2 ont été introduits en sandwich entre les deux plaques.

Nous avons tenté de respecter une certaine symétrie au niveau de leurs positionnements afin de vérifier une éventuelle symétrie du champ de température et l'homogénéité des mesures entre deux zones susceptibles de rencontrer des conditions de chauffage similaires ou proches.

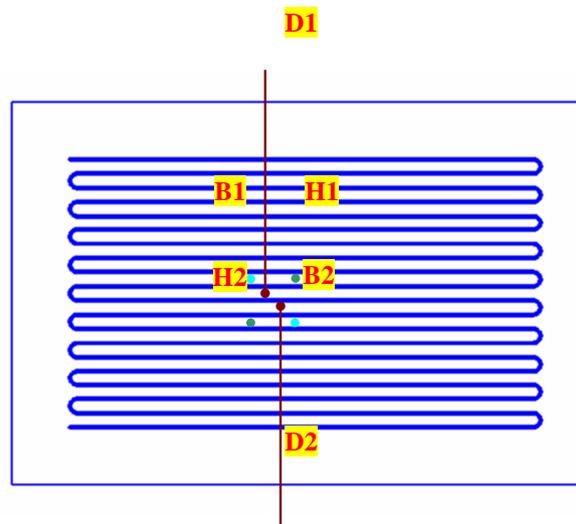


Figure 4-34 : Position des 6 thermocouples utilisés pour la mesure de la température

Les résultats des mesures montrent, comme on pouvait le craindre, que les températures données par les deux techniques sont assez différentes (*Figure 4-35*). La première technique donne des températures plus faibles (B1, B2, et dans une moindre mesure H1 et H2) que la deuxième technique (D1, D2), ce qui peut confirmer la présence de puits de chaleur ou d'un éventuel mouvement des thermocouples laissés libres dans leur trou. Le tracé irrégulier dans le cas du thermocouple H1 semble appuyer cette seconde hypothèse.

Les quatre thermocouples B1, B2, H1 et H2, pourtant situés dans des zones très proches, mesurent des évolutions de température très différentes les unes des autres, ce qui remet en cause la précision des mesures.

Au contraire, les deux évolutions mesurées par les thermocouples positionnés en sandwich entre les plaques (D1 et D2) sont très proches. Pour la suite des mesures, c'est donc cette technique que nous emploierons.

On notera également que quelle que soit la méthode utilisée, au-delà de 300 s (donc pendant le refroidissement), l'ensemble des courbes converge vers un tracé unique. La température s'homogénéise dans la plaque et les forts gradients s'amenuisent.

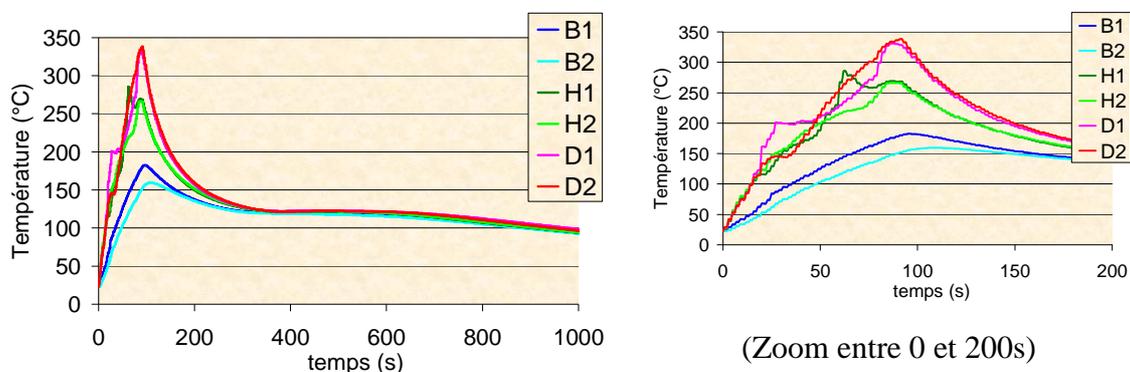


Figure 4-35: Evolution de la température en fonction du temps mesurée avec deux techniques différentes (8V/91sec)

Un essai de reproductibilité sur trois jeux de plaques a été effectué. La tension appliquée était de 7 V pendant 91 s. La température a été mesurée à l'interface entre les plaques et au niveau de la surface externe de la plaque chauffante. Les courbes d'évolution obtenues avec les trois plaques concordent globalement (Figure 4-36 a et b). Au niveau de l'interface, on note une rupture de pente des courbes vers 150 °C, approximativement après 35 s de chauffage (Figure 4-36 a et c). Nous ne sommes pas en mesure à ce jour d'expliquer l'origine de ce phénomène et ne pouvons qu'avancer quelques hypothèses. Il apparaît au-delà de la température de fusion (vers 150°C). A cette température, l'interface entre les plaques évolue et le polymère se dilate. Ainsi le décrochage peut-il être attribué à la mise en contact parfait des plaques entre elles, ce qui favorise la diffusion de la chaleur. Ce même type de décrochage a aussi été mis en évidence par

Nishimura et al. [Nishimura, 1994]. Il peut aussi y avoir un mouvement des thermocouples. Dans les trois cas les courbes se rejoignent au niveau de la température maximale vers 270 °C.

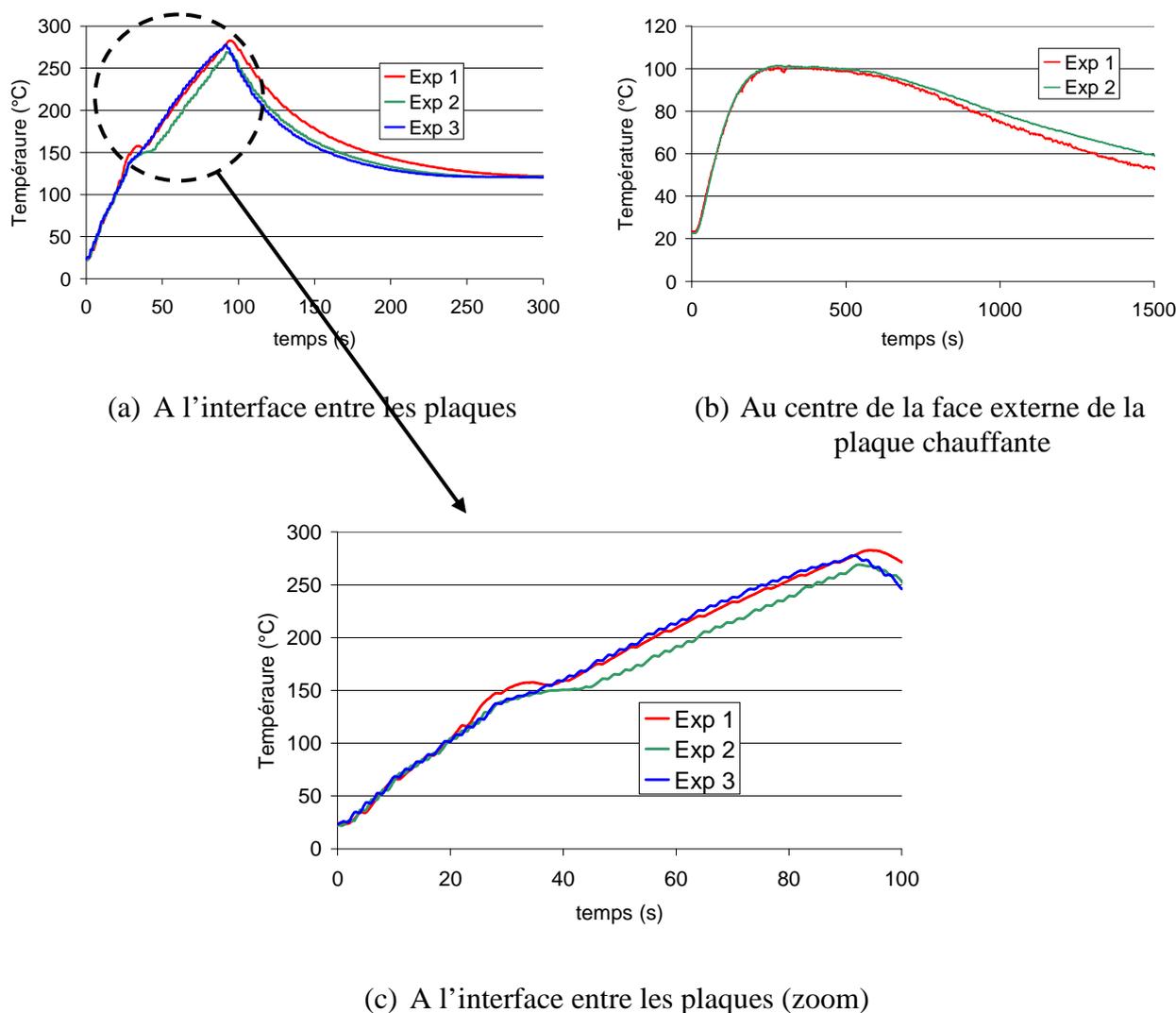


Figure 4-36 : Evolution de la température mesurée en fonction du temps (7V/91sec).

Pour comprendre l'origine du décrochage, des essais complémentaires ont été effectués. La tension a été conservée à 7 V, mais nous avons fait varier le temps de chauffage. En plus de l'essai précédent avec un temps de chauffage de 91 secondes (éprouvette A), nous avons réalisé deux essais à 52 secondes (essais B et C) et trois autres à 46 secondes (essais D, E, F). Tous les assemblages ont été instrumentés avec un thermocouple placé au centre de l'interface entre la plaque supérieure et la plaque inférieure, à l'exception

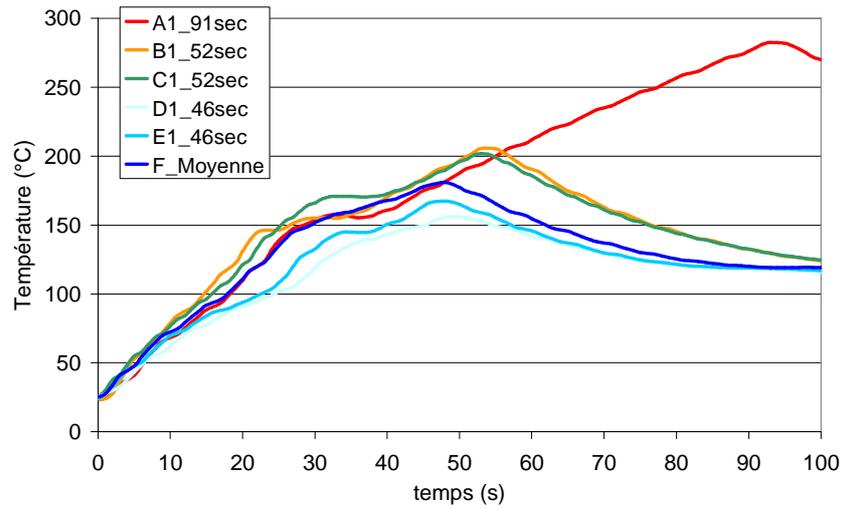
de l'assemblage F qui a été instrumenté avec trois thermocouples proches les uns des autres. Ce dernier essai permet en outre de vérifier en plus la reproductibilité de la mesure au sein d'un même assemblage.

Les conditions de soudage sont reportées dans le *Tableau 4-1*

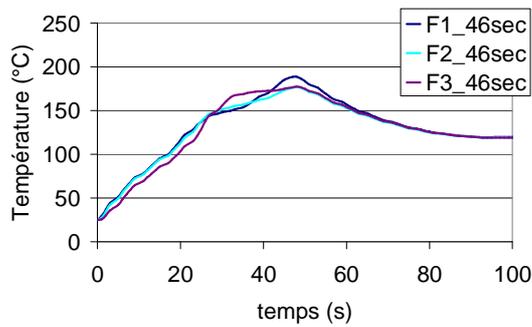
Eprouvette	A	B	C	D	E	F
Temps de chauffage (sec)	91	52	52	46	46	46
Thermocouple	A1	B1	C1	D1	E1	F1, F2, F3

Tableau 4-1: conditions de soudages appliquées sur les éprouvettes pour étudier la reproductibilité (7V)

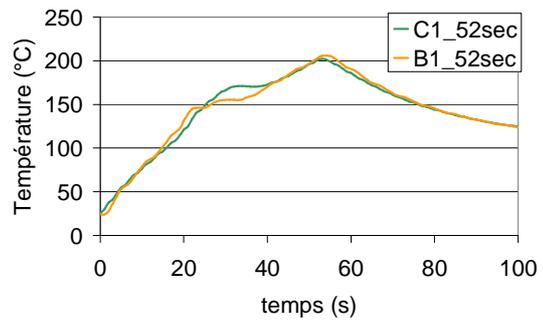
La *Figure 4-37* montre l'évolution de la température mesurée par les différents thermocouples en fonction du temps. Les trois thermocouples F1, F2, F3 placés au sein du même assemblage ont enregistré des évolutions de température très proches les unes des autres (*Figure 4-37b*). Les deux essais réalisés pour des temps de chauffage de 52 s sont cohérents entre eux également (*Figure 4-37c*). On peut a priori conclure à une relativement bonne reproductibilité des mesures et des essais.



(a)



(b)



(c)

Figure 4-37: Evolution de la température en fonction du temps au centre de l'interface, obtenue avec des conditions de chauffages différentes

Finalement lorsqu'on superpose l'ensemble des courbes (Figure 4-37a), on s'aperçoit que sur les 46 premières secondes communes à l'ensemble des essais, seuls les essais D et E semblent légèrement se démarquer des autres. Peut-être cela est-il dû à un contact initial imparfait entre les deux plaques dans ces deux cas, du fait qu'elles ne sont pas parfaitement planes ?

Le fait que les thermocouples soient juste positionnés en sandwich à l'interface entre les deux plaques peut également être une source d'erreur sur la mesure. On peut imaginer en effet plusieurs cas de figure selon qu'ils sont en contact parfait avec la plaque

supérieure (*Figure 4-38 a*), ou emprisonné dans une bulle d'air (*Figure 4-38 b*). Un thermocouple positionné en dessous des fils (*Figure 4-38 a*) risque également de mesurer une température plus élevée qu'un autre placé dans la projection de la zone entre les fils (*Figure 4-38 c*).

La méthode de mesure de la température employée lors de nos essais peut être, semble-t-il, à l'origine d'une certaine imprécision. Il est donc conseillé, dans la mesure du possible, de multiplier les essais afin de supprimer ceux qui pourraient paraître aberrants. Etant limités dans notre cas par le nombre de plaques disponibles, cela n'a pas malheureusement pas toujours été possible. Nous avons fait le choix de multiplier le nombre de thermocouples comme cela est indiqué au paragraphe suivant.

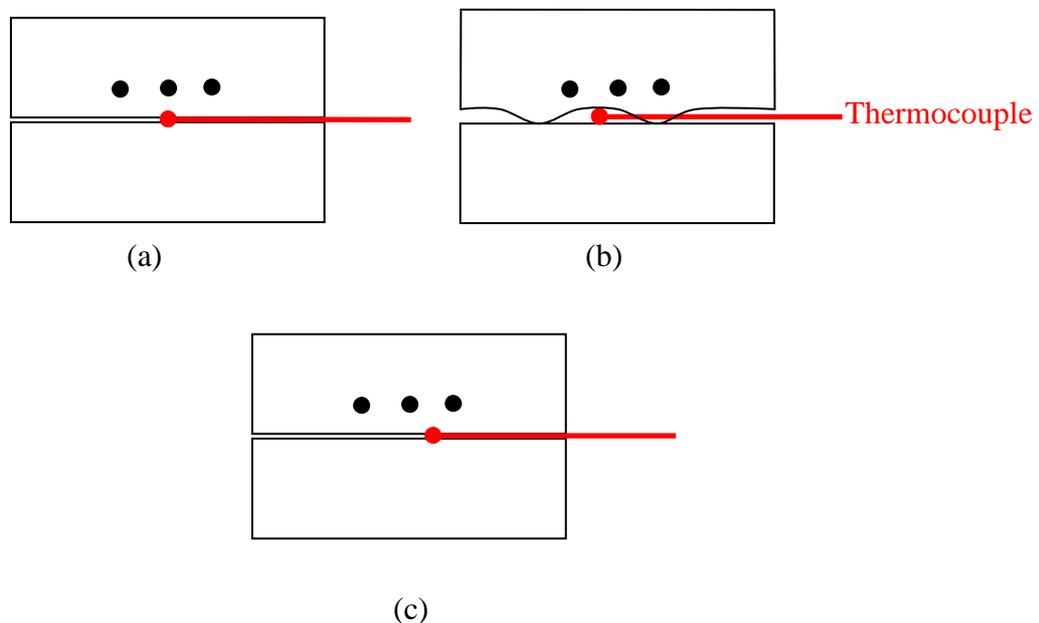


Figure 4-38 : Différentes positions possibles du thermocouple à l'interface entre les plaques supérieure et inférieure susceptibles d'expliquer la variabilité des mesures.

4.3.3.1.2 Réalisation des essais de soudage

Pour la suite des essais, quatre thermocouples ont été placés entre les deux plaques à souder. Deux d'entre eux (1 et 2 sur *Figure 4-39*) ont été placés au centre de la zone couverte par le fil chauffant. Deux autres ont été placés respectivement au bord de cette zone (3) et au coin (4) (*Figure 4-39*). Un 5^{ème} thermocouple a été placé à la surface extérieure de la plaque chauffante.

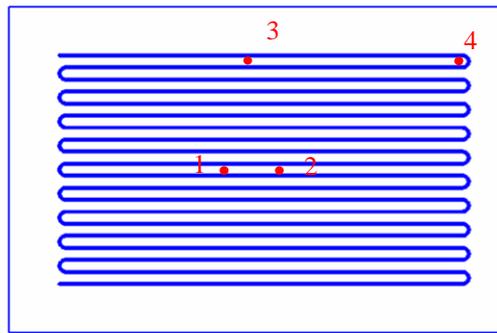


Figure 4-39 : Positionnement des thermocouples

L'évolution de la température du fil chauffant au cours du soudage constitue également une information importante pour la validation de notre modèle. Deux thermocouples ont donc été placés à l'occasion d'un essai (7V/91s) au contact du fil chauffant avant l'injection (Figure 4-40), l'un au centre de la zone couverte par le fil, et l'autre en périphérie. Cette technique garantit un bon contact entre le fil chauffant et les thermocouples tout au long du soudage.

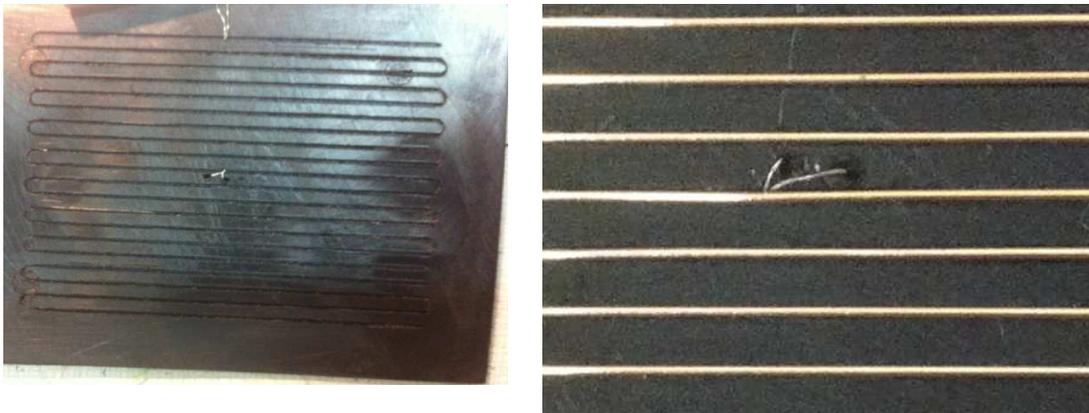


Figure 4-40 : Positionnement de deux thermocouples en contact direct avec le fil chauffant avant l'injection

Pour la validation du modèle numérique deux essais ont été réalisés (7 V pendant 91 secondes et 8 V pendant 68 secondes) correspondant respectivement à une puissance moyenne de 200 et 250 W. Ces paramètres sont du même ordre de grandeur que ceux utilisés sur les pièces de soudage réelles. L'intensité et la tension électriques ont été

enregistrées par le générateur de courant au cours du soudage et la résistance et puissance ont été déduites de ces enregistrements ($U=RI$ et $P = U I$) (Figure 4-41). Ces données permettront d'alimenter le modèle numérique.

On note que la tension imposée n'atteint pas sa consigne immédiatement. Il faut environ 8 secondes avant d'atteindre la valeur désirée. La résistance électrique calculée et l'intensité mesurée respectivement augmente et diminue avec le temps. Ceci est dû à la dépendance thermique de la résistance électrique. La puissance imposée au système est le reflet de ces trois phénomènes. Elle n'est pas non plus constante au cours du temps, d'où la nécessité de la mesurer correctement pour appliquer les bonnes conditions aux limites dans le modèle numérique.

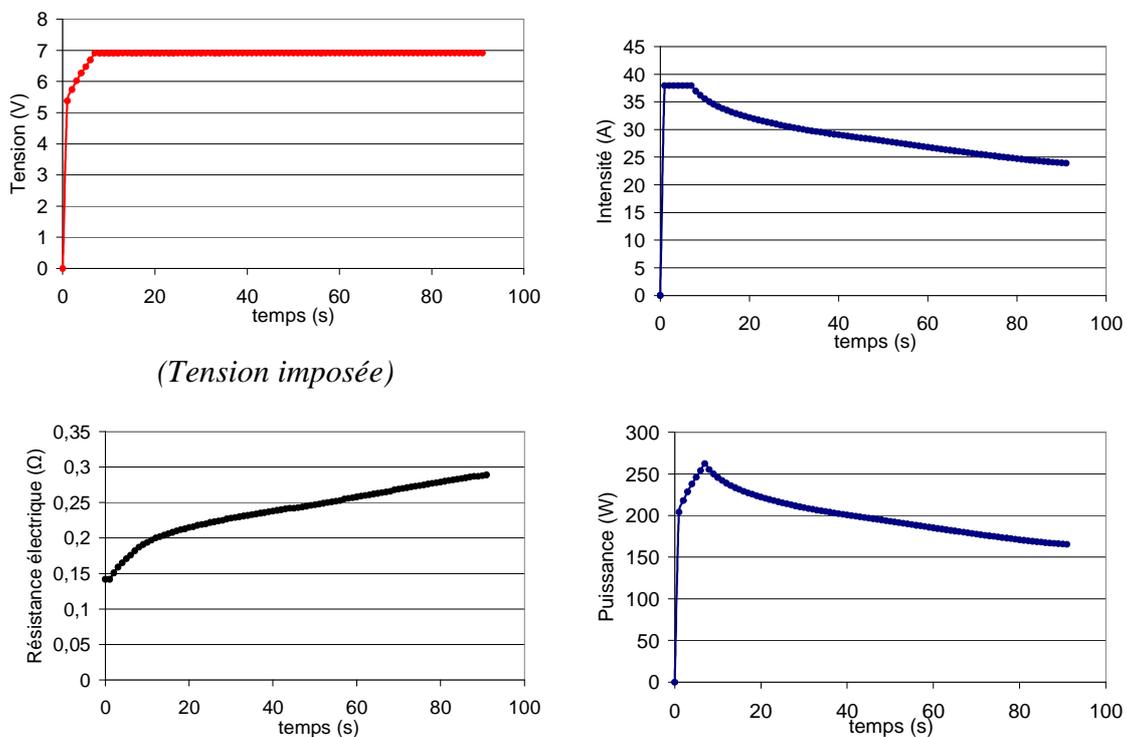


Figure 4-41: Evolution des paramètres de soudage imposés ou mesurés par la machine.
(cas 7 V/91 s)

4.3.3.1.3 Comparaison avec la simulation

Dans un premier temps nous allons nous intéresser à l'essai «7 V/91 s» pour lequel la température du fil chauffant a été mesurée. Seul le problème thermique a été modélisé, les phénomènes mécaniques ont été négligés. L'évolution de la température du fil

chauffant mesurée et calculée a été tracée pour les deux positions de mesure (*Figure 4-42*). Pendant environ 25 secondes, l'accord entre calcul et expérience est très bon. Ensuite, le calcul surestime la mesure, ce qui peut être dû à un mouvement des thermocouples, mais la température en fin de chauffage est correctement prédite.

On remarquera que le calcul prédit très bien l'écart de 150 °C atteint à la fin du chauffage, entre les températures du fil aux deux positions malgré la conductivité élevée du cuivre (399 W.m.K^{-1}).

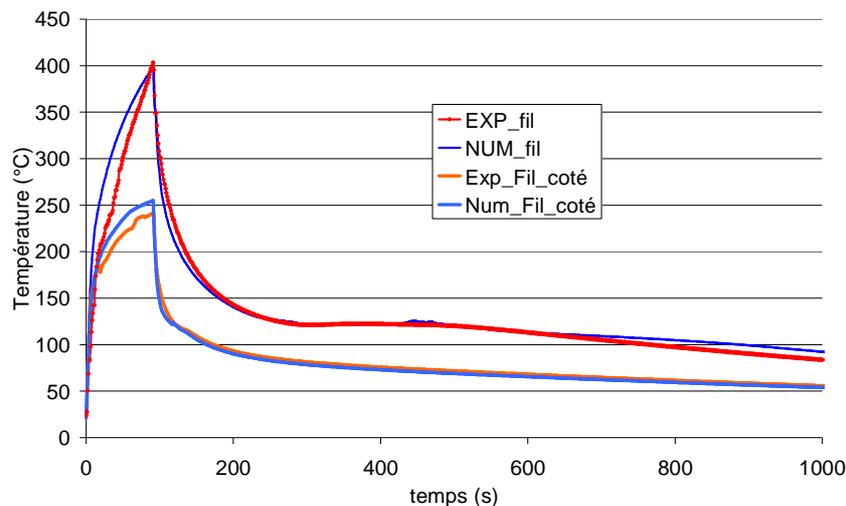


Figure 4-42 : Evolution de la température du fil chauffant à deux endroits.

Comparaison entre les données expérimentales et numériques (7V/91s)

La *Figure 4-43* présente la distribution de la température dans l'assemblage pendant les phases de chauffage et de refroidissement. A la fin du chauffage la température de la zone qui correspond plus ou moins à la zone couverte par le fil chauffant s'homogénéise. Le gradient thermique à l'extrémité cette zone devient plus élevée.

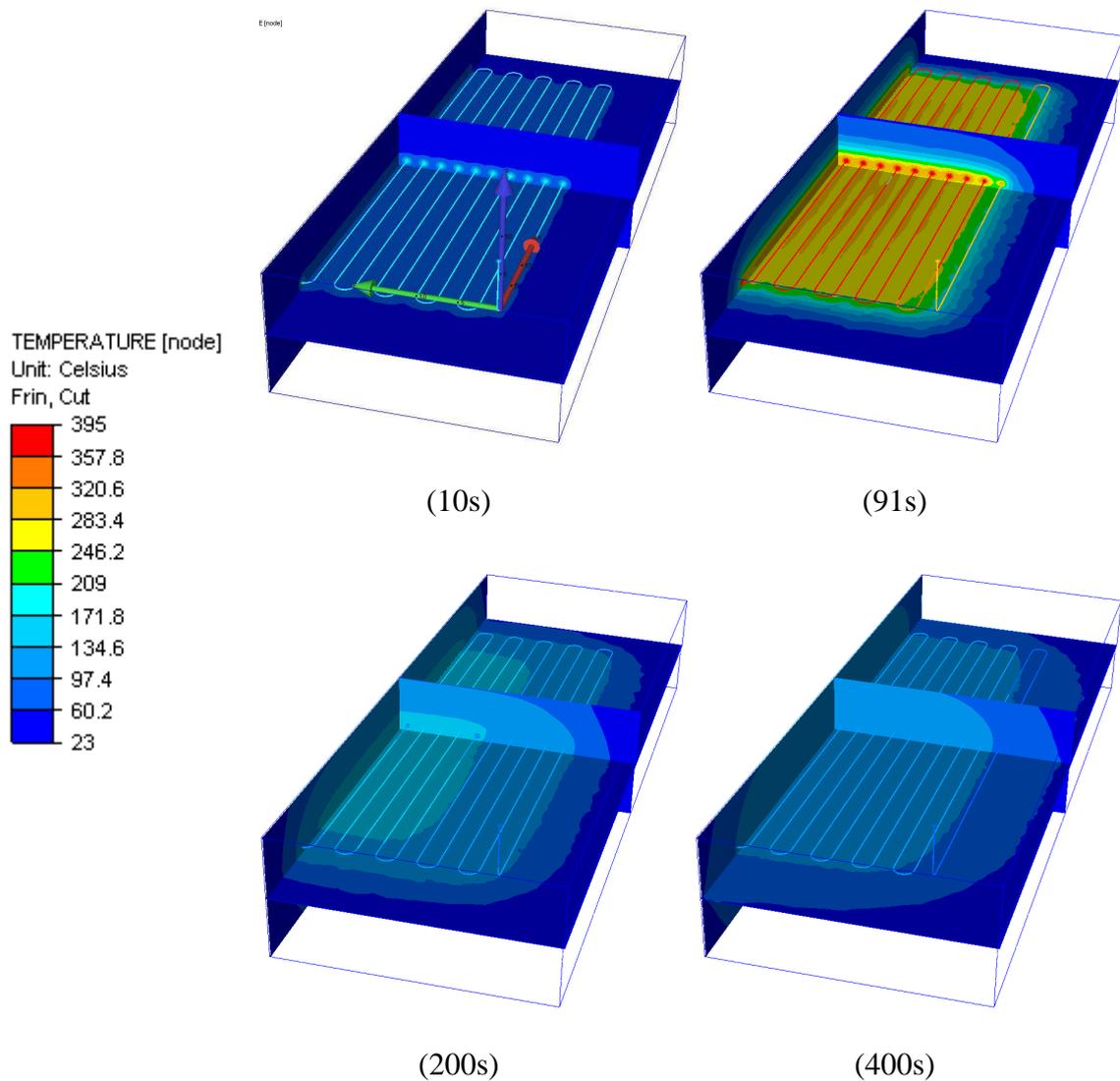
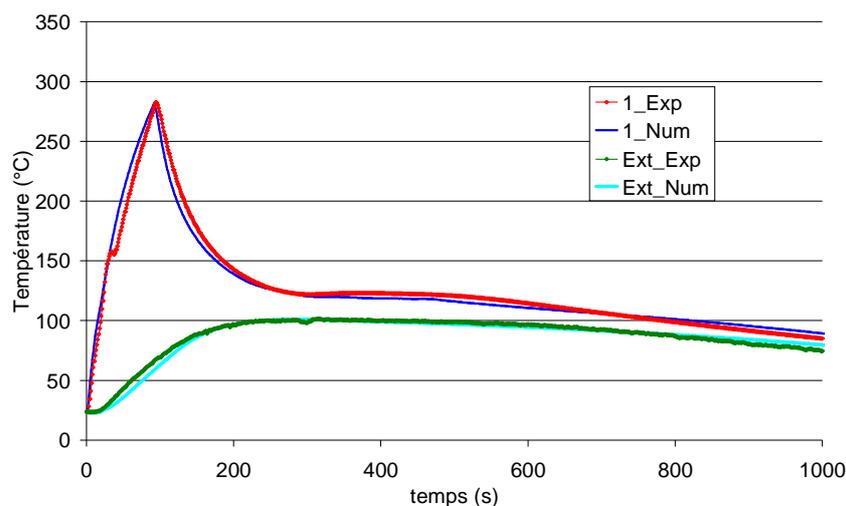
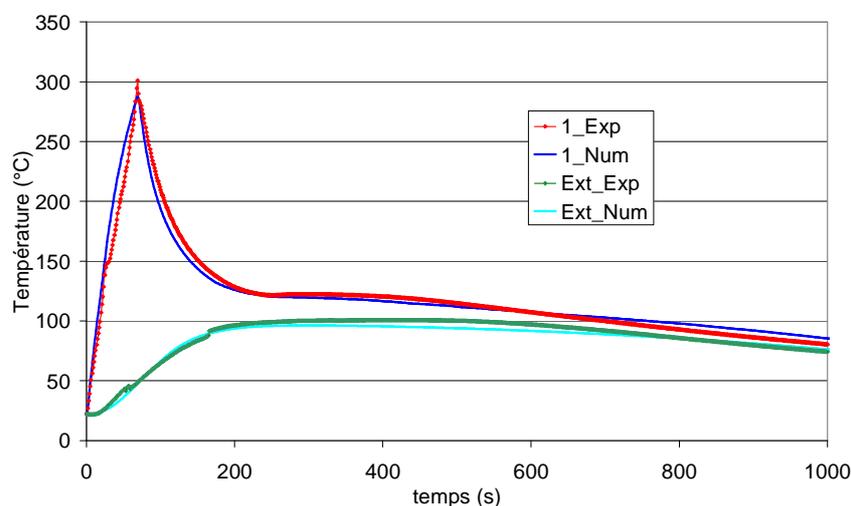


Figure 4-43 : Distribution de la température dans l'assemblage à différents stades du soudage

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés aux températures mesurées lors des essais 7V/91s et 8V/68s à l'interface entre les deux plaques (thermocouple 1) et à la surface externe. Pour les deux essais l'évolution est bien reproduite par le modèle numérique (Figure 4-44). Pendant le refroidissement, le plateau de cristallisation est aussi bien prédit.



(7V/91sec)



(8V/68sec)

Figure 4-44: Evolution expérimentale et numérique de la température au centre de l'interface et de la face externe de la plaque supérieure.

Pour ce qui est des thermocouples 3 et 4 placés au bord de la zone couverte par le fil chauffant, les résultats numériques et expérimentaux ne sont pas parfaitement superposés pendant la phase de chauffage (Figure 4-45). A ce stade, il est important de noter que la position des thermocouples n'est pas parfaitement maîtrisée. Or la faible conductivité du PE fait que les gradients de température sont très élevés en particulier dans la zone considérée : on notera en effet que deux points situés à 1 mm l'un de l'autre peuvent avoir plusieurs dizaines de degrés d'écart.

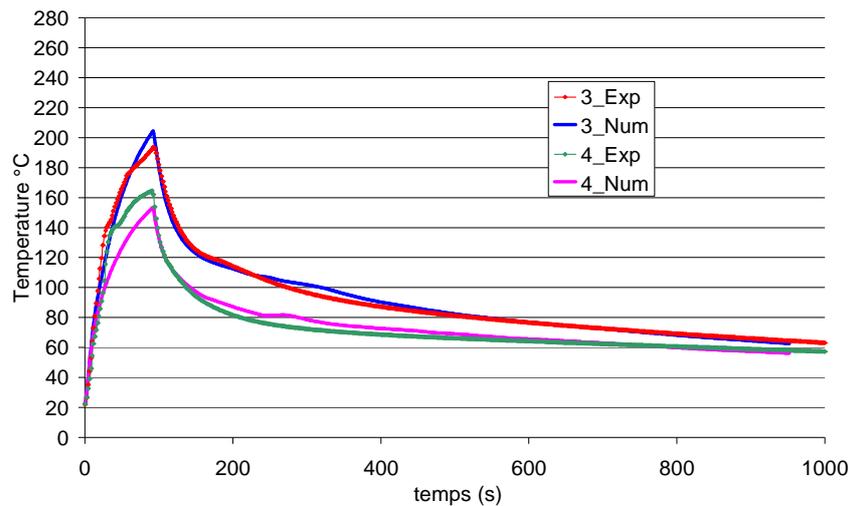


Figure 4-45 : Evolution expérimentale et numérique de la température à l'interface l'extrémité de la zone couverte par le fil chauffant

Comme nous allons le voir ci-après, le modèle numérique met clairement cela en évidence.

4.3.3.1.4 Sensibilité numérique à la position des thermocouples

La Figure 4-46 présente le champ de température à l'interface entre les deux plaques à la fin du cycle de chauffage. On remarque la présence d'une zone relativement homogène, au centre de la zone couverte par le fil chauffant. Sur la périphérie, un fort gradient thermique est observé. Sur une distance de 1 mm, le modèle numérique prédit une variation de température supérieure à 15 °C. L'évolution de la température en fonction du temps, à quatre endroits relativement proches, confirme la conclusion tirée précédemment au sujet du fort gradient thermique dans cette zone.

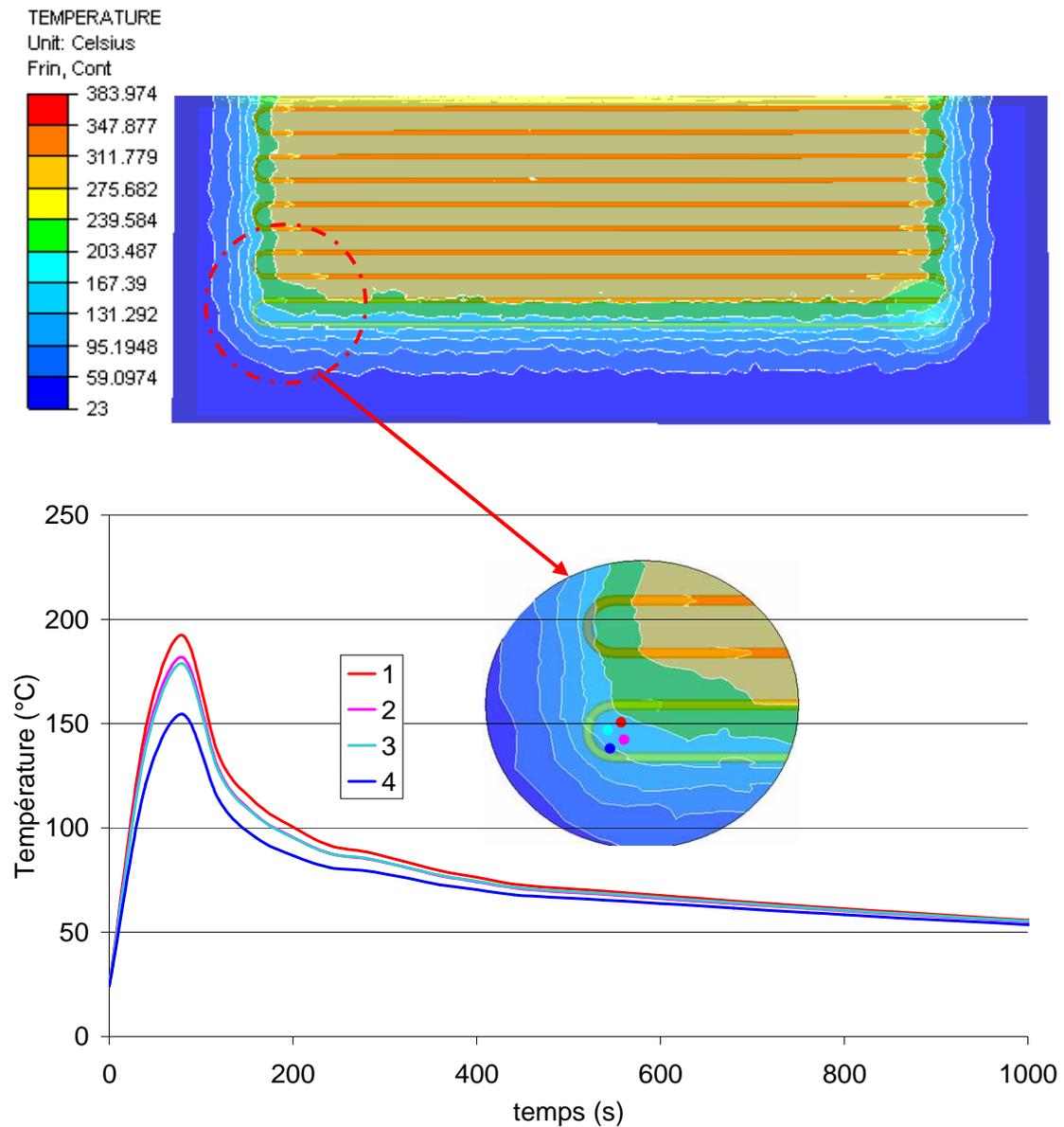


Figure 4-46 : Evolution de la température en fonction du temps à la frontière entre la zone froide et la zone fondue (7V/9Isec)

4.3.3.2 Etat physique de la matière

La connaissance de l'état physique de la matière en tout point de l'assemblage permet de dissocier les zones froides des zones fondues. Une zone est appelée froide si son état reste solide (elle ne passe à aucun moment à l'état fondu).

Numériquement, le taux de transformation est calculé pendant le chauffage et le refroidissement. On peut donc facilement déterminer le volume ayant fondu et le

volume resté à l'état solide. La *Figure 4-47* présente le taux de transformation à différents instants pendant le chauffage et le refroidissement. La chaleur continue à diffuser pendant la phase de refroidissement. Le volume maximal de matière fondue est atteint à $t = 140$ s alors que le chauffage a été stoppé au bout de 91 s.

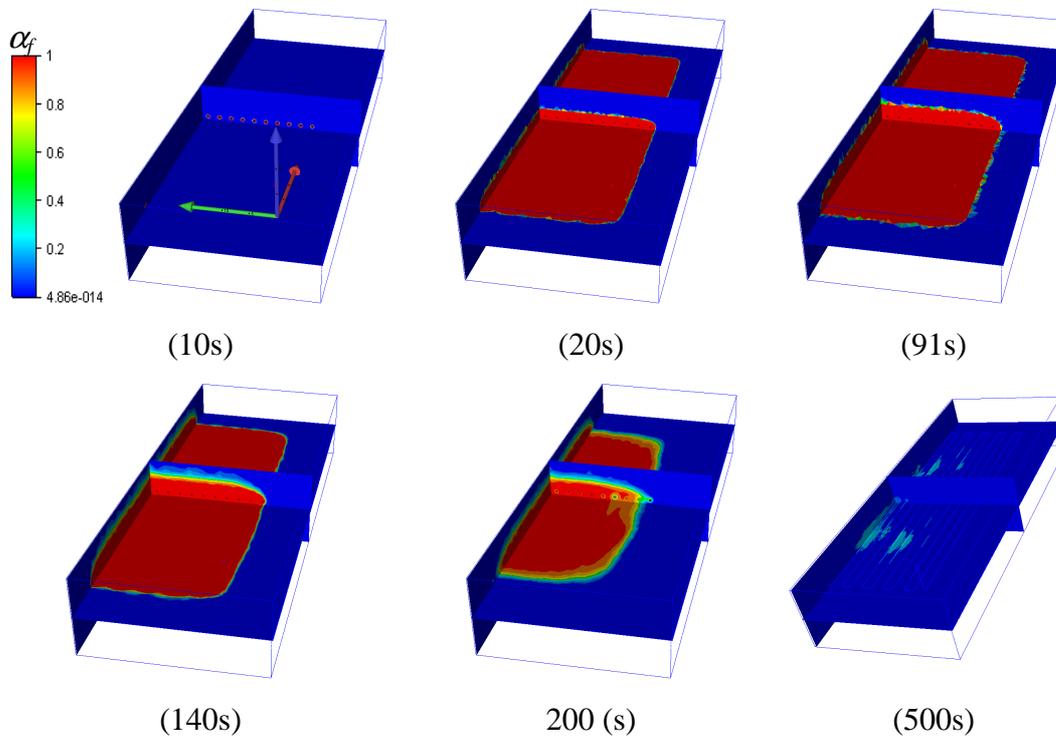


Figure 4-47: Distribution de la matière fondue dans l'assemblage à différents instants (7V/91sec)

Expérimentalement, nous avons reproduit l'essai du « sèche cheveux » présenté précédemment. Nous avons coupé l'éprouvette perpendiculairement au fil chauffant, puis poli l'une des deux surfaces résultantes. Elle a ensuite été chauffée à l'aide d'un jet d'air chaud à une température de 80 °C pendant 90 minutes. Une zone de transition, qui correspond à la limite entre la zone solide et la zone ayant fondue au cours du soudage, a été révélée et observée par microscopie optique. Comme on peut le constater sur la *Figure 4-48*, cette zone de transition correspond parfaitement, tant qualitativement (même forme) que quantitativement (même surface), au taux de transformation maximale (α_f) prédit par le calcul numérique.

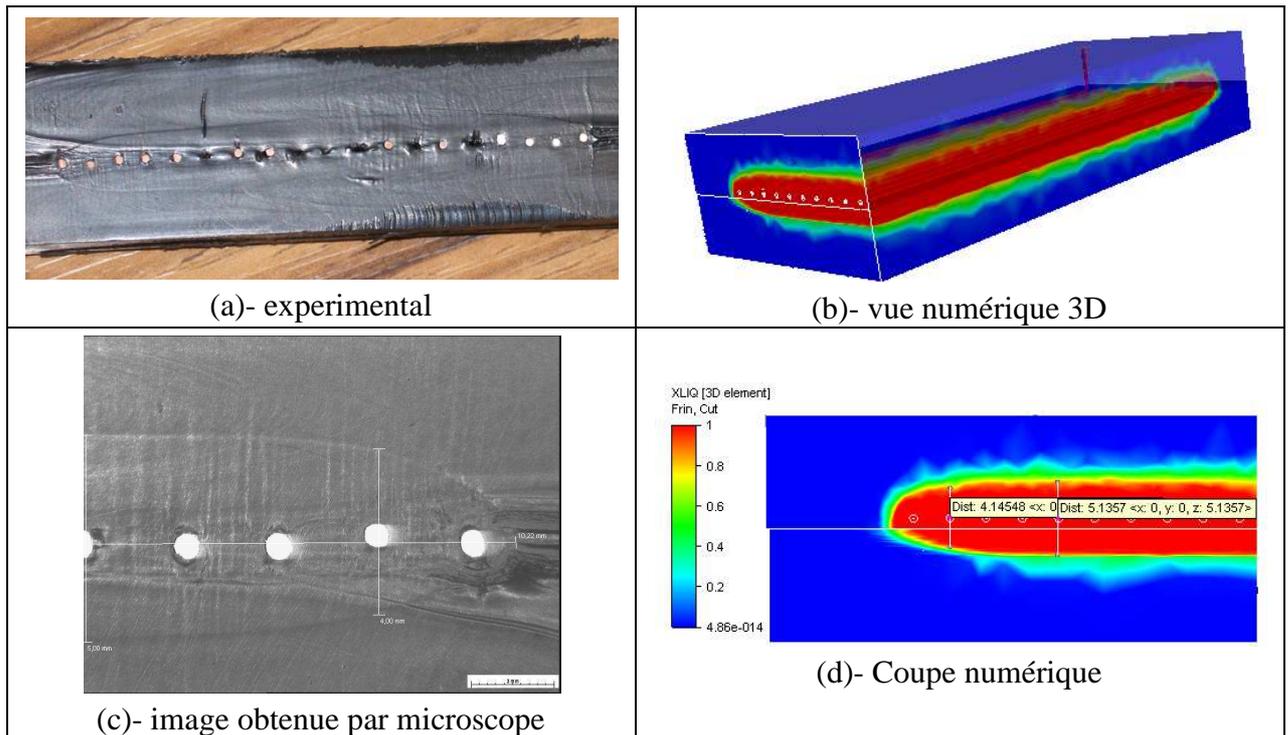


Figure 4-49 : Présentation des résultats expérimentaux et numériques de la zone ayant fondu pendant le chauffage (7V/91sec).

4.3.3.3 Faciès de rupture

Nous nous sommes ensuite intéressés à la comparaison de la zone bien soudée obtenue par le calcul (paramètre d'interdiffusion supérieur au paramètre critique), au faciès de rupture obtenu à la suite d'un essai de pelage.

L'évolution du paramètre d'interdiffusion a été calculée en fonction du temps pour l'essai 7V/91s. L'interdiffusion ne se limite pas uniquement à la phase de chauffage, mais continue à évoluer pendant le refroidissement (Figure 4-50).

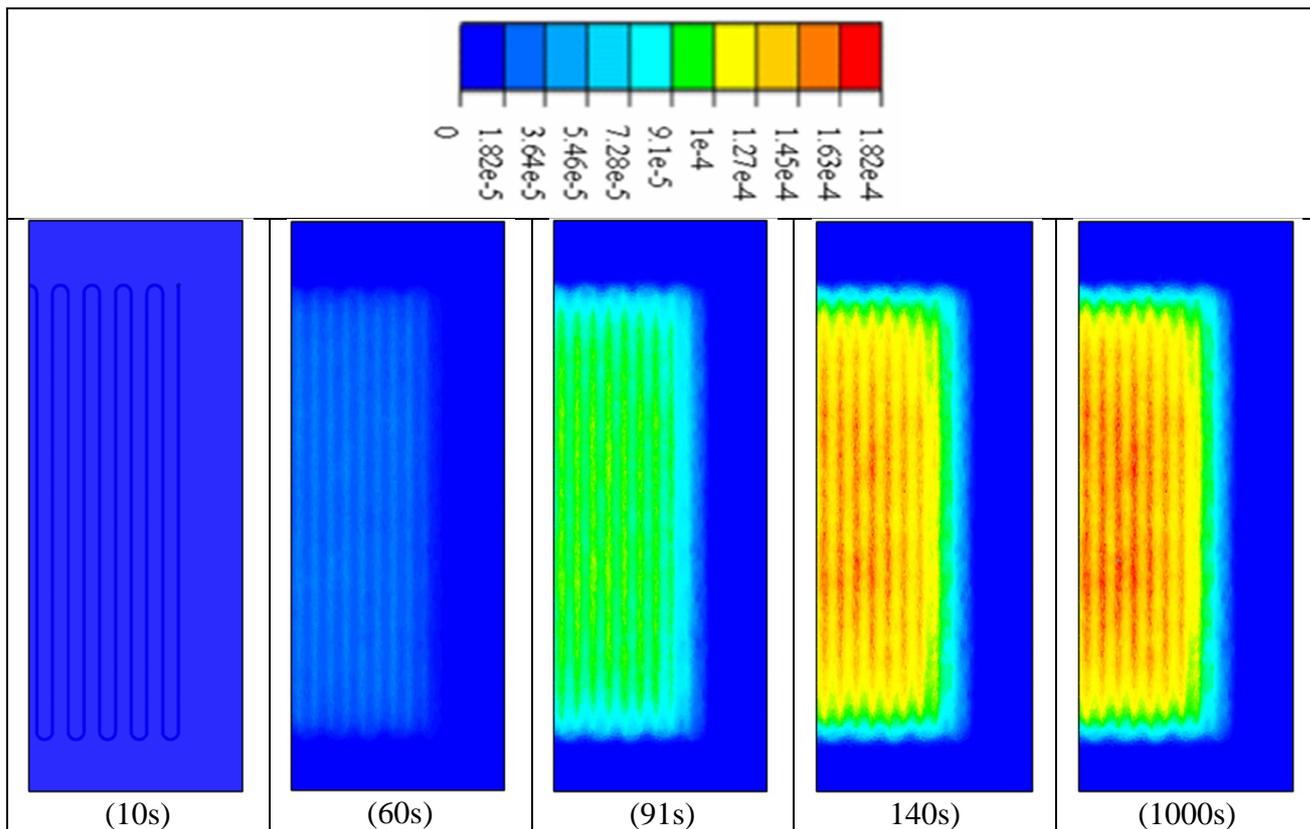


Figure 4-50: Distribution du paramètre d'interdiffusion à différents instants (7V/91sec)

Une zone bien soudée correspond à la zone ayant un taux d'interdiffusion supérieur au paramètre critique de 10^{-5} s [Saint Royre, 1989] (Figure 4-51). Afin de déterminer quelle surface en pourcentage par rapport à la surface contenant le fil chauffant a été correctement soudée, nous avons choisi de recourir à un logiciel de traitement d'image. Dans le cas présent la zone couverte par le fil chauffant est soudée à 96%.

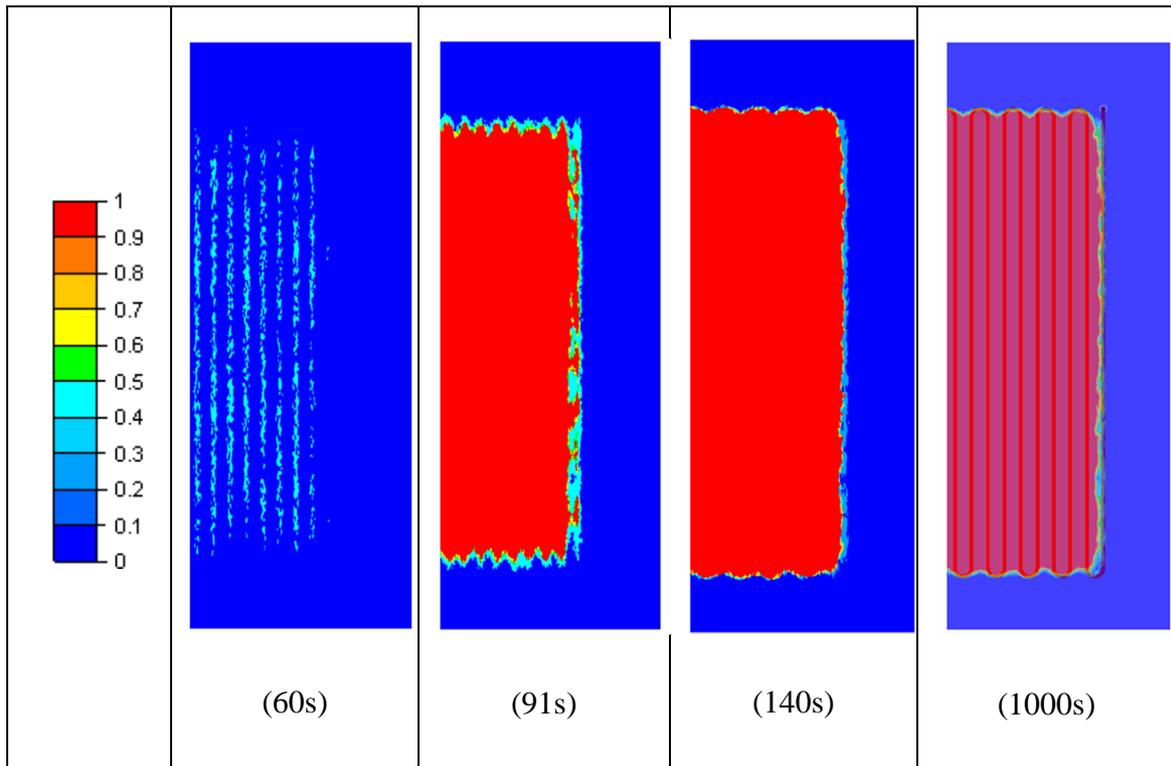


Figure 4-51: Evolution de la zone bien soudée à différents instants (7V/91sec)

La Figure 4-52 montre l'essai de pelage réalisé sur une éprouvette soudée dans des conditions identiques à celles utilisées pour le modèle numérique.



Figure 4-52: Essai de pelage, vitesse de traction 20 mm/min à température ambiante.

Le fil chauffant apparaît au cours de l'essai de pelage. La *Figure 4-53* et la *Figure 4-54* montrent, pour deux essais réalisés avec des conditions de chauffage différentes, que la rupture a eu lieu au niveau de la nappe de fil chauffant, et pas au niveau de l'interface entre les deux plaques, à l'exception des bords et des coins de la zone couverte par la nappe chauffante. On constate un très bon accord entre calcul et observation sur les

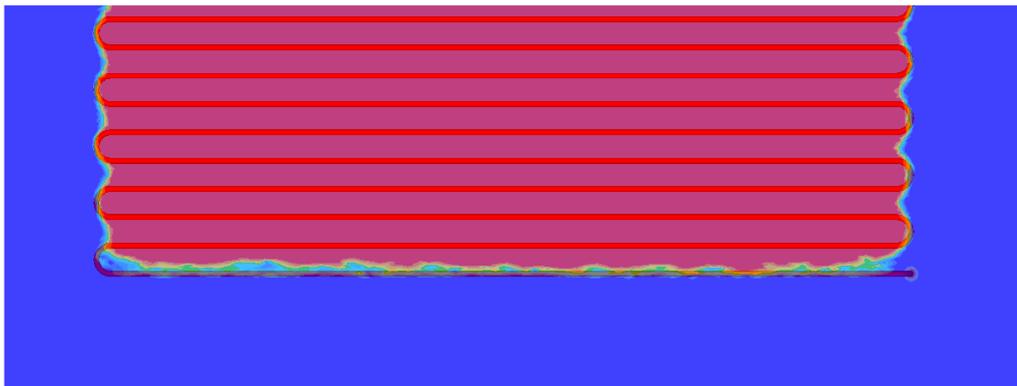
zones bien soudées et les zones non soudées. Il est difficile en revanche de donner une valeur exacte du pourcentage de zone bien soudée. La comparaison ne peut être a priori que qualitative. Une solution à cette limitation consisterait éventuellement à travailler avec des plaques de couleur différente pour permettre de mieux estimer le pourcentage de zone soudée.



Plaque chauffante



Plaque inférieure



Résultat de la simulation numérique

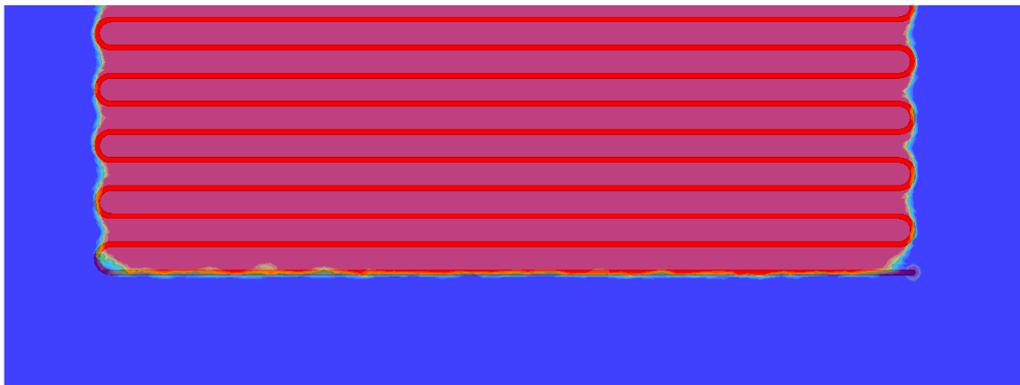
Figure 4-53 : Comparaison des faciès de rupture entre les données expérimentales et numériques (soudage 7V, 91 sec).



Plaque chauffante



Plaque inférieure



Résultat de la simulation numérique

Figure 4-54 : comparaison des faciès de rupture entre les données expérimentales et numériques (soudage 8V, 67 sec).

Comme nous l'avons précisé auparavant, dans les simulations précédentes, nous avons négligé la partie mécanique des calculs pour nous concentrer sur la partie thermique. Nous avons vu que le soudage par électrofusion était à l'origine de phénomènes de dilatation thermique. Aussi avons-nous souhaité quantifier ce phénomène à l'aide du dispositif que nous avons mis au point puis tenter de valider le modèle numérique en le comparant aux observations expérimentales.

4.3.4 Confrontation expérimentale/numérique (Mécanique)

Pour étudier les déplacements de la matière dus à la dilatation, nous avons choisi de faire des mesures à l'aide d'une technique de corrélation d'images. Les résultats obtenus par cette technique seront confrontés aux données numériques.

4.3.4.1 *Mesure expérimentale par VIC 3D*

4.3.4.1.1 *Principes*

L'acquisition et le traitement des images ont été réalisés grâce à la suite logicielle de Corralated Solution [VicSnap et Vic 3D] qui permet de réaliser, des mesures de champs cinématiques, grâce à une méthode optique sans contact basée sur la corrélation d'images. La corrélation d'images consiste à mettre en correspondance deux images numériques d'une surface plane observée à deux états distincts de déformation, un état dit de "référence" et un état dit "déformé". Les images devant être discrétisées spatialement par valeur de niveau de gris, nous avons apposé sur la surface des échantillons un mouchetis aléatoire grâce à une bombe de peinture blanche en espérant que celle-ci ne modifie pas les propriétés mécaniques du PE.

Pour mesurer des champs de déplacements dans et hors du plan nous avons choisi la technique de stéréo-corrélation d'images. En effet les déplacements hors plan sont une des principales limites de la corrélation d'images 2D. La stéréo corrélation consiste en l'appariement de deux images acquises, à un instant donné, par deux caméras placées en stéréovision.

Le logiciel VicSnap en se basant sur le principe de triangulation permet de synchroniser les deux caméras en stéréovision. La stéréovision nécessite une étape préalable de calibrage. Celui-ci permet de déterminer les paramètres géométriques nécessaires au calcul : la distance et l'angle entre les caméras, et la distance foyer/objectif.

Les principes de la stéréovision et de la stéréocorrélation sont détaillés par exemple dans [Garcia2001].

4.3.4.1.2 *Résultats des mesures*

Le soudage a été effectué avec la condition de soudage 7V/91s utilisée précédemment. Contrairement aux essais précédents, nous avons été dans l'obligation en revanche de limiter le nombre de colliers Rilsan à deux de façon à pouvoir filmer toute la surface externe de la plaque chauffante. Nous avons disposé les colliers de part et d'autre de la surface couverte par le fil chauffant (*Figure 4-55*).

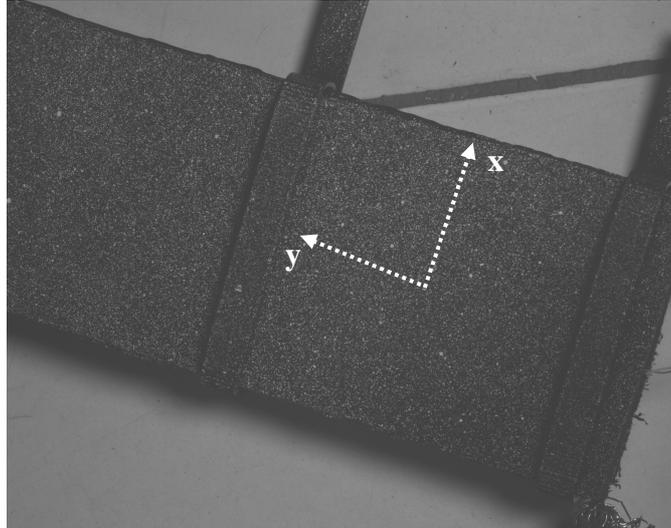
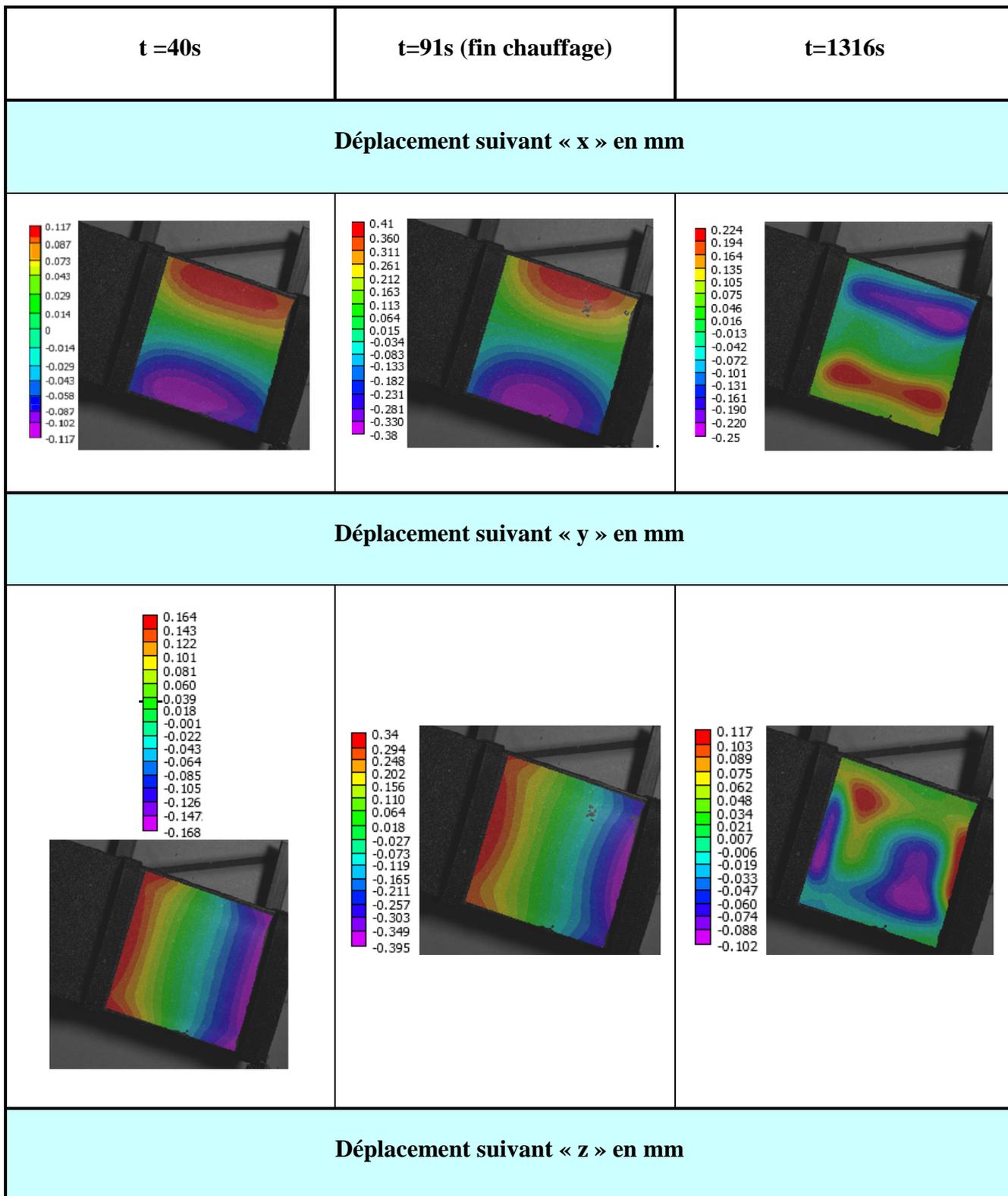


Figure 4-55 : Assemblage pour l'étude VIC3D

La *Figure 4-56* montre l'évolution du déplacement de la matière mesuré dans les trois directions (x , y et z , z étant la direction suivant l'épaisseur des plaques) à différents instants au cours du chauffage et du refroidissement. Les temps choisis sont 40s, 91s (fin du chauffage) et 1316s correspondant au dernier enregistrement stocké. La température mesurée à cet instant est de 57 °C au niveau de la surface externe de la plaque chauffante et de 67 °C au cœur de l'assemblage. Le refroidissement n'était donc pas complètement terminé.



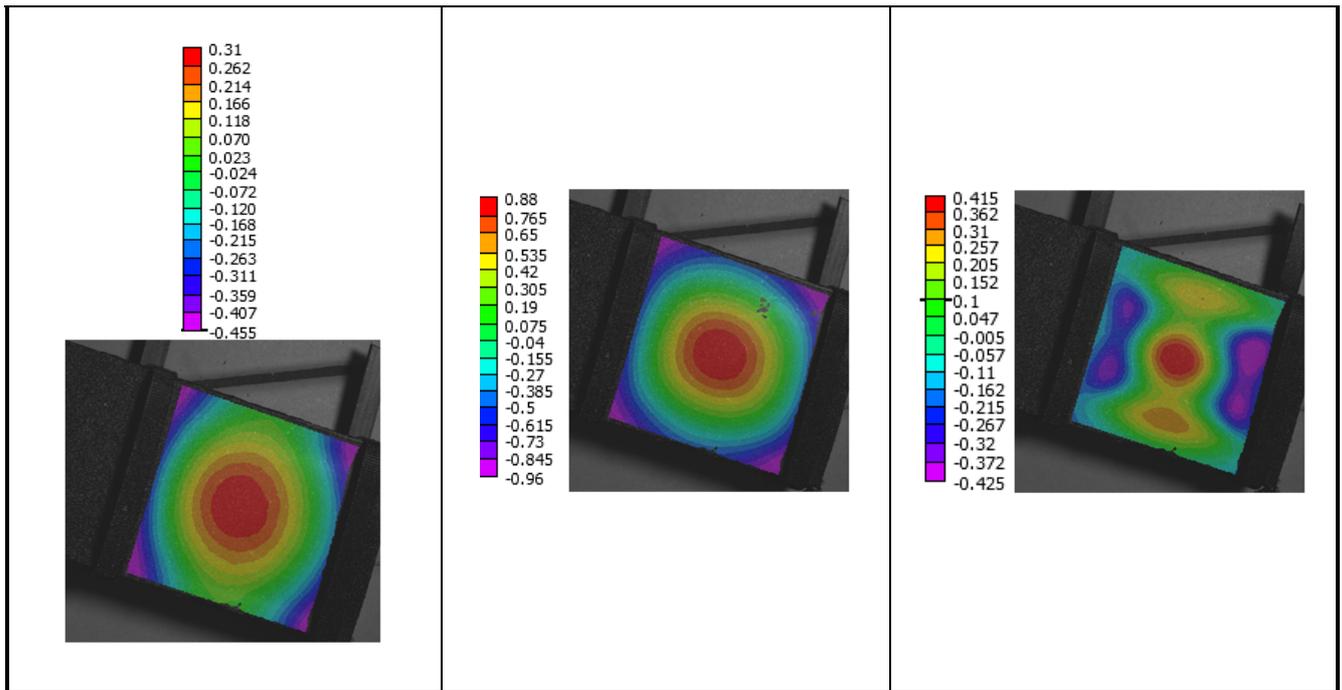


Figure 4-56 : Mesure du déplacement au cours du soudage au niveau de la surface externe de la plaque chauffante

Les champs de déplacements, résultant de la dilatation de la matière, observés dans les trois directions sont symétriques au cours du soudage. Ceci confirme donc bien, que la technique utilisée pour fixer les plaques ne génère pas de dissymétrie au niveau de la déformation. Deuxièmement, la dilatation étant le reflet de l'élévation de température, le fait que les champs de déformations soient symétriques dans le plan (x,y) prouve qu'il en est de même pour la température.

On remarque que les déplacements maximaux enregistrés en fin de chauffage diminuent progressivement pendant le refroidissement, sans pour autant s'annuler. Il est fort probable qu'une déformation résiduelle persiste en fin de refroidissement mais il aurait été intéressant de poursuivre davantage l'expérience pour s'en assurer.

Pour avoir le déplacement maximal de la matière dans la direction qui nous intéresse le plus (la direction z), nous avons tracé le déplacement en fonction du temps d'un point situé au centre de la surface sur laquelle les mesures ont été effectuées (Figure 4-57).

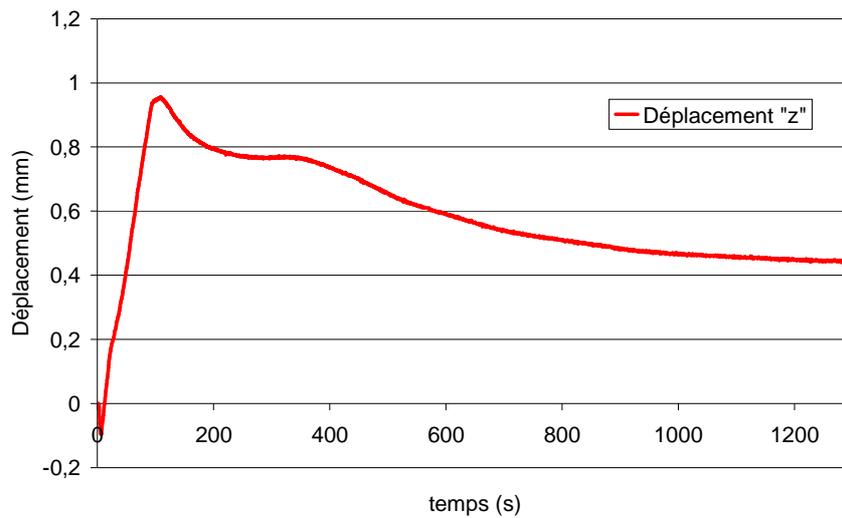


Figure 4-57 : Evolution du déplacement mesuré au centre de la surface externe de la plaque chauffante

On notera que pendant les 7 premières secondes de chauffage, le déplacement est négatif. On rappelle qu'un espacement est susceptible d'exister initialement entre les deux plaques. Or pendant les dix premières secondes de chauffage, la matière se ramollit et les plaques peuvent légèrement s'ajuster du fait de la présence des colliers, la plaque supérieure pouvant se déplacer vers le bas pour se mettre en contact parfait avec la plaque inférieure. Ce mouvement pourrait également s'expliquer par une éventuelle relaxation des contraintes résiduelles héritées de la phase d'injection des plaques.

A la fin du chauffage le déplacement est de 0.91 mm. Au début du refroidissement la température continue à diffuser dans la matière, c'est pourquoi le déplacement continue à augmenter légèrement dans la direction de l'axe « z » pendant 20 secondes pour atteindre finalement 0.96 mm. Par la suite le déplacement diminue en deux temps, en passant par un plateau aux alentours de 200 secondes. Il atteint finalement à la fin de l'essai 0.44 mm. Le plateau observé est vraisemblablement relié à la transformation de phase (cristallisation) puisqu'il apparaît simultanément avec celui observé sur les courbes de suivi de la température (*Figure 4-44*).

Nous avons placé un axe au centre de la plaque comme le montre *Figure 4-58* pour tracer le déplacement suivant z en fonction de la position suivant x . Le déplacement a

été reporté sur le graphe à différents instants au cours du chauffage puis pendant le refroidissement (*Figure 4-59*).

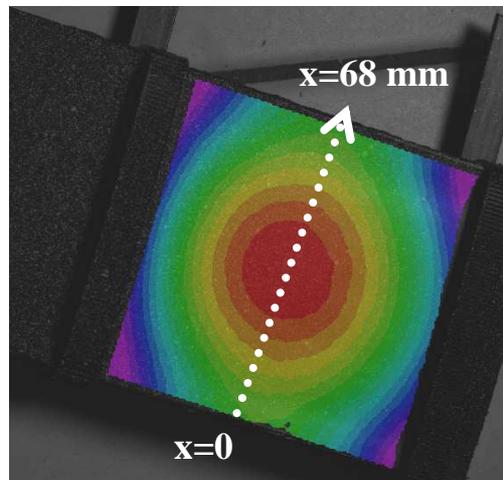
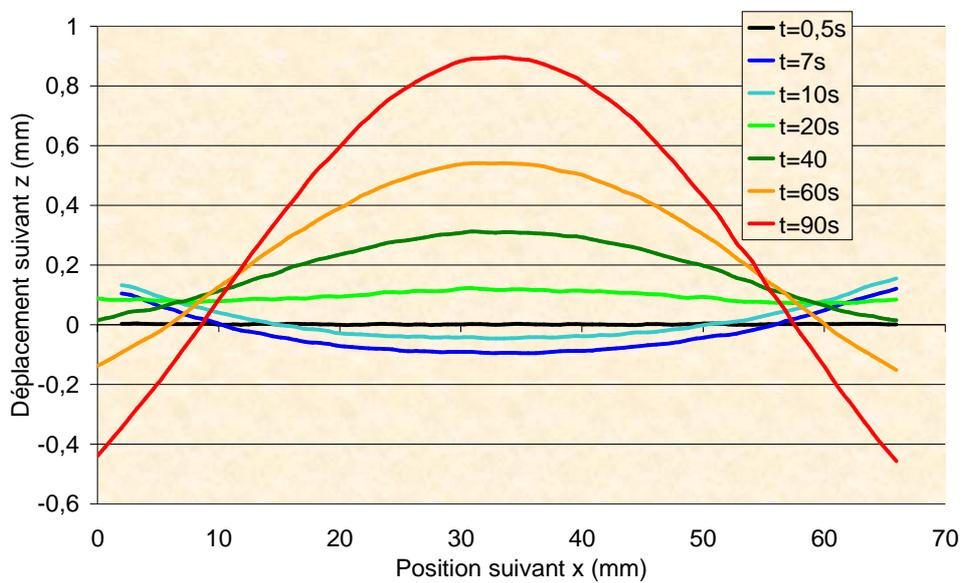
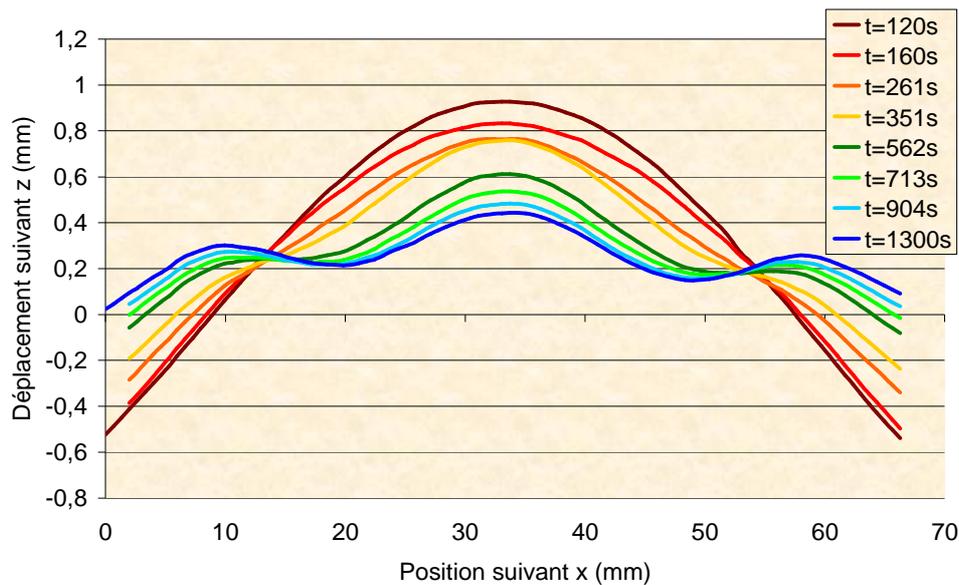


Figure 4-58 : Position de l'axe x pour mesurer les déplacements suivant z



(a) Chauffage



(b) Refroidissement

Figure 4-59 : Déplacement suivant l'axe z en fonction de la position suivant x pendant le chauffage et le refroidissement

On voit à nouveau que pendant les premières secondes de chauffage, au centre de la plaque le déplacement est négatif contrairement à ce qui se passe au niveau des bords. Après 20 secondes, le déplacement devient positif et commence à prendre une forme parabolique. Le déplacement est symétrique de part et d'autre du centre de la plaque.

Pendant le refroidissement, après la cristallisation, la courbe change de forme et présente trois positions maximales. Malgré la symétrie ces courbes montrent que le retrait thermique n'est pas homogène dans la plaque. Les zones d'affaissement correspondent à la limite entre la zone couverte par le fil chauffant (zone chaude) et les bords (zone froide).

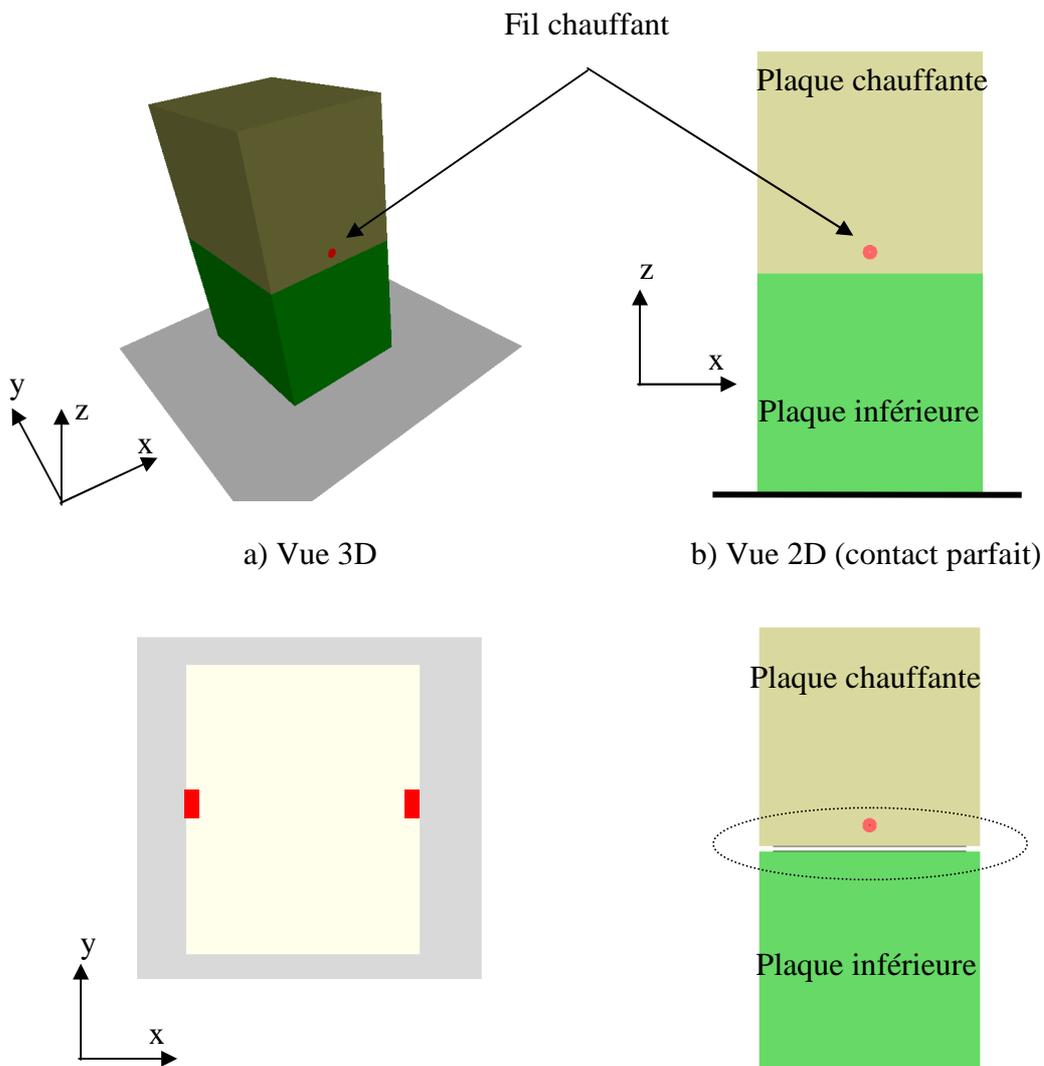
4.3.4.2 Modèle élasto-visco-plastique

Afin de comparer les déformations expérimentales et numériques liées à la dilation thermique du PE, nous nous sommes intéressés au couplage entre la thermique, la transformation de phase et la mécanique.

4.3.4.2.1 Application sur un modèle simple

Avant de simuler le comportement de l'assemblage des plaques, nous avons effectué une étude préliminaire de faisabilité avec un modèle simple. Deux cubes de mêmes dimensions ($8*8*8 \text{ mm}^3$) sont considérés dont un comporte un fil chauffant (*Figure 4-60 a*). Le cube inférieur est maintenu à l'aide d'un outil rigide qui s'oppose au déplacement du cube. Pour maintenir la plaque supérieure en place, un déplacement nul est imposé sur les côtés de la face supérieure, comme indiqué sur la *Figure 4-60 c*. Un plan de symétrie est imposé au niveau des autres faces.

En réalité, un espacement peut avoir lieu entre l'accessoire et le tube. Deux cas seront étudiés : dans le premier cas les deux cubes sont en contact parfait (*Figure 4-60 b*) et dans le deuxième l'espacement entre les deux cubes est de 0.2mm (*Figure 4-60 d*).



c) Face supérieure (déplacement nul imposé) d) Vue 2D (espacement de 0.2 mm)

Figure 4-60 : Dispositif simple de soudage

Les coefficients thermiques et les coefficients d'échange entre les différents corps sont identiques à ceux utilisés dans la partie thermique.

Pour reproduire au mieux les phénomènes thermiques, la température du fil imposée correspond à celle mesurée expérimentalement avec l'essai 7V/91sec. A ce stade, seule la phase de chauffage a été modélisée.

Le maillage a été raffiné autour du fil chauffant dans la plaque supérieure pour permettre de capter d'éventuels gradients thermiques et changements de phases très localisés (*Figure 4-61*).

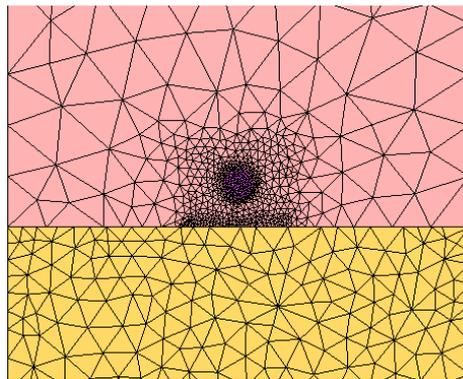
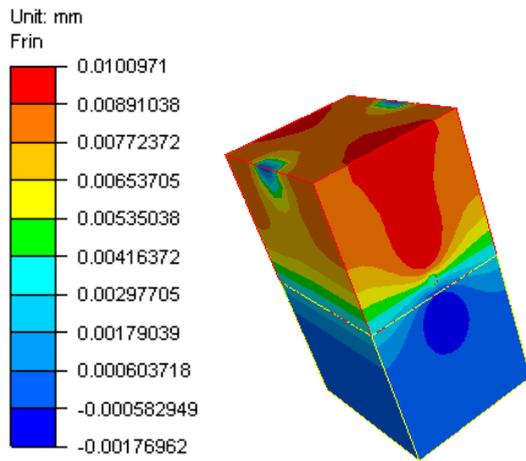
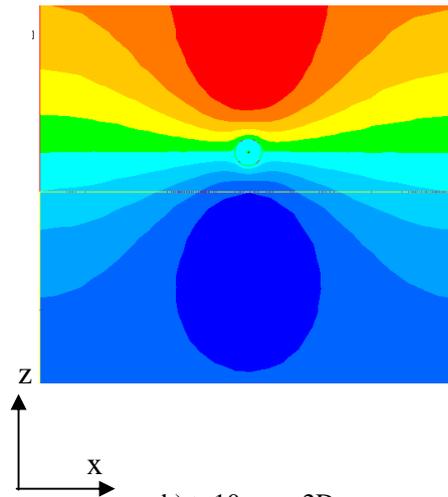


Figure 4-61 Maillage raffiné autour du fil chauffant

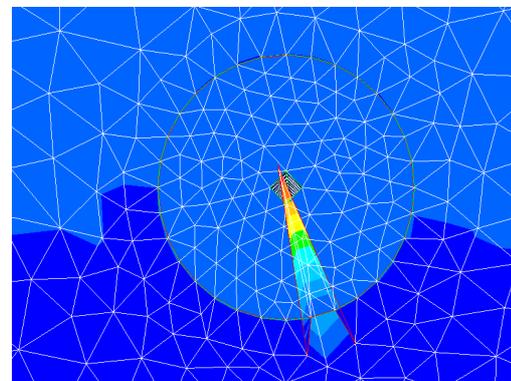
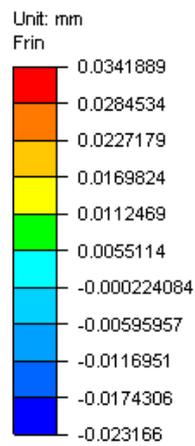
Au début du chauffage (*Figure 4-62*), quand toute la matière est encore à l'état solide, le déplacement (dans la direction de l'axe z) dans les plaques est distribué d'une façon plutôt homogène (déplacement maximal de 0.01 mm). Après 12 secondes de chauffage, la température du fil atteint 152 °C et le PE qui l'entoure atteint 130 °C ce qui correspond plus ou moins à sa température de fusion. À cette température, le coefficient de dilatation passe de $2.10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ à $10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Le déplacement maximal est mesuré au niveau du fil chauffant (0.034mm). Trois dixièmes de seconde plus tard, le calcul a divergé.



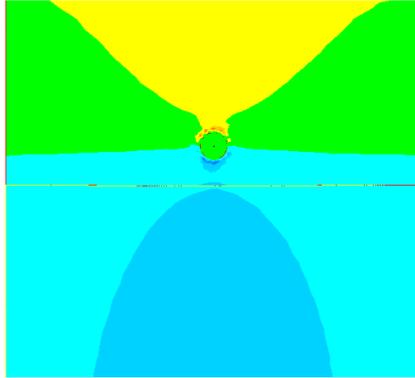
a) t=10s Vue 2D



b) t=10s vue 2D



d) t= 12.3s zoom autour du fil chauffant



c) t=12s vue 2D

Figure 4-62: Champ du déplacement dans la direction z à différents instants pendant le chauffage

Cela semble correspondre à un instant où une partie de la matière passe de l'état solide à l'état fondu. Dans le processus de soudage par électrofusion, l'alternance de zones froides et chaudes limite en outre fortement l'écoulement de la matière. Les taux de déformation tendent ainsi vers le zéro et peuvent être à l'origine d'instabilités numériques importantes.

La distribution des contraintes de von Mises (*Figure 4-63*) montre clairement la présence de deux zones, la transition de l'une à l'autre étant particulièrement brutale : la première en bleu où les contraintes sont de l'ordre de 10^{-3} MPa et la deuxième où les contraintes évoluent entre 1.5 et 4.5 MPa.

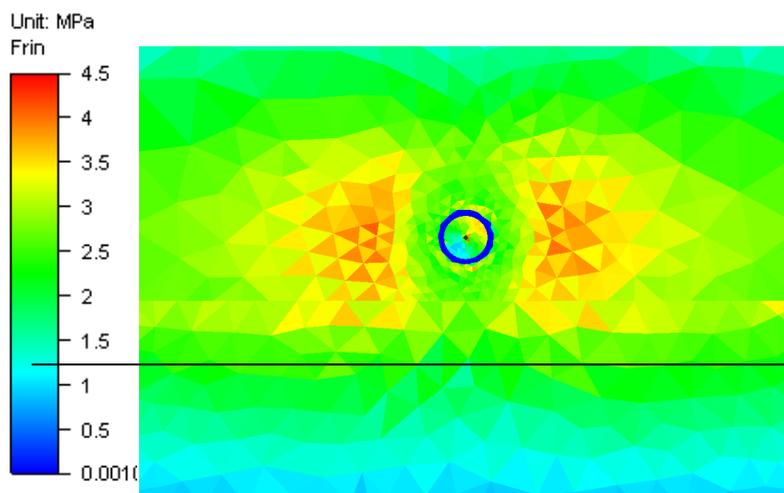


Figure 4-63 : Distribution des contraintes de von Mises autour du fil chauffant

La coexistence de matière à l'état fondu avec une limite élastique très faible et de matière à l'état solide avec une limite élastique plus de 1000 fois plus élevée semble être incompatible avec le modèle élasto-visco-plastique choisi initialement. Nous avons finalement pris la décision de nous tourner vers un modèle élastique pur et de fixer la valeur minimale de la limite élastique à 2.5 MPa. Le module d'Young et le coefficient de Poisson ont été choisis de façon à évoluer avec la température (*Tableau 4-2*). Cette valeur correspond à la contrainte de von Mises calculée autour de la partie fondue à l'instant $t=12s$. Elle est proche d'ailleurs de celle utilisée par Rosala [Rosala, 1995]. Cette hypothèse forte aura deux conséquences sur les résultats numériques : la surestimation des contraintes pendant le chauffage dans la zone fondue et du retour élastique pendant la phase de refroidissement.

Température °C	Module d'Young	Coefficient de Poisson
0	1422	0,41
25	885	0,44
50	440	0,46

75	100	0,47
100	40	0,48
130	2	0,49
400	2	0,49

Tableau 4-2 : Evolution du module d'Young et du coefficient de Poisson avec la température

Deux cas de figure (avec ou sans espacement initial entre les deux cubes) ont finalement été étudiés. Les deux ont convergé grâce au changement de valeur de la limite élastique. Ci-dessous sont affichés les champs des contraintes de von Mises autour du fil chauffant. La transition brutale observée avec l'étude précédente a désormais disparu.

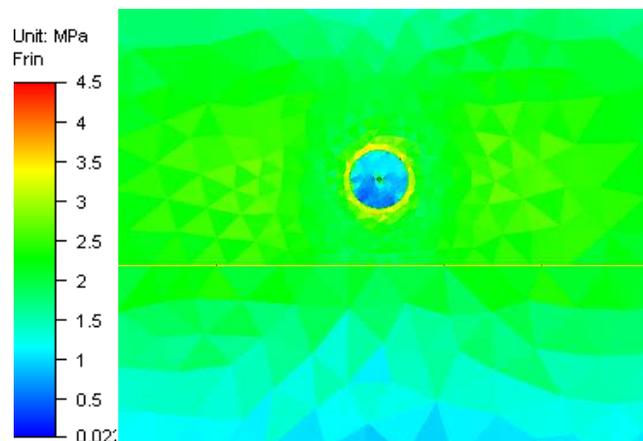


Figure 4-64: Distribution des contraintes de von Mises autour du fil chauffant (limite élastique $> 2.5\text{MPa}$)

Les champs de déplacement à différents instants du chauffage pour les deux cas d'étude sont présentés sur la Figure 4-65. L'impact de la dilatation est nettement visible dans le deuxième cas où après 91 secondes de chauffage, l'écart initial imposé entre les deux objets a quasiment disparu.

	Cas 1 (sans espacement)	Cas 2 (espacement 0.2 mm)
--	-------------------------	---------------------------

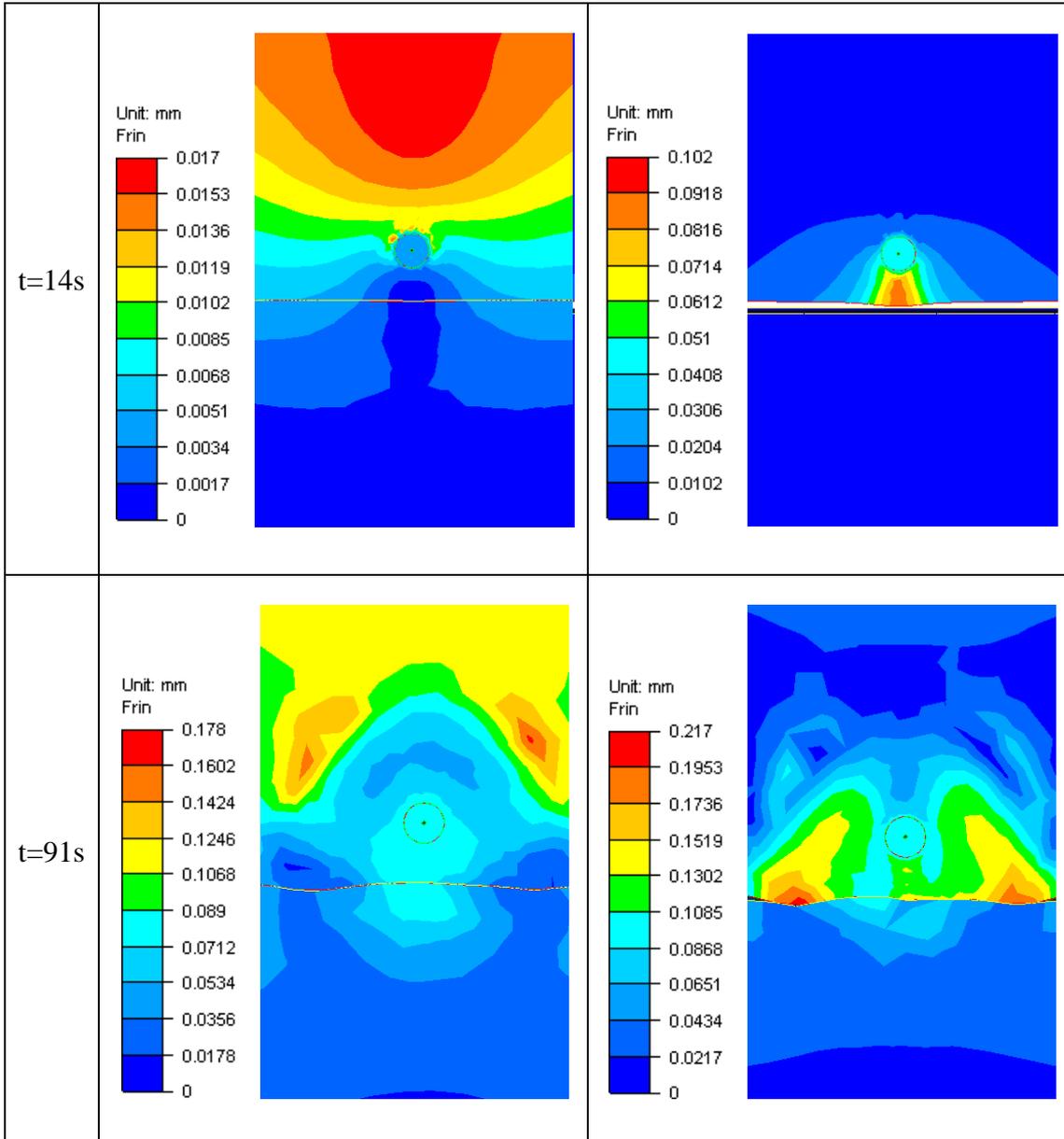


Figure 4-65: Champs de déplacement pour deux études différentes à deux instants différents

Cette étude de faisabilité a montré que, moyennant un artifice numérique sans lequel le calcul tendrait à diverger, il est possible de prendre en compte les phénomènes de dilatation thermique. Nous avons donc envisagé de passer au modèle des plaques chauffantes, plus coûteux en termes de temps de calcul du fait du nombre élevé d'éléments. Bien entendu nous avons fixé, pour l'ensemble des calculs à venir, une limite élastique du PE supérieure à 2.5 MPa.

4.3.4.2.2 Application sur la géométrie des plaques

Nous allons dans cette partie simuler le soudage des plaques chauffantes. La limite élastique ayant été artificiellement modifiée pour éviter les phénomènes d'instabilité numérique, ni la présence éventuelle de contraintes résiduelles ni le retour élastique de la matière ne peuvent être étudiés. Pour ces raisons, la phase de refroidissement n'a pas été étudiée. Seule la phase de chauffage a été simulée et le champ de déplacement a été comparé à celui présenté précédemment obtenu expérimentalement.

Lors des calculs purement thermiques, nous avons mentionné le nombre déjà très important d'éléments, rendant le calcul relativement lourd. La prise en compte du couplage thermomécanique ne faisant que complexifier encore davantage les calculs, nous avons décidé de diminuer le nombre d'éléments. Nous avons opté pour un maillage très fin au niveau des interfaces et grossier ailleurs.

Nous avons appliqué des conditions aux limites de chauffage similaires à celles utilisées pour la simulation thermique 7V/91s (4.3.2.3). Les deux plaques ont été considérées comme étant initialement en contact parfait. Pour la modélisation des colliers, nous avons le choix entre appliquer une condition aux limites en pression ou imposer un déplacement nul. Expérimentalement, nous n'avons pas d'information sur la pression générée par les colliers. Nous avons donc opté pour la seconde solution, tout en étant conscients qu'en réalité, la pression générée par les colliers oblige la matière à se déformer à leur contact.

Nous avons tracé l'évolution du déplacement dans la direction z en fonction du temps (*Figure 4-66*), en un point au niveau du centre de la surface externe de la plaque chauffante, obtenu d'une part avec le calcul et d'autre part par corrélation d'images. Les deux courbes sont relativement proches. Le calcul ne reproduit pas le déplacement négatif obtenu au début du chauffage, et la différence en fin de chauffage est de l'ordre de 15%. Ce résultat semble malgré tout prometteur, le phénomène de dilation étant relativement réaliste.

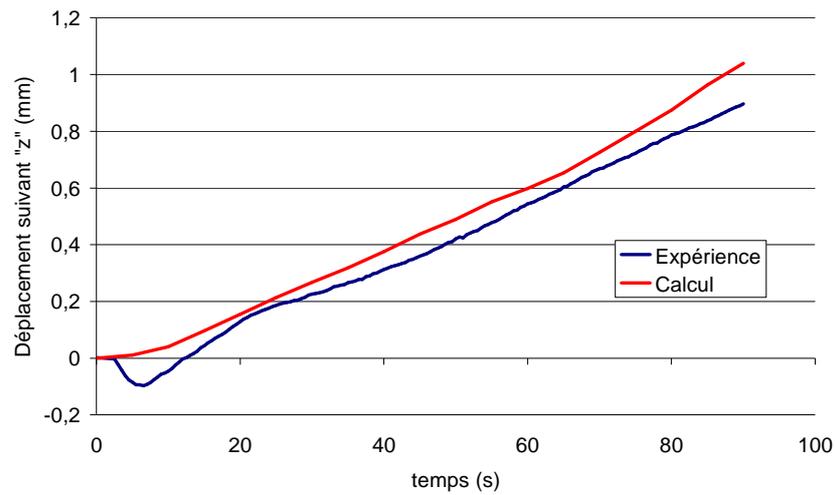
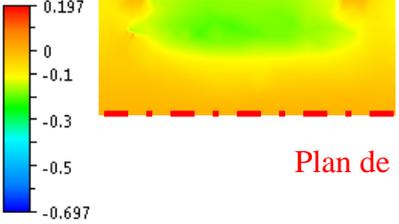
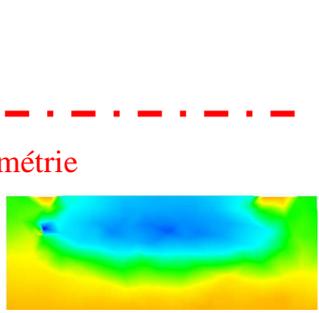
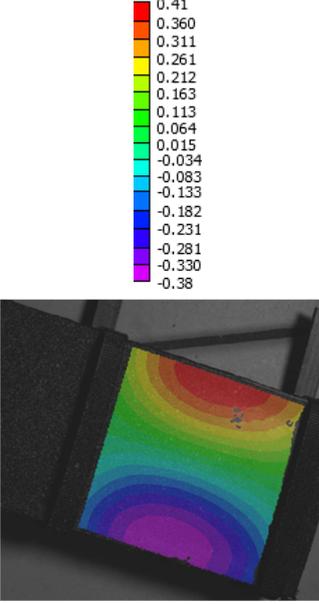
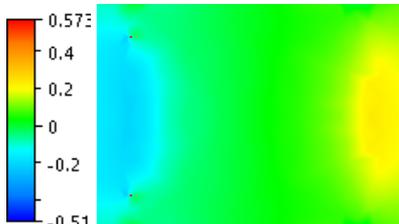
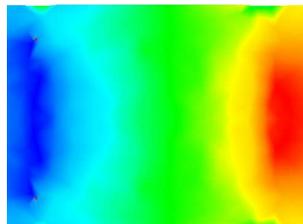
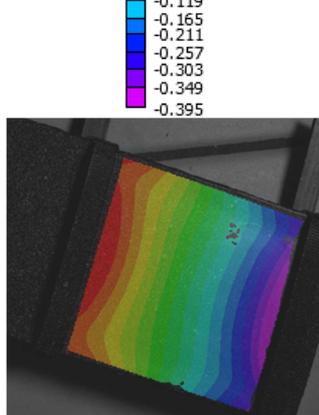


Figure 4-66 Déplacement numérique et expérimental suivant l'axe z au centre de la surface externe de la plaque chauffante

La Figure 4-67 présente les champs de déplacement obtenus par le calcul, à différents temps de chauffage, au niveau de la surface externe de la plaque chauffante.

Numérique (t=40s)	Numérique (t=91s)	Expérimental (t=91s)
Déplacement suivant l'axe « x » en mm		
	 <p style="text-align: center; color: red;">Plan de symétrie</p>	
Déplacement suivant l'axe « y » en mm		
		

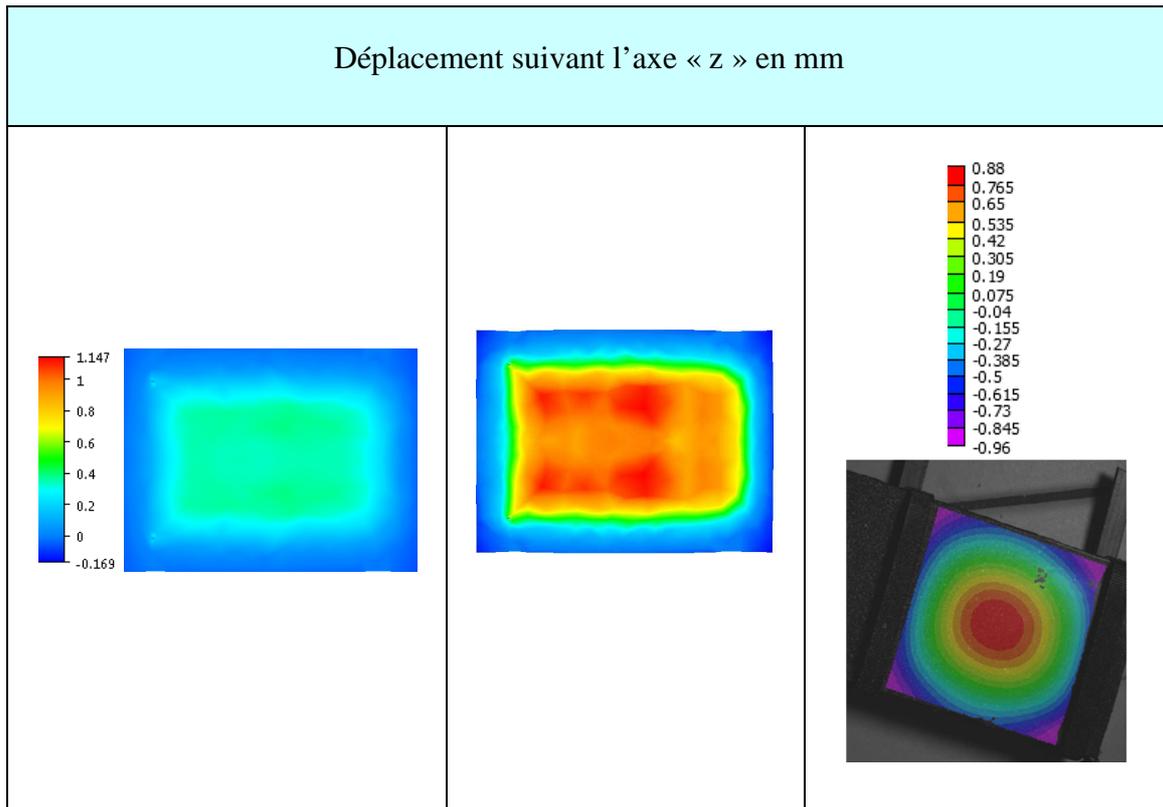


Figure 4-67 : Comparaison des champs de déplacement obtenus par l'expérience et le calcul

Qualitativement le modèle numérique reproduit globalement assez bien le champ de déplacement obtenu expérimentalement, à l'exception des zones de contact avec les colliers, un déplacement nul ayant été imposé numériquement dans toute les directions.

Le *Tableau 4-3* récapitule les déplacements maximaux obtenus expérimentalement et numériquement dans les trois directions. L'erreur la plus importante (75%) est celle réalisée sur la largeur des plaques (direction x). Expérimentalement, les colliers ont tendance à pousser la matière vers l'intérieur, ce qui n'est pas le cas numériquement, c'est pour cette raison que la différence est aussi élevée. Suivant les directions y et z la différence est plus faible (25%).

Direction	Calcul (mm)	Expérience (mm)	Différence (%)
x	0,7	0,4	75
y	0,5	0,4	25
z	1,1	0,88	25

Tableau 4-3 : Déplacement maximal obtenu par le calcul et l'expérience suivant les trois directions

Pour conclure, l'utilisation d'un modèle élastique pour modéliser la rhéologie du polyéthylène semble satisfaisante en première approximation, du moins pour simuler la phase de chauffage. Une voie d'amélioration des résultats serait une meilleure prise en compte des conditions aux limites imposées au niveau des colliers de serrage mais cette information semble délicate à obtenir expérimentalement.

4.4 Conclusion

L'objectif initial de ce chapitre était de valider le modèle numérique en comparant les résultats numériques prédits par le modèle à des résultats expérimentaux tant en termes d'évolution de la température, du taux de transformation de la matière, du taux d'interdiffusion et des champs de déformation.

Un dispositif expérimental original, censé faciliter l'accès aux données expérimentales a été proposé et réalisé au laboratoire. La température a été mesurée à plusieurs endroits de l'assemblage avec des thermocouples. Les mesures de température réalisées pour plusieurs conditions de chauffage différentes ont montré une reproductibilité globalement satisfaisante tout en nous renseignant sur le positionnement optimal des thermocouples (en sandwich entre les plaques plutôt qu'orthogonalement à celles-ci). Dans les zones situées en périphérie des fils chauffants, les gradients de température sont extrêmement importants, la mesure de température y est moins précise et donc la comparaison avec le modèle numérique plus difficile. Un décrochage dans l'évolution expérimentale de la température à l'interface entre la plaque chauffante et la plaque inférieure et qui apparaît vers 150 °C a été observé, phénomène qui n'est pas reproduit par le modèle numérique. Ce décrochage a déjà été signalé par plusieurs auteurs. Deux hypothèses ont été formulées pour expliquer ce phénomène : un contact imparfait initialement entre les plaques qui s'améliorerait au cours du chauffage ou un mouvement des thermocouples lorsque la matière commence à fondre.

En dehors de cet aspect, le modèle numérique prédit relativement fidèlement l'évolution de la température à plusieurs endroits de l'assemblage, notamment au niveau du fil

chauffant, à l'interface entre les plaques et au niveau des surfaces externes. Les vitesses de chauffage et de refroidissement, ainsi que le plateau de cristallisation sont également très bien prédits par le calcul.

La technique dite du «sèche cheveux » a permis de mettre en évidence les zones qui ont fondu au cours du soudage et de les comparer au taux de transformation prédit par le modèle numérique. Les deux se sont révélés être très proches tant qualitativement que quantitativement.

Les faciès de rupture révélés expérimentalement à l'aide d'essais de pelage ont été confrontés au taux d'interdiffusion à l'interface calculé par le modèle numérique. Cela a confirmé l'intérêt de ce critère comme prédicteur de la qualité du soudage.

Enfin, nous avons utilisé une technique de corrélation d'images pour mesurer les déformations au niveau de la surface externe de la plaque chauffante. Les résultats ont été confrontés à ceux obtenus numériquement à l'aide d'un comportement élastique pur pour le PE. Le modèle élasto-visco-plastique initial a en effet rapidement montré ses limites du fait des faibles taux de déformation rencontrés et surtout de la transition extrêmement brutale entre matériau solide et fondu au cours du chauffage. Qualitativement, les résultats du calcul se rapprochent des données expérimentales. Le modèle numérique surestime néanmoins les déplacements dans les directions de x et y, principalement du fait du choix effectué pour appliquer les conditions aux limites correspondant aux colliers de serrage.

Notre modèle numérique ayant à présent été validé sur de nombreux points clefs, nous allons tenter dans le chapitre suivant de le mettre à profit en l'appliquant dans un premier temps pour étudier l'influence des conditions de soudage sur la soudure, puis à des accessoires réels utilisés sur le terrain. Les aspects mécaniques devant encore être améliorés, les études qui vont suivre sont uniquement thermiques. Les effets liés à la dilatation thermique seront notamment négligés.

5.1	Introduction	169
5.2	Application sur géométrie plane.....	170
5.2.1	Plan d'expérience	170
5.2.2	Conditions de soudages retenues.....	172
5.2.3	Mise en évidence expérimentale de l'influence de l'état de surface sur le soudage.....	173
5.2.4	Essais de pelage	175
5.2.4.1	Courbes Force/déplacement	175
5.2.4.2	Faciès de rupture (expérimentales/numériques).....	180
5.3	Application sur pièces industrielles.....	182
5.3.1	Réalisation des géométries 3D (les pièces)	183
5.3.1.1	Le manchon	183
5.3.1.2	La selle de raccordement	185
5.3.2	Application des conditions aux limites.....	186
5.3.3	Résultats des simulations.....	187
5.3.3.1	Manchon	187
5.3.3.2	Selle de raccordement.....	190
5.4	Conclusion	192

5.1 Introduction

Le modèle numérique a été validé pour différentes conditions de soudage. L'étape suivante consiste à étudier l'influence des paramètres de soudage (temps et puissance) sur la qualité de la soudure. L'étude que nous avons proposée à cet effet consiste à appliquer différents temps de soudage et tensions sur les assemblages, d'effectuer des essais de pelage et de comparer les modes de rupture à ceux prédits par le modèle numérique.

Cette étude a été réalisée à l'aide de la géométrie plane introduite au chapitre précédent.

Dans une deuxième partie, le modèle numérique sera utilisé pour simuler le soudage de pièces industrielles (un manchon et une selle de raccordement) en leur appliquant des conditions de chauffage mesurées expérimentalement. L'évolution de la température, de la zone fondue et du paramètre d'interdiffusion seront simulés pour prédire la qualité de la soudure pour les conditions imposées.

5.2 Application sur géométrie plane

Le modèle numérique ayant été validé sur notre géométrie plane, nous avons tenté de l'utiliser à des fins d'optimisation des conditions de soudage sur cette même géométrie. Cette étude consiste à prédire à l'aide du modèle numérique la qualité d'une soudure pour différentes conditions de chauffage et de vérifier a posteriori ces résultats à l'aide d'essais de pelage, notamment à travers l'étude des faciès de rupture.

5.2.1 Plan d'expérience

Pour déterminer les jeux de paramètres nécessaires à notre étude deux étapes ont été nécessaires :

- Trois expériences ont été menées pour différentes conditions de soudage : 7V/91s, 8V/68s et 6V/111s. La puissance fournie au système a été déduite des valeurs de tension et d'intensité enregistrées expérimentalement pour ces trois conditions (*Figure 5-1*). A partir de cette courbe expérimentale, il nous est possible d'extrapoler l'évolution de la puissance pour d'autres durées d'application (40 ou 60 s par exemple, comme illustré sur la figure suivante pour l'essai à 8V).

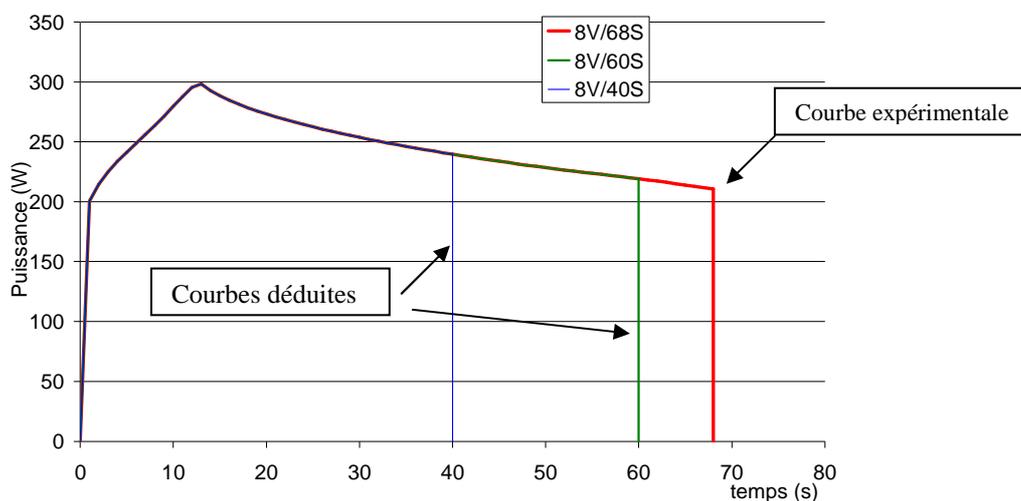


Figure 5-1 : Evolution de la puissance fournie au système expérimentalement pour un essai 8V/68s et courbes extrapolées

- Pour chacune des trois tensions de références (6, 7 et 8 V), des simulations du soudage ont été lancées pour différents temps de chauffage. La proportion de surface supposée bien soudée, par rapport à la surface couverte par les fils, à l'issue du calcul a été déterminée pour chacune des conditions (*Tableau 5-1*). Il a ainsi été possible d'identifier des conditions de chauffage conduisant à des surfaces supposées non-soudées, partiellement soudées ou parfaitement soudées.

U=6V	t (s)	% surface soudée	U=7V	t (s)	% surface soudée	U=8V	t (s)	% surface soudée
Non soudage	0	0	Non soudage	0	0	Non soudage	0	0
	55	0		45	0		35	0
	58	0	Soudage partiel	50	72	Soudage partiel	40	45
	62	0		54	81		47	87
Soudage partiel	66	63		63	88		54	93
	72	77	72	92	Soudage complet	60	96	
	77	83	Soudage complet	81		96	68	99
	88	88		91		99	74	100
99	92	99		100		80	101	
Soudage complet	111	96	108	100				
	121	98						
	132	100						

Tableau 5-1 Présentation des différentes conditions de soudage appliquées au modèle numérique et le taux de surface bien soudée correspondant prédit par le modèle numérique

L'évolution calculée de la zone bien soudée a été tracée en fonction du temps de chauffage pour les trois tensions étudiées (*Figure 5-2*). Nous constatons la présence de deux temps de chauffage critiques pour chaque tension en-deçà ou au-delà desquels le type de soudage change. Jusqu'à un temps critique différent d'une condition de soudage à une autre, l'interdiffusion est tout d'abord insuffisante. Jusqu'à cet instant, le modèle numérique prédit une absence totale de soudage. Puis le pourcentage de surface soudée augmente brusquement pour atteindre un pourcentage compris entre 65 et 85 %,

correspondant à un soudage partiel. L'évolution ralentit alors avant d'atteindre les 100 % (soudage complet). Marshall et al. [Marshall, 1991] et Bowman et al. [Bowman, 1992] ont observé le même phénomène à partir d'essais de pelage à savoir la présence de ces trois zones, la transition brutale entre le non soudage et le soudage partiel et le plateau après un certain temps de chauffage.

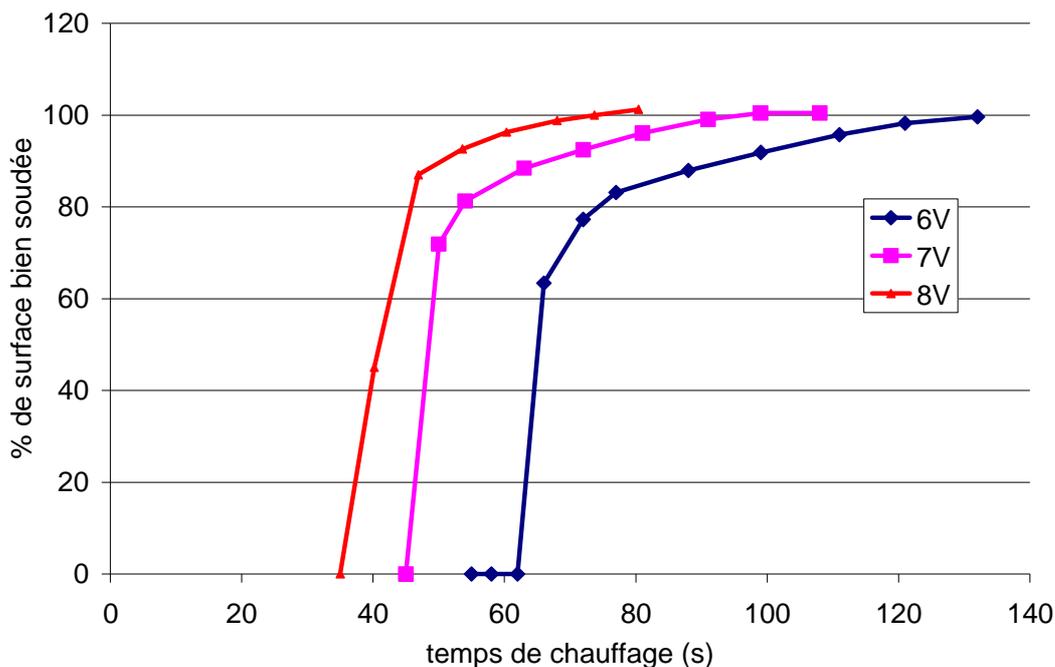


Figure 5-2 : Evolution du pourcentage de la zone bien soudée en fonction du temps de chauffage pour trois voltages

5.2.2 Conditions de soudages retenues

Le nombre de plaques dont nous disposions était limité. Aussi, pour notre étude expérimentale, nous n'avons pas réalisé l'ensemble des conditions reportées dans le Tableau 5-1 précédent. Nous avons choisi de limiter le nombre d'expériences en sélectionnant uniquement des jeux de paramètres qui se rapprochent des différents temps critiques déterminés précédemment et pour lesquels nous nous attendons à avoir trois états de soudage différents : non soudage (0 %), soudage partiel (de 5 à 85 %) et soudage complet (de 95 à 100 %). Le tableau suivant résume les différents jeux de paramètres sélectionnés (Tableau 5-2).

Certaines des conditions reportées dans le tableau correspondent à des conditions de soudage calculées avec les conditions de chauffage réellement déduites des premières expériences (en rouge dans le tableau suivant). Les autres ont été déterminées à partir des courbes extrapolées.

U (V)		t (s)	% surface soudée (numérique)
6V	1	61	0
	2	63	21
	3	72	77
	4	96	91
	5	111	98
7V	6	43	0
	7	46	15
	8	46	15
	9	52	77
	10	91	99
	11	91	99
8V	12	36	13
	13	40	45
	14	62	97
	15	68	99
	16	80	102

Tableau 5-2 Présentation des différentes conditions de soudages sélectionnées pour la campagne expérimentale (avec les conditions de soudage attendues)

5.2.3 Mise en évidence expérimentale de l'influence de l'état de surface sur le soudage

Avant de procéder aux essais de soudage, nous avons cherché à étudier l'influence du nettoyage des surfaces sur la qualité de la soudure. Trois essais ont été effectués avec la même condition de chauffage : 7V pendant 46 secondes. Dans deux cas, les surfaces ont été nettoyées à l'aide d'un solvant (Méthyle-éthyle-cétone). Le troisième jeu de plaque a été soudé sans nettoyage préalable. La force de pelage, obtenue pour les trois essais a été tracée en fonction du déplacement imposé (Figure 5-3). Il y a un facteur 8 entre les

éprouvettes nettoyées et celles qui ne l'ont pas été révélant ainsi l'importance capitale du nettoyage préalable sur la qualité de la soudure.

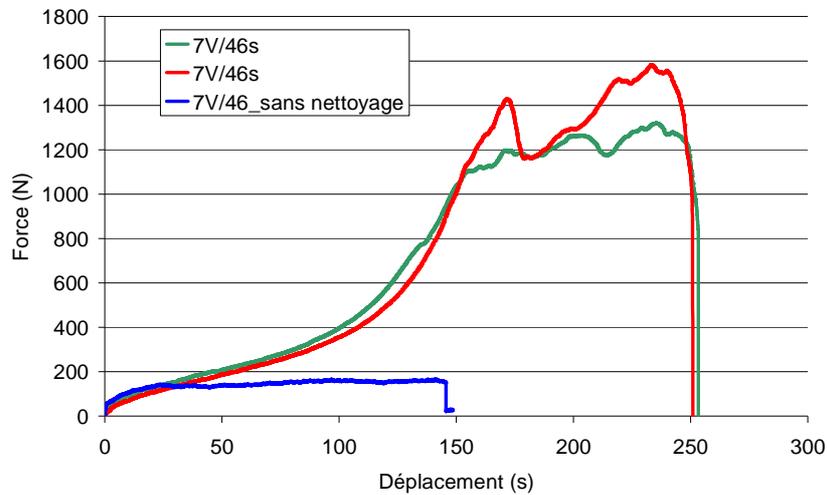


Figure 5-3 Evolution de la force en fonction du déplacement pour trois soudages avec ou sans nettoyage préalable des plaques

Le critère de soudage, tel qu'on l'a présenté dans le paragraphe (4.2.1.1), repose sur l'observation de la zone où la rupture a lieu. La partie en bleu sur la Figure 5-4, délimitée à la main, correspond à la zone couverte par le fil chauffant et celle en rouge à la zone qui a été soudée. Le fait de visualiser le fil chauffant reflète clairement le transfert de matière qui a eu lieu d'une plaque à l'autre, traduisant le phénomène d'interdiffusion. Lors de l'essai de pelage, la rupture s'est amorcée dans une zone située entre le fil et l'interface puis s'est propagée dans le plan du fil. La totalité de la zone située au niveau du fil chauffant n'étant pas révélée, on peut supposer que le soudage n'a été que partiel. En l'absence de nettoyage, le fil n'est pas apparent. Les deux plaques se sont « décohésées » au niveau de l'interface ce qui démontre l'absence d'interdiffusion, probablement due à un mauvais contact entre les deux plaques lié à la présence de graisse probablement. Le faible niveau d'effort obtenu (Figure 5-3) confirme cette hypothèse.

Nos observations rejoignent celles réalisées par Miska et al. [Miska, 1991] et Gueugnaut et al. [Gueugnaut, 1993-1997] qui ont étudié l'influence du nettoyage et de l'oxydation

sur la qualité du soudage. Pour la suite de notre étude, les interfaces seront traitées et nettoyées avec un solvant.

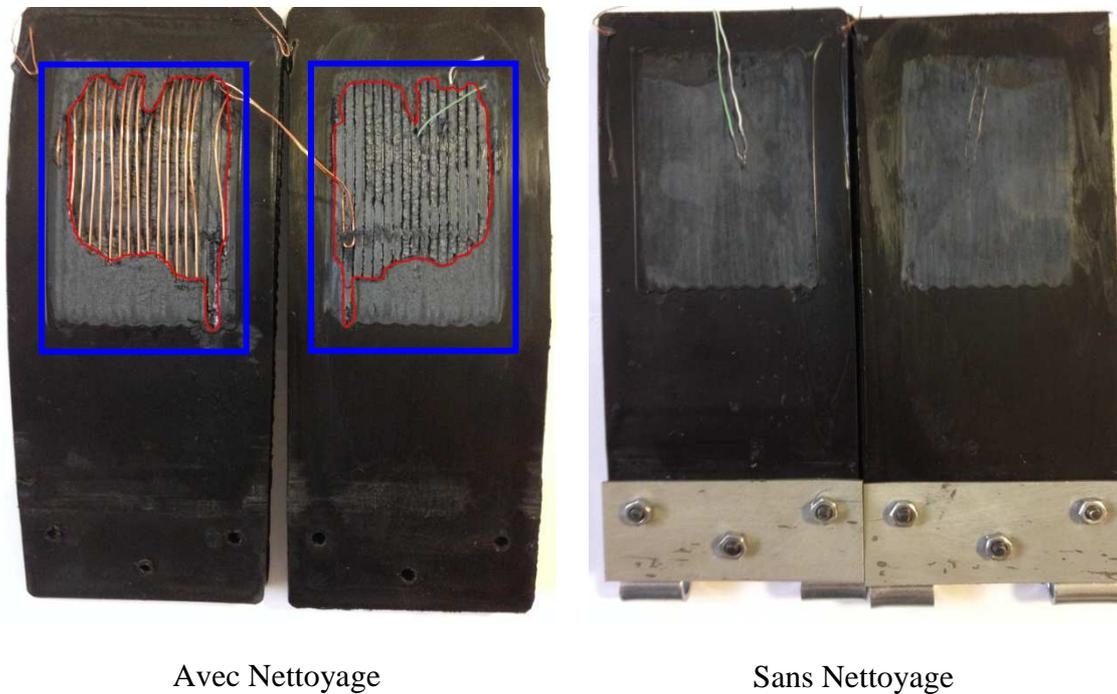


Figure 5-4 : Présentation de deux faciès de rupture obtenus avec la même condition de chauffage pour deux conditions de nettoyage différentes.

5.2.4 Essais de pelage

5.2.4.1 Courbes Force/déplacement

L'évolution de la force en fonction du déplacement a été tracée (*Figure 5-5*) pour les différentes conditions de soudage reportées dans le *Tableau 5-2*.

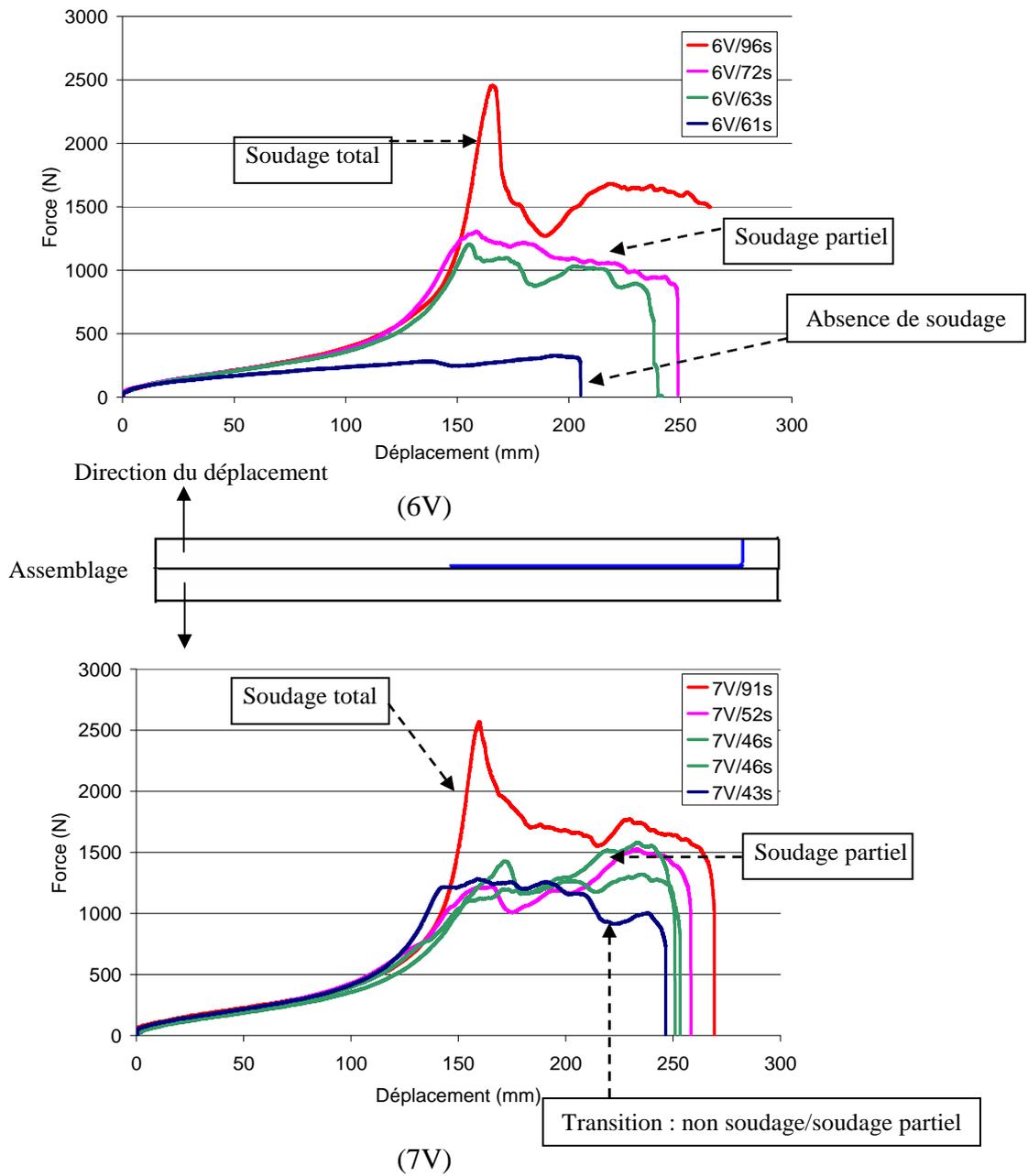


Figure 5-5 : Evolution des forces en fonction du déplacement (6V et 7V)

On distingue dans un premier temps une partie commune à tous les essais et qui correspond à la déformation de la partie non soudée des plaques. Au cours de cette étape, la force augmente progressivement pendant les 150 premiers millimètres de déplacement. Au delà de cette position, on va pouvoir distinguer trois types d'évolution possibles :

- Dans le cas d'un soudage total (entre 95 et 100 %) : la force augmente tout d'abord brusquement pour atteindre un premier pic d'effort, dont la valeur dépasse généralement 1700 N (6V/96 et 7V/91). Ce premier pic correspond à l'apparition de la fissure. Il s'en suit une diminution de l'effort. Puis l'effort augmente à nouveau pour atteindre un deuxième pic. A cet instant la fissure se localise au milieu de la plaque chauffante, là où l'interdiffusion doit atteindre a priori son niveau le plus élevé. Enfin la rupture se produit lorsque la fissure sort de la zone soudée.
- Soudage partiel (entre 5 et 85%) : Le même type d'évolution peut être observé dans le cas du soudage partiel avec des efforts qui ne dépassent pas cette fois-ci 1500 N. Dans certains cas le premier pic correspondant à l'amorçage de la fissure est plus faible et apparaît pour un déplacement plus important que dans le cas du soudage à 100% (7V/52s et 7V/46s). Parfois ce premier pic n'apparaît pas clairement (par exemple 6V/72s, 6V/63s et 7V/43s). L'effort passe par une valeur maximale puis diminue progressivement jusqu'à la rupture.
- Absence de soudage (0 à 5%, « collage») : l'effort ne dépasse jamais les 300N, et la rupture se produit bien avant la fin de la surface couverte par le fil chauffant (6V/61s).

Alors que le modèle numérique prédisait une absence de soudage pour 7V/45s, on s'aperçoit qu'expérimentalement, la courbe correspondant à 43s de chauffage semble indiquer un soudage partiel.

Le déplacement des mors de la machine d'essai correspondant à l'apparition de la rupture dépend clairement des conditions de soudage. Il augmente avec le temps de chauffage et la puissance appliquée.

Dans d'autres cas de soudage à 100%, la fissure s'est propagée dans la matière loin de l'interface entre les deux plaques. Dans ce cas là, les courbes force déplacement n'ont pas été tracées parce que les plaques ont été sollicitées en cisaillement (*Figure 5-6*) et l'interface n'a pas été révélée. L'éprouvette se comporte dans ce cas comme un seul et unique objet.

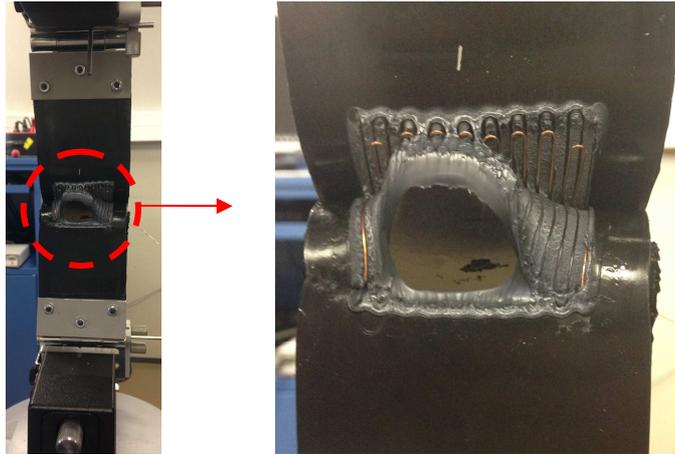


Figure 5-6 : Propagation de la fissure au cœur de la matière au cours du pelage

Alors que la simulation prédisait des soudages à 100% lorsqu'on appliquait une tension de 8V, les courbes résultantes (*Figure 5-7*) ne sont pas cohérentes avec le comportement observé pour les tensions plus faibles (6 et 7V).

Pour un temps de chauffage de 62 secondes, l'effort maximal mesuré est étonnement supérieur à celui obtenu pour des durées de chauffage plus importantes (68 et 80 secondes).

En fait au cours de l'essai de pelage, nous nous sommes aperçus que la matière semblait s'effriter au fur et à mesure que l'essai avançait. Nous savons que la matière se dégrade au-delà d'une certaine température et que cette température limite dépend de la vitesse de chauffage. Or, dans les conditions appliquées expérimentalement le modèle numérique prédit une vitesse de chauffage supérieure à 340 °C/min et une température maximale dans le plan du fil chauffant supérieure à 426 °C pour ces deux conditions de soudage (8V/68s et 8V/80s). Selon Bowman [Bowman, 1977], avec des vitesses aussi élevées, la température à laquelle la matière se dégrade est de 350 °C ceci explique vraisemblablement le comportement observé expérimentalement. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par Nishimura et al. [Nishimura, 1989] qui ont étudié la sensibilité de l'effort maximal mesuré à la dégradation de la matière.

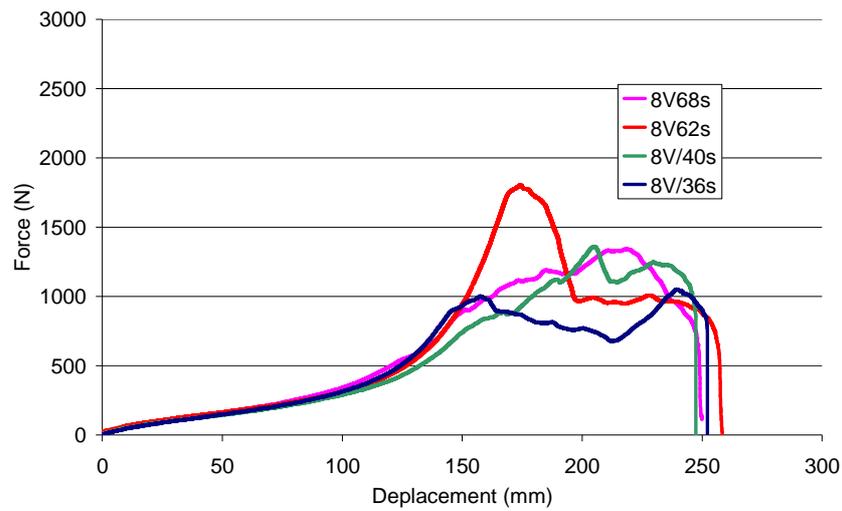


Figure 5-7: Evolution de la force en fonction du déplacement (8V)

La dégradation de la matière est également identifiable en observant les faciès de rupture présentés ci-dessous pour les deux conditions de soudage (8V/68s et 8V/80s). La zone dégradée se caractérise par une couleur noire mate. On constate par ailleurs le déplacement des fils chauffants dans le plan au cours du soudage, notamment après 80 secondes de chauffage.

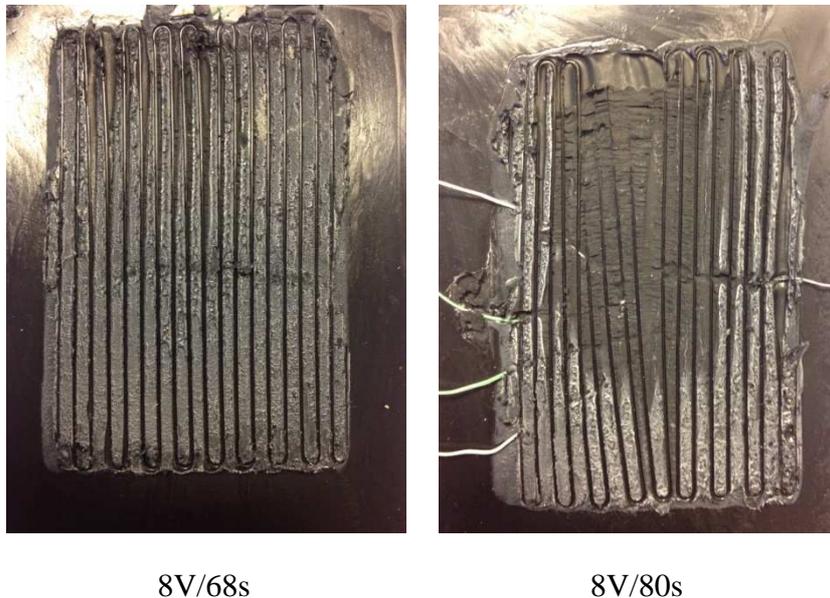


Figure 5-8 : Faciès de rupture pour deux conditions de soudages : 8V/68s et 8V/80s

5.2.4.2 *Faciès de rupture (expérimentales/numériques)*

Les faciès de rupture obtenus expérimentalement et numériquement ont été comparés (*Figure 5-9*). Trois familles de faciès sont mises en évidence, correspondant à du collage (non soudage), du soudage partiel et du soudage à 100 %. On rappelle que numériquement, la zone bien soudée est représentée par la couleur rouge

Dans le premier cas (6V/61s) la rupture est apparue à l'interface. Elle reflète une interdiffusion insuffisante pour le soudage. Numériquement, cela se traduit sous la forme d'une zone bleue correspondant à un paramètre d'interdiffusion inférieur au critère (10^{-5} s).

Dans le cas des soudages partiels : la rupture se produit à l'interface ou dans le plan du fil. Quand la rupture se propage au niveau de l'interface, la rupture est fragile; dans le cas contraire elle peut varier entre fragile et ductile pour des taux de soudage entre à 5 et 95 %. Numériquement, nous avons vu que la transition entre un état non soudé et celui de soudage partiel est extrêmement rapide. Nous avons estimé le pourcentage de zone bien soudée comme variant entre 35 et 70 %.

Les faciès de rupture, obtenus après les essais de pelage pour les essais supposés conduire à des soudages partiels, ne concordent pas parfaitement avec les faciès prédits par le modèle numérique. Par ailleurs des conditions de soudage identiques ne conduisent pas forcément à un même profil.

Globalement, la forme du faciès de rupture n'est pas exactement la même si l'on compare calcul et expérience. Néanmoins, la surface soudée semble être du même ordre de grandeur. L'état de la soudure au niveau de la zone couverte par les trois derniers fils (les plus externes) est bien reproduit.

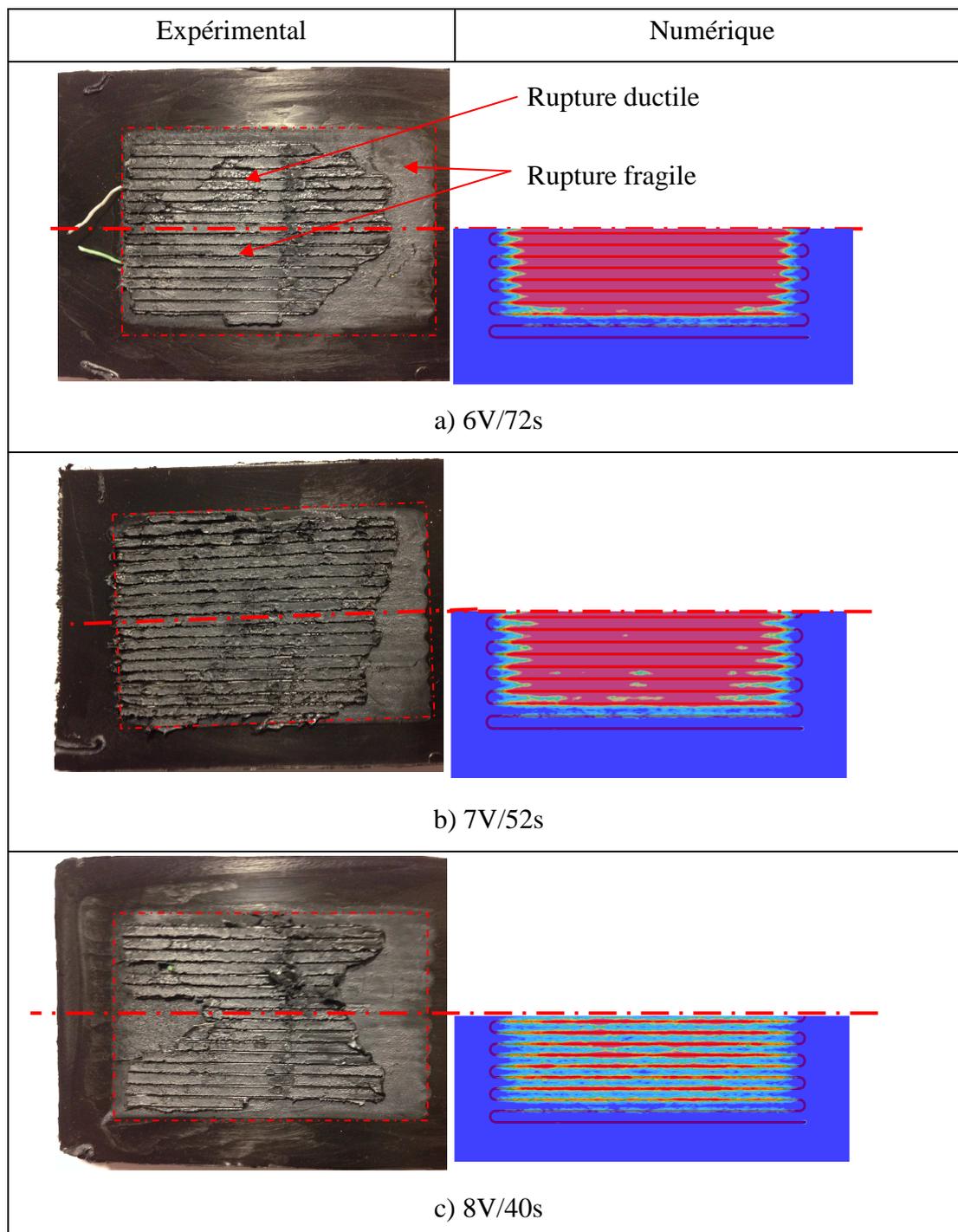


Figure 5-9 : Faciès de ruptures expérimental et numérique pour différentes conditions de soudage partiel

Si l'on s'intéresse à présent aux cas où le modèle numérique prédit une surface soudée supérieure à 95 %, on observe expérimentalement l'apparition de la rupture dans le plan

du fil chauffant (*Figure 5-10*). Elle est de type ductile. Dans certain cas, la fissure se propage dans la matière loin de l'interface qui n'est plus accessible.



Figure 5-10: Faciès de rupture pour un soudage supposé (numériquement) égal à 98%

En conclusion de cette campagne d'essai, il est intéressant de constater que le modèle numérique parvient relativement bien à prédire si le soudage aura lieu ou non en fonction des conditions de soudage imposées. En revanche, nous ne sommes pas parvenus à valider le modèle dans la zone de transition très fine. La surface soudée est du même ordre de grandeur mais le faciès de rupture peut être différent. Le fait que les essais expérimentaux ne soient pas parfaitement reproductibles (faciès de rupture différents pour des conditions de soudage identiques) semble indiquer que dans l'état actuel de nos éprouvettes, il est difficile d'espérer mieux.

Etant visiblement en mesure de prédire les conditions limites de soudage pour notre modèle plan (0 % ou 100 % de soudage), nous allons appliquer notre modèle numérique à des pièces industrielles utilisées pour les réseaux de gaz. C'est ce que nous allons mettre en œuvre dans le paragraphe suivant.

5.3 Application sur pièces industrielles

Après avoir validé le modèle numérique sur notre système de plaques chauffantes, nous avons effectué une simulation numérique du manchon et de la selle de raccordement présentés au paragraphe « 1.3.1.2 ». Le soudage étant réalisé alors que le gaz circule dans les tuyaux, il est indispensable de respecter les règles ci-dessous :

- Le paramètre d'interdiffusion doit être supérieur au critère de bon soudage à l'interface entre le manchon et le tube,
- La température maximale atteinte sur la surface interne du tube (T_1) doit être inférieure à 80 °C,
- La température du PE ne doit pas dépasser 350 °C pour ne pas dégrader la matière.

5.3.1 Réalisation des géométries 3D (les pièces)

5.3.1.1 Le manchon

Le diamètre interne du manchon correspond exactement au diamètre externe du tube (20 mm). L'épaisseur du manchon est de 5 mm, alors que celle du tube est relativement fine (1,8 mm).

Comme schématisé sur la *Figure 5-11* le manchon, qui est utilisé en général pour assembler deux tubes, est composé de trois zones : deux comportant chacune les boucles du fil chauffant (9 dans l'exemple traité) et une autre dite froide (de longueur 8 mm dans l'exemple traité) qui sépare les deux premières.

Le fil chauffant, de diamètre 0,5 mm dans l'exemple traité, a un enroulement circulaire autour de l'axe du tube. L'espacement entre deux boucles adjacentes est ici de 2 mm. La distance qui sépare le fil chauffant de l'interface est de 0,5 mm dans l'exemple traité.

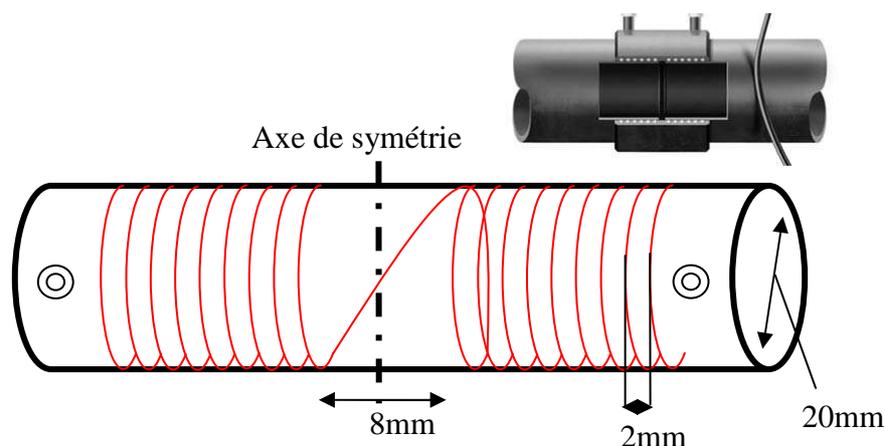


Figure 5-11 Présentation du manchon à modéliser

(NB : Ces caractéristiques diffèrent d'un fabricant à l'autre)

Le manchon n'est pas parfaitement symétrique, notamment du fait de l'enroulement du fil chauffant. Mais en première approximation et pour diminuer le temps de calcul, un plan de symétrie a été considéré pour n'avoir à modéliser qu'une moitié du manchon (Figure 5-12).

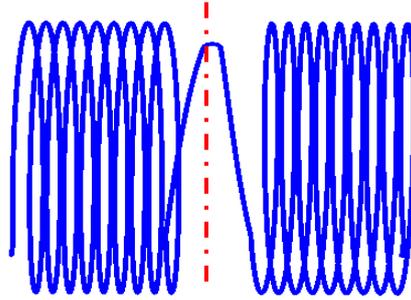


Figure 5-12 : Présentation du manchon modélisé, une fois le plan de symétrie pris en compte

Dans ce cas, le fil qui relie les deux zones ne reflète pas parfaitement la réalité. Si l'on suppose qu'il est loin de la zone de soudage, on peut penser que son influence est faible.

La même procédure que celle utilisée pour le maillage des plaques chauffantes a été utilisée pour le celui du manchon (Figure 5-13). Le maillage est donc conforme entre les différents corps tout en étant anisotrope aux interfaces et dans le volume. Le manchon, le fil chauffant et le tube sont respectivement discrétisés à l'aide de 859 782, 166 794 et 252 558 éléments.

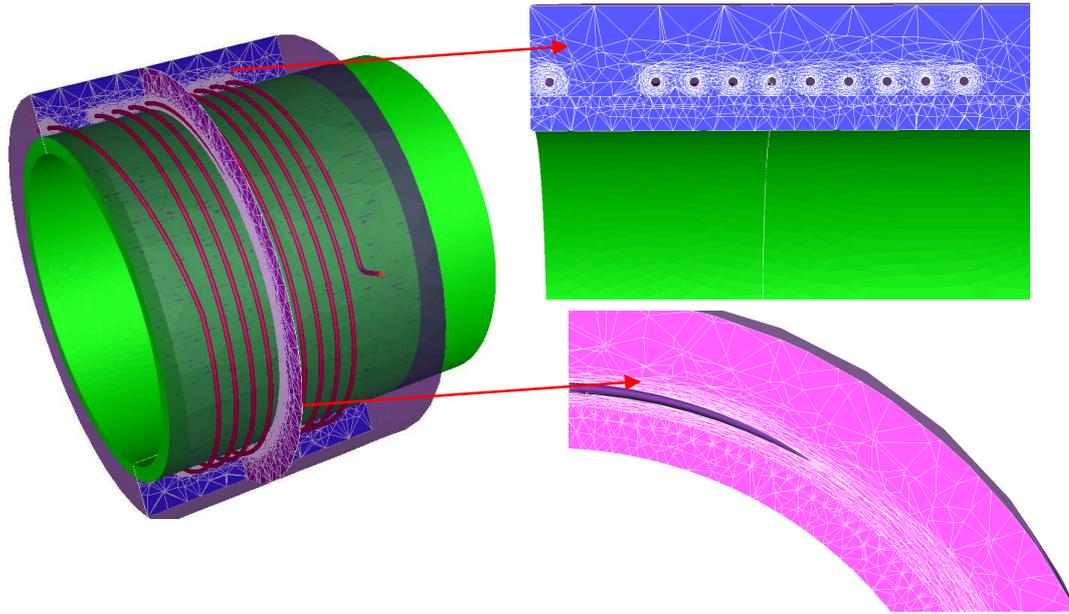


Figure 5-13 Modèle 3D de l'assemblage du manchon avec le tube

5.3.1.2 La selle de raccordement

La géométrie de la selle de raccordement est plus complexe que celle du manchon en raison de l'enroulement du fil chauffant qui a une forme en spirale projetée en trois dimensions. L'important étant que la distance réelle entre le fil chauffant et l'interface soit respectée, nous avons proposé, pour des raisons de simplification d'aplanir l'ensemble de la structure, comme indiqué sur la *Figure 5-14*. Concernant les dimensions, nous avons construit notre modèle sur la base des informations mesurée sur la pièce industrielle réelle : le diamètre du fil chauffant est de 0,52 mm, l'espacement entre les boucles de la spirale est de 2 mm et l'épaisseur du tube et de la selle sont respectivement 6mm et 8 mm.

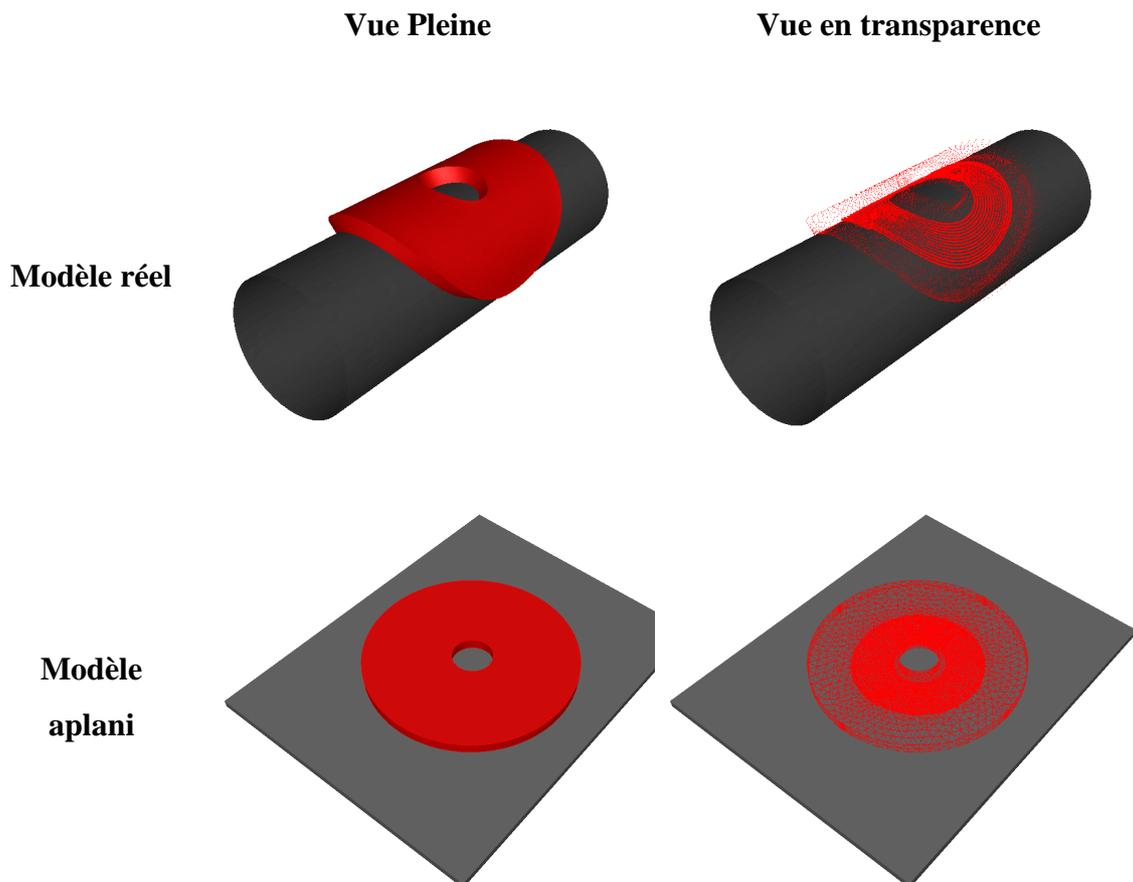


Figure 5-14: Modèle 3D de l'assemblage de la selle de raccordement avec le tube

5.3.2 Application des conditions aux limites

Les conditions aux limites et les coefficients d'échange entre les différents corps ont été pris identiques à ceux utilisés dans la simulation des plaques chauffantes, à savoir :

- Température ambiante de 23 °C
- Le coefficient d'échange thermique avec l'air ($17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
- Une condition de symétrie dans le cas du manchon
- Deux résistances de contact sont prises en compte : entre le fil et l'accessoire et entre l'accessoire et le tube

Pour appliquer les conditions de chauffage, nous nous sommes basés sur deux soudages réalisés en conditions réelles. La condition de chauffage consiste à appliquer la

puissance mesurée expérimentalement sur le fil chauffant (*Figure 5-15*) (166 W pendant 25 secondes pour le manchon et 85 secondes pour la selle de raccordement).

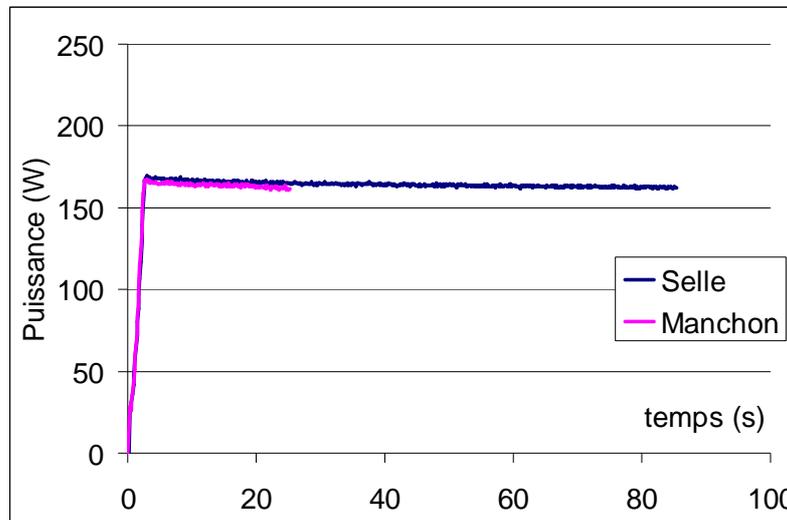


Figure 5-15 : Puissance injectée expérimentalement sur le manchon et la selle de dérivation (données GDF SUEZ)

5.3.3 Résultats des simulations

5.3.3.1 Manchon

La *Figure 5-16* permet de suivre l'évolution de la phase fondue au cours du soudage dans le cas du manchon.

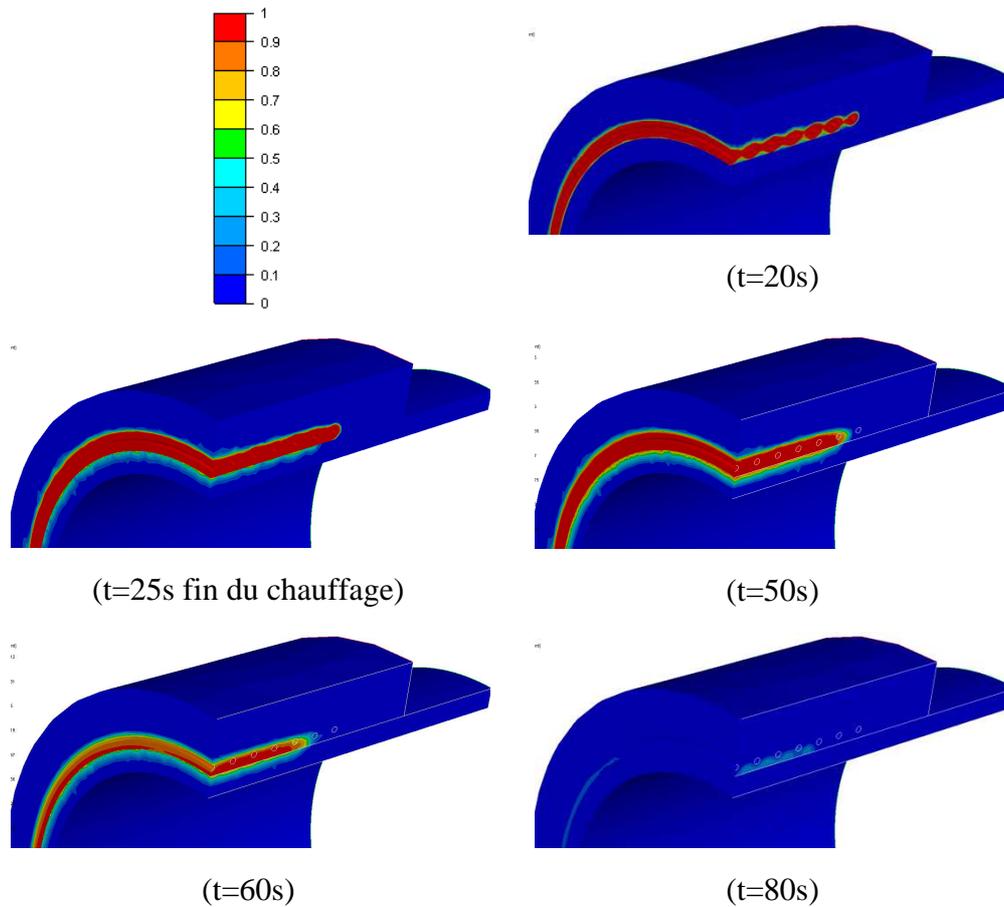


Figure 5-16 : Evolution de la phase fondue au cours du soudage à différents instants

L'évolution des températures au niveau du fil, au centre de l'interface entre le tube et le manchon et sur la surface interne du tube et du critère d'interdiffusion à l'interface sont présentées sur la *Figure 5-17*.

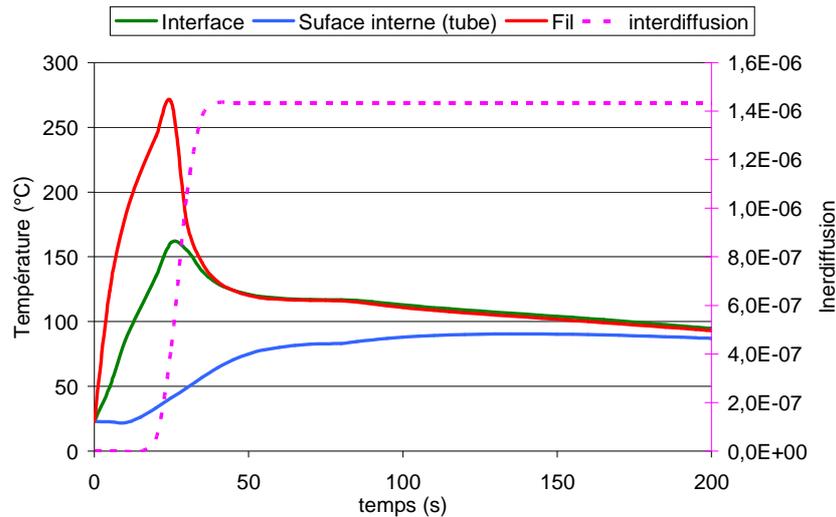


Figure 5-17 Evolution de la température au milieu du fil et au centre de l'interface et de la surface interne du tube et du paramètre d'interdiffusion au centre de l'interface

Cette simulation nous apprend qu'avec de telles conditions de soudage (40V/25s), le critère d'interdiffusion fixé à 10^{-5} s n'est jamais atteint, ce qui devrait a priori se traduire par un mauvais soudage. Ceci reste à confirmer expérimentalement via l'essai de décohésion.

Pourtant, dans ces mêmes conditions la température maximale atteinte dans le tube (zone en contact avec le gaz) est de l'ordre de 90 °C. Elle dépasse donc de 10 °C la température de sécurité souhaitée.

La solution visant à améliorer la qualité du soudage ne réside donc pas dans l'augmentation de la puissance injectée dans le système. Certes, cela permettrait d'atteindre une interdiffusion suffisante mais au détriment d'une température excessive dans le tube. Nous voici donc confrontés à un réel problème d'optimisation sous contraintes. La modification de la géométrie du manchon, de la nappe chauffante ou de l'épaisseur du tube pourrait être une réponse à ce problème, cette solution étant quelque peu radicale et coûteuse. Le recours au modèle numérique constitue ici une avancée majeure pour les industriels travaillant dans le domaine des raccords, puisqu'il peut leur permettre d'éviter la phase coûteuse du prototypage.

Ces résultats sur le calcul d'un manchon mériteraient toutefois la réalisation d'un essai expérimental instrumenté à l'aide de thermocouples pour être validés. Faute de temps, nous n'avons pu réaliser cette campagne de validation.

5.3.3.2 Selle de raccordement

Pour mémoire, nous avons présenté dans le premier chapitre un essai de soudage réalisé sur une selle de raccordement, avec des mesures de la température à l'interface. Nous avons tenté de reproduire cet essai à l'aide du modèle numérique afin d'une part, de le valider sur la base de mesures expérimentales et d'autre part d'évaluer la qualité de la soudure prédite pour ces conditions de soudage.

L'évolution de la température maximale mesurée expérimentalement à l'interface par deux thermocouples et celle obtenue numériquement par un capteur virtuel sont représentées sur la *Figure 5-18*. Le modèle numérique reproduit assez fidèlement l'évolution de la température à l'interface. Les températures maximales atteintes au niveau du fil chauffant et de la surface interne sont respectivement de 272 °C et 70 °C. Contrairement au cas du manchon précédent, ces valeurs de température sont compatibles avec les limites de sécurité imposées.

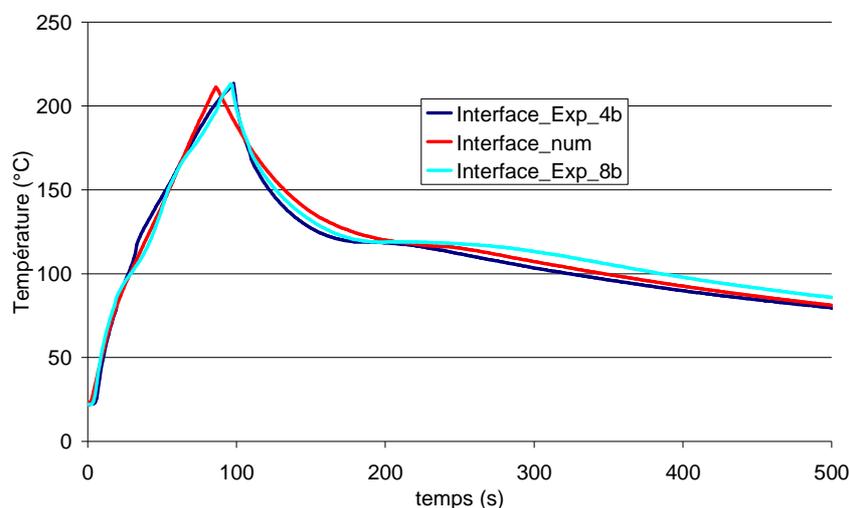


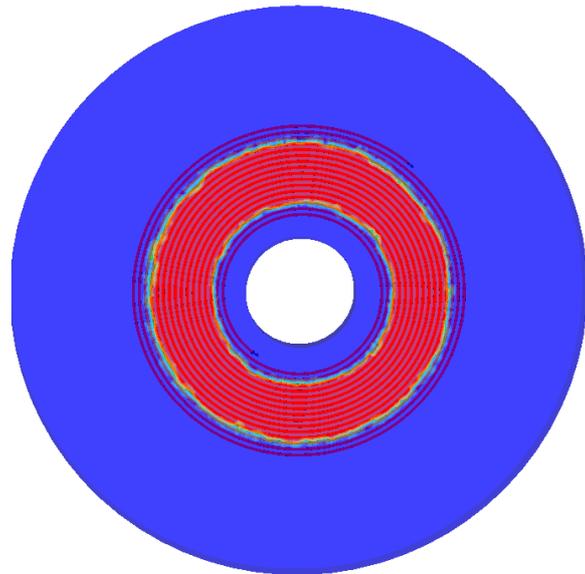
Figure 5-18: Evolution de la température à l'interface entre la selle et le tube

Un essai de pelage tel que celui décrit au paragraphe (4.2.1.1) a été effectué sur la selle de raccordement. La *Figure 5-19* présente la comparaison du faciès de rupture obtenu

expérimentalement avec le taux de matière bien soudée prédit par le modèle numérique coté tube. L'observation des faciès de rupture semble indiquer qu'il est difficile d'obtenir un soudage complet correspondant à la totalité de la surface couverte par le fil chauffant. Numériquement et expérimentalement, le soudage n'a pas été atteint au niveau des deux boucles externes du fil chauffant.



b) Expérimental



a) Numérique

Figure 5-19 : Faciès de rupture sur une selle de raccordement

5.4 Conclusion

A la différence de ce qui a déjà été fait jusqu'à aujourd'hui en terme de simulation numérique du soudage par électrofusion, notre modèle est capable de prédire la qualité du soudage pour une condition donnée. En outre, compte-tenu du caractère tridimensionnel des phénomènes mis en jeu lors du soudage, le recours à un modèle numérique 3D tel que celui que nous avons développé est un réel plus.

La comparaison des résultats numériques avec des faciès de rupture obtenus à l'aide d'un essai de pelage, montre que le modèle est capable de prédire trois états : mauvais soudage, bon soudage, et soudage partiel, avec une précision moindre toutefois sur ce dernier du fait du caractère extrêmement brutal de la transition d'un état à l'autre.

Le modèle est utilisable avec des géométries relativement simples telles les plaques chauffantes que nous avons mises au point mais aussi des géométries plus complexes telles que celles rencontrées avec les pièces industrielles. Aucun souci de convergence n'a été constaté, pour peu que l'on s'en tienne à une modélisation purement thermique. La prise en compte de couplages thermomécaniques est plus problématique. La simulation effectuée sur le manchon invite à s'interroger sur les conditions de soudage utilisées et confirme les craintes émises par la Direction Recherche & Innovation dans certains cas particuliers. Celle portant sur le piquage de dérivation semble en revanche conforter le fait qu'avec les conditions de chauffage utilisées ici, le soudage est de bonne qualité, même s'il ne semble pas couvrir la totalité des spires du fil chauffant, à condition néanmoins que les règles d'usage soient respectées. Nous avons en effet montré l'importante capitale que joue le nettoyage des surfaces notamment sur la qualité finale de la soudure.

Conclusions et discussions

Comme nous l'avons vu tout au long de ce manuscrit, l'étude du soudage de pièces en polyéthylène entre elles n'est pas triviale. Elle nécessite d'en comprendre les mécanismes, et d'identifier un certain nombre de grandeurs physiques pas toujours facilement accessibles.

Une fois replacé le problème dans son contexte, nous avons présenté dans le premier chapitre les différents procédés de soudage utilisés dans le domaine de la distribution de gaz et de l'eau, en insistant tout particulièrement sur le procédé qui nous intéresse: le soudage par électrofusion. Il met en jeu plusieurs « accessoires » parmi lesquels une nappe chauffante. Nous avons cherché à identifier quels étaient les mécanismes majeurs responsables du bon ou mauvais soudage des pièces en PE. .

Au cours du soudage, la matière coexiste à l'état solide et à l'état fondu. Nous en sommes arrivés à la conclusion qu'il était nécessaire de s'intéresser aux cinétiques de fusion et de cristallisation, au phénomène d'interdiffusion et à la dilatation thermique du polyéthylène.

L'approche proposée par Nakamura a été retenue pour déterminer le taux de transformation de la matière en cours de la fusion et de la cristallisation. Cette approche est une généralisation du modèle d'Ozawa ; elle permet de calculer le taux de transformation pour des vitesses de chauffages et de refroidissement quelconques. Une analyse par DSC a confirmé que, contrairement à ce qui se passe lors de la phase de fusion, le taux de transformation dépend de la vitesse à laquelle la matière refroidit, Cette analyse nous a permis de déterminer les paramètres qui caractérisent les lois de fusion et de cristallisation du PE 100 utilisé dans cette étude.

Le calcul du taux d'interdiffusion des macromolécules, basé sur la théorie de la reptation, a été choisi comme critère pour prédire la qualité d'une soudure. Le taux d'interdiffusion nécessaire pour avoir un bon soudage a été identifié par Saint-Royre. Il est basé notamment sur la température minimale à atteindre pour une vitesse de chauffage donnée et sur la durée pendant laquelle le matériau doit être chauffé.

Conclusions et discussions

Le calcul de l'évolution de la température nécessite l'évolution de la conductivité thermique du PE. Celle-ci a été mesurée en fonction de la température à l'aide d'un dispositif expérimental basé sur la méthode du « Lee's disk ». Elle diminue linéairement à l'état solide pour être constante à l'état fondu.

Nous avons également montré que la dilatation de la matière est fortement dépendante de la température et du taux de transformation. Elle prend sa valeur maximale lorsqu'on atteint la température de transition solide/fondu.

Le problème traité étant clairement tridimensionnel, nous avons fait le choix de modéliser le procédé de soudage en trois dimensions, contrairement à ce qui se faisait jusque là dans la littérature. Le logiciel Forge®, développé au laboratoire initialement pour la mise en forme des métaux, a été utilisé pour la simulation numérique. Il a été adapté à la simulation du soudage par électrofusion. Il permet en effet à présent de calculer le taux de transformation pendant les phases de chauffage et de refroidissement, de prendre en compte l'enthalpie de fusion et de cristallisation et de calculer le taux d'interdiffusion en tout point de l'interface. Nous avons montré qu'il est en mesure de prédire les zones soudées ou non.

Après avoir validé ces développements, nous avons vérifié la robustesse du modèle numérique en confrontant les prédictions numériques et des mesures expérimentales.

Pour faciliter l'accès aux grandeurs expérimentales, nous avons fait le choix de simplifier la géométrie des accessoires de soudage, en proposant une forme plane qui respectant néanmoins les dimensions d'un accessoire réel. Le dispositif expérimental, composé d'une plaque chauffante et d'une plaque représentant le tube à souder, a été conçu puis injecté au laboratoire.

Le modèle numérique reprend avec précision les conditions expérimentales de chauffage ainsi que les diverses conditions aux limites imposées aux éprouvettes. La géométrie a été réalisée avec le logiciel Gmsh qui a permis d'obtenir un maillage conforme entre les différents corps modélisés. Pour avoir un calcul précis des gradients de température, le remaillieur MTC développé au CEMEF a été utilisé de façon à obtenir un maillage anisotrope optimisé dans le volume autour du fil chauffant. Cette approche

Conclusions et discussions

présente l'avantage de considérablement réduire le nombre d'éléments tout en restant précis.

Dans un premier temps, la validation a porté sur l'évolution de la température dans la matière au cours du soudage. Le dispositif expérimental que nous avons proposé permet d'accéder à la température à plusieurs endroits. Bien que la faible conductivité du PE puisse être à l'origine d'une incertitude des mesures en particulier dans les zones à fort gradient thermique (situées en périphérie des fils chauffants), les mesures réalisées pour différentes conditions de soudage ont montré une reproductibilité satisfaisante. La confrontation entre résultats numériques et expérimentaux a montré que notre modèle numérique - dans lequel nous avons négligé en première approximation le couplage thermomécanique - est capable de prédire fidèlement l'évolution de la température à plusieurs endroits de l'assemblage, notamment au niveau du fil chauffant, à l'interface entre les plaques et au niveau des surfaces externes. Les vitesses de chauffage et de refroidissement et le plateau de cristallisation sont également bien reproduits par le modèle.

Pour valider le calcul du taux de transformation, nous avons eu recours à la technique dite du «sèche cheveux » qui a permis de révéler les zones qui ont fondu au cours du soudage. Les résultats numériques et expérimentaux sont relativement proches, tant qualitativement que quantitativement.

La validation du critère de soudage, basé sur le paramètre d'interdiffusion, a été réalisée à l'aide d'un essai de pelage qui a permis de révéler les différents faciès de rupture obtenus en fonction des conditions de chauffage. Les faciès obtenus expérimentalement et numériquement étaient relativement proches, les cas de soudages partiels étant les plus compliqués à traiter du fait de la transition extrêmement brutale entre les deux états soudés et non-soudés que nous avons également mis en évidence.

Nous avons ensuite cherché à reproduire les phénomènes de dilatation thermique qui prennent tout leur intérêt lorsqu'un espace initial existe entre les pièces à souder. Une simulation simpliste (en terme de géométrie) mais représentative du soudage a montré que, dans l'état actuel des développements, le modèle basé sur des lois de

Conclusions et discussions

comportement de type élasto-visco-plastique présente quelques difficultés à converger du fait de la coexistence dans certaines zones de matières fondue et solide. Le recours à un modèle élastique pur nous a toutefois permis de vérifier la concordance des déplacements de la matière prédits par le calcul au niveau de la surface externe de la plaque chauffante à des résultats expérimentaux obtenus à l'aide d'une technique de corrélation d'images.

Le modèle numérique a finalement été utilisé pour étudier le soudage de géométries plus complexes telles que celles rencontrées avec les pièces industrielles. La première simulation effectuée sur un manchon montre que le soudage n'a pas eu lieu entre le manchon et le tube. Ceci invite à s'interroger sur les conditions de soudage utilisées et confirme les craintes émises par la Direction Recherche & Innovation dans certains cas particuliers. Dans le cas du soudage d'un piquage de dérivation, le modèle indique que les conditions de chauffage utilisées conduisent à un soudage de bonne qualité, même si ce dernier n'est pas encore optimal.

A l'issue de ce travail, les connaissances relatives au procédé de soudage par électrofusion ont progressé. Les mécanismes mis en jeu sont clairement identifiés et en les prenant en compte dans notre modèle éléments finis tridimensionnel, il est à présent possible, pour une configuration donnée, de prédire si telle ou telle condition de chauffage conduit ou non à un soudage de bonne qualité. Il demeure néanmoins encore quelques points d'amélioration en commençant par la prise en compte des phénomènes de dilatation thermique. Les hypothèses très fortes que nous avons dû prendre pour mener à bien les calculs (comportement élastique linéaire) ne permettent en effet pas de prendre en considération la présence d'éventuelles contraintes résiduelles, ou encore le retrait de matière lors du refroidissement.

Nous avons supposé que les objets à souder sont en contact dès le début du soudage, y compris pour les cas industriels. Dans la réalité, un espacement plus ou moins important peut exister entre les plaques. La prise en compte du rayonnement entre les plaques du fait de la présence de l'air nécessiterait par exemple la création d'éléments virtuels. Le calcul des contraintes résiduelles après le refroidissement passe par des améliorations au

Conclusions et discussions

niveau du modèle numérique pour qu'il puisse gérer la coexistence de deux matériaux ayant des comportements différents.

Pour ce qui est de la caractérisation des propriétés thermiques des matériaux, une amélioration peut encore être apportée aux lois cinétiques pour rendre compte de la cristallisation secondaire non prise en compte dans le modèle sélectionné. La mesure de la conductivité thermique mériterait également de recourir à des techniques plus précises surtout pour calculer sa valeur à des températures proches de celle de la fusion ou de la cristallisation. Le modèle de diffusion peut également être appliqué à d'autres résines que celle que nous avons utilisée.

Enfin, il est prévu que le dispositif de plaques chauffantes que nous avons proposé dans cette étude soit utilisé à l'avenir pour améliorer la détection de défauts de surfaces ou différencier un soudage d'un collage à l'aide de techniques d'observation non-destructives.

Références bibliographiques

- Avrami M. (1939) “Kinetics of phase change. I. General theory”. *Journal of Chemical Physics*. Vol. 7, 1103–1112.
- Avrami M. (1940) “Kinetics of phase change. II. Transformation-time relations for random distribution of nuclei”. *Journal of Chemical Physics*. Vol. 8, 212-224.
- Avrami M. (1941) “Kinetics of phase change. III. Granulation, phase change, and microstructure”. *Journal of Chemical Physics*. Vol. 9, 177-184.
- Ageorges C., Ye L., Mai Y.W., Hou M. (1998) “Characteristics of resistance welding of lap-shear coupons. Part III. Crystallinity”. *Composites Part A*. Vol. 29, 921-932.
- Ageorges C., Ye L., Hou M. (2001) “Advances in fusion bonding techniques for joining hermoplastic matrix composites : a review”. *Composites Part A: applied science and manufacturing*. Vol. 32, 839-857.
- Ageorges C., Ye L. (2002) “Fusion Bonding of Polymer Composites”. Elsevier. ISBN 1-85233-429-0.
- Altun O., Erhan B.Y., Kalemtas A. (2008) “Problems for determining the thermal conductivity of TBCs by laser-flash method”. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. Vol. 30, 115-120.
- Antoniadis G., Paraskevopoulos K.M., Vassiliou A.A., Papageorgiou G.Z., Bikiaris D. (2011) “Nonisothermal melt-crystallization kinetics for in situ prepared poly(ethylene terephthalate)/monmorilonite (PET/OMMT)”. *Thermochimica acta*. Vol. 512, 161-169.
- Brennan W.P., Miller B., Whitwell J.C. (1968) “Thermal conductivity measurements with the differential scanning calorimeter”. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 12, 1800–1802.
- Billon N., Barq P., Haudin JM. (1991) “Modelling of the cooling of semi-crystalline polymers during their processing”. *International Polymer Processing VI*. Vol. 4, 348-355.
- Bowman J., Medhurst T., Portas R. (1992) “Procedures for Quantifying the Strength of Electrofusion Joints”. *Proc. Plastics Pipes WZZ*, paper B2 f 5, The Plastics and Rubber Institute, London.
- Brezzi, F. M. (1991). *Mixed and hybrid finite element methods*. (Springer-Verlag, Éd.) New-York.
- Bowman. J. (1997) “A review of the electrofusion joining process for polyethylene pipe systems”. *Polymer Engineering and Science*. Vol. 37,674-691.
- Chiu J., Fair P.G. (1979) “Determination of thermal conductivity by differential scanning calorimetry”. *Thermochimica Acta*. Vol. 34, 267-273.
- Chevrand J., Chéron J.J. (1986) “Knowledge of mechanisms taking place during electrofusion of polyethylene”. *Proceedings of the 1986 International Gas Research Conference, Toronto (Canada)*.

Références bibliographiques

- Coupez, T. (1995). Stable Stabilized finite element for 3D forming calculation. Communication interne.
- Cheng S. (2008) “Phase Transitions in Polymers: The Role of Metastable States”. Elsevier. ISBN 978-0-444-51911-5.
- De Gennes P. G. (1971) “Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles”. Journal of Chemical Physics. Vol. 55, 572-579.
- De Gennes P. G. (1979) “Scaling Concepts in Polymer Physics”. Cornell University Press, Ithaca (New York, États-Unis), ISBN 080141203X, 9780801412035.
- De Gennes P. G. (1980) Comptes Rendus de l’Académie des Sciences, Paris. B291,219.
- De Gennes P. G. (1982) “Dynamics of Entangled Polymer Chains”. L. Annual Review of Physical Chemistry. Vol. 33, 49-61.
- Dufour D., Meister E. (1989) “Polyethylene electrofusion technique : Prediction model of welding quality ”. International Gas Research Conference, Japan, 232-242.
- Dewitt R. (1992) “High performance PE compounds for safer gas and water transportation”. Proceedings of the Plastic Pipes VIII, C2/2-1, Köningshof–near-Eindhoven, Netherlands, September 21-24.
- Delaunay D, Le Bot P, Fulchiron R, Luye JF, Regnier G. (2000) “Nature of contact between polymer and mold in injection molding. Part I: influence of a non-perfect thermal contact”. Polymer Engineering and Science. Vol. 40, 1682-1691.
- Dawson A., Rides M., Nottay J. (2006) “The effect of pressure on the thermal conductivity of polymer melts”. Polymer Testing. Vol. 25, 268–275.
- Dawson A., Rides M., Allen C.R.G., Urquhart J.M. (2008) “Polymer-Mould interface heat transfer coefficient measurements for polymer processing”. Polymer Testing. Vol. 27, 555-565.
- Dos Santos W.N, De Sousa J.A, Gregorio Jr. R. (2013) “Thermal conductivity behaviour of polymers around glass transition and crystalline melting temperatures”. Polymer Testing. Vol. 32, 987-994.
- Edwards S. F. et Doi M. (1986) “The Theory of Polymer Dynamics”. Clarendon Press, Oxford, ISBN 0198520336, 9780198520337.
- Evans U. R. (1945) “The laws of expanding circles and spheres in relation to the lateral growth of surface films and the grain-size of metals”. Transfert Faraday Society. Vol. 41, 365-374.
- Eder M., Wlochowicz A. (1983) “Kinetics of non-isothermal crystallization of polyethylene and polypropylene”. Polymer. Vol. 24, 1593-1595.
- Fernandes F. (1985) “Modélisation et calcul de l’évolution de la température et de la microstructure au cours du refroidissement des aciers”. Thèse de doctorat, INPL Nancy.

Références bibliographiques

- Federspiel E., Gueugnaut D., Saint-Royre D. (1987) “Comparaison d’essais de soudage sur éprouvettes Pied d’éléphant interprétés au moyen de la théorie de la diffusion des macromolécules”. GDF-CERSTA.
- Fujikake M., Fukumura M., Kitao K. (1997) “Analysis of the electrofusion joining process in polyethylene gas piping systems”. Computers and Structures. Vol. 64, 939-948.
- Farjas J., Roura P. (2006) “Modification of the Kolmogorov–Johnson–Mehl–Avrami rate equation for non-isothermal experiments and its analytical solution”. Acta Materialia. Vol. 54, 5573-5579.
- Gent A. N., and Schultz J. (1972) “Effect of wetting liquids on the strength of adhesion of viscoelastic materials”. Journal of Adhesion. Vol. 3, 281-294.
- Gueugnaut D., Wackernie P. (1988) “Infrared microspectromeric study of the thermal history of the fusion welding of polyethylene”. Journal of Applied Polymer Science. Vol. 35, 1683-1694.
- Gueugnaut D., Rousselot D. (1989) “Etude Comparative du comportement au soudage de Micro-épreuve en PE pour des cinétiques voisines de celles de l’électrosoudage”. GDF-CERSTA.
- Gueugnaut D., Lappai G., Vautherin P., Rousselot D., (1993) “Influence of the oxidation level on the fusion welding behavior of polyethylene pieces aged under accelerated conditions”. 13th International Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, pp.252, San Antonio (TX), USA, November 1-4.
- Gueugnaut D., Rousselot D., Schaaff P., Quilleveré J.M., Dufour D., (1996) “Influence du degré d’oxydation sur le comportement au soudage par fusion du polyéthylène, critère de soudabilité”. Colloque Annuel du Groupe Français d’applications des Polymères (GFP), P-42, Mulhouse, France, November 19-21.
- Garcia D. (2001) “Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréo-corrélation d’images”. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (France).
- Gueugnaut D., Rousselot D., Darut A. (2004) “Using high load melt flow rate measurements and their relationship with molecular weights to better understand the behavior of the PE resins”. Proceedings of the Plastics Pipes XII, Baveno (Mi), Italie, April 19-22.
- Gueugnaut D., Piovano M., Garneret G., Sèvre B., Vacchina M., Cantore C., (2008) International Gas Union Research Conference, Distribution Session N°196/E/S2, Cité des Sciences et de l’Industrie, Paris, France, October 8-10.
- Galera V. V., Marinelli A. L., Carvalho B. M. (2009) “Determination of non-isothermal crystallization rate constant for pseudo-experimental calorimetric data”. Materials Research. Vol. 12, 151-157.
- Gueugnaut D., Boujlal A., Sèvre B., Angelini F. (2012), Plastic Pipes XVI, Poster Session, p.177, Barcelona (Spain), 24-26 September 2012.
- Gueugnaut D., Boujlal A., Bouaffre R., Sèvre B., Angelini F., P.Louet (2013), ESOPE 2013, Cité des Congrès de la Villette, Paris, 8-10 Octobre.

Références bibliographiques

- Hay J. N. (1971) "Application of the modified Avrami equations to polymer crystallisation kinetics". *British Polymer Journal*. Vol. 3, 74-82.
- Hoffman J. D., Davis G. T., Lauritzen J. L. (1976) "The rate of crystallization of linear polymers". In: 'Treatise on Solid State Chemistry' (ed.: Hannay N. B.) Plenum Press, New York. Vol. 3, 497-614.
- Hammami A., Spruiell J.E., Mehrotra A. K. (1995) "Quiescent nonisothermal crystallization kinetics of isotactic polypropylenes". *Polymer engineering and science*. Vol. 35, 797-804
- Hieber C.A. (1995) "Correlations for the quiescent crystallization kinetics of isotactic polypropylene and poly(ethylene terephthalate)". *Polymer*. Vol. 33, 1544-1467.
- Hoffman J. D., Miller R. L. (1997) "Kinetics of crystallization from melt and chain folding in polyethylene fractions revisited: theory and experiment". *Polymer*. Vol. 38, 3151-3206.
- Hehn O. (2006) "Analyse expérimentale et simulation thermo-mécanique du soudage bout à bout de tubes de polyéthylène". Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Hu M., Yu D., Wie J. (2007) "Thermal conductivity determination of small polymer samples by differential scanning calorimetry". *Polymer Testing*. Vol. 26, 333-337.
- Hekun C., Zheng C., Hong C., Yang F. (2012) "Ultrasonic phased array inspection on PE pipe heat fusion joints and electr-fusion joints". 18 World Conference in Non-Destructive Testing, Durban, South Africa.
- ISO 4437. "Canalisations en polyéthylène (PE) pour réseaux de distribution de combustibles gazeux – série métrique – spécifications".
- Jud K. and Kausch H.H. (1979) "Load transfer through chain molecules after interpenetration at interfaces". *Polymer Bulletin*. Vol. 1, 697-707.
- Jiao C., Wang Z., Liang X., Hu Y. (2005) "Non-isothermal crystallization kinetics of silane crosslinked polyethylene". *Polymer Testing*. Vol. 24, 71-80.
- Kozłowski W. (1972) "Kinetics of crystallization of polyamide 6 from the glassy state". *Journal of polymer science*. Vol. 38, 47-59.
- Klein J. and Briscoe B. J. (1979) "The diffusion of long-chain molecules through bulk polyethylene". *Proceedings of the Royal Society, A* 365, 53-73.
- Kim Y. H., Wool R. P. (1983) "A Theory of Healing at a Polymer-Polymer Interface". *Macromolecules*. Vol. 16, 1115-1120.
- Khanna Y.P., Taylor T.J., Chomyn G. (1988) "A new differential scanning calorimetry based approach for the estimation of thermal conductivity of polymer solids and melts". *Polymer Engineering and Science*. Vol. 28, 1034-1041.
- Keating M.Y., McLaren C.S (1990) "Thermal conductivity of polymer melts". *Thermochimica Acta*. Vol. 166, 69-76.

Références bibliographiques

- Kanninen M.F., Buczala G.S., Kuhlman C.J., Green S.T., Grogory S.C., O'Donoghue P.E., McCarthy M. A. (1992) "A theoretical and experimental evaluation of the long term integrity of an electrofusion joint". Proceedings of Plastics Pipes VIII, Koningshof, Neherlands, B2/3.1-10.
- Lee's Conductivity Apparatus (Electrical Method) LL44-590 I.S. 1122/7302, Griffin & George Ltd., Wembley, Middlesex, UK.
- Leblond J.B., Devaux J. (1984) "A new kinetic model for anisothermal metallurgical transformations in steels including effect of austenite grain size". Acta Metallurgica. Vol. 32, 137-146.
- Lavielle L., Schultz J. (1984) "L'adhésion polymère-métal". Matériaux et Techniques. Vol. 67, 215-222.
- Lobo H., Cohen C. (1990) "Measurement of thermal conductivity of polymer melts by the line-source method". Polymer Engineering and Science. Vol. 30, 65-70
- Meares P. (1965) "Polymers: Structure and Bulk Properties". Van Nostrand, London. Chap. 5.
- Monasse B., Haudin J.M. (1987) "Caractérisation thermodynamique de polyéfines par DSC, influence de la température de cristallisation et de la vitesse de chauffage". AFCAT, Bordeaux, France.
- Maffezzoli A.M., Kenny J.M., Nicolais L. (1989) "Welding of PEEK/carbon fiber composite laminates". SAMPE Journal. Vol. 25, 35-39.
- Marshall G. P., Cosgrove B. G. (1991) "The Use of a Fracture Mechanics Approach for Assessment of Electrofusion Welding of MDPE,". Proc. Advances in Joining Plastics and Composites, TWI, Cambridge, England.
- Masaki A., Nishimura H., Akiyama S. (1991) "Verification of EF Joint Fusion Strength Evaluation Using Model Specimen". Proceedings of the 12th Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, Boston, USA.
- Mendoza R. (2005) "Morphologies induites dans les pièces en polyoléfine moulées par injection". Thèse de doctorat, ENSAM.
- Nakamura K., Watanabe K., Katayama K., Amano T. (1972) "Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. I. Relationship between crystallization temperature, crystallinity, and cooling conditions". Journal of Applied Polymer Science. Vol. 16, 1077-1091.
- Nakamura K., Katayama K., Amano T. (1973) "Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. II. Consideration of the isokinetic condition". Journal of Applied Polymer Science. Vol. 17, 1031-1041.
- Nelkon M., Parker P. (1988) "Advanced Level Physics (3rd Edition)". Heinman, London, 336-338.
- Nishimura H., Nakakura M., Shishido S., Masaki A., Shibano H., Nagatani F. (1989) "Effect of Design Factors of EF Joints on Fusion Strength". 20th Proceeding Plastic Gas Pipe Symposium, American Gas Association, Arlington.

Références bibliographiques

- Nussbaum M., Dufour D., Gueugnaut D. (1991) “Electrofusion of Polyethylene: how and why”. Proceedings of the 12th Plastic Fuel Gas Pipe Symposium. pp.324, Boston (MA, USA).
- Nakashiba A., Nishimura H., Inoue F., Nakagawa T., Homma K., Nakazato H. (1993) “Fusion Simulation of Electrofusion Polyethylene Joints for Gas Distribution”. Polymer Engineering and Science. Vol. 33, 1146–1151.
- Nishimura H., Inoue F., Nakashiba A. (1994) “Design of Electrofusion Joints and Evaluation of Fusion Strength Using Fusion Simulation Technology”. Polymer Engineering and Science. Vol. 34, 1529–1534.
- Nicodeau C. (2005) “Modélisation du soudage en continu de composites à matrice thermoplastique”. Thèse de doctorat, ENSAM.
- Norme ISO 13956 (2010), “Plastics pipes and fittings -- Decohesion test of polyethylene (PE) saddle fusion joints -- Evaluation of ductility of fusion joint interface by tear test”.
- Norme EN 12201-1 (2011) “Systèmes de canalisations en plastique pour l'alimentation en eau et pour les branchements et les collecteurs d'assainissement avec pression - Polyéthylène (PE) - Partie 1 : généralités”
- Ozawa T. (1971) “Kinetics of non-isothermal crystallization”. Polymer. Vol. 3, 150-158.
- O'Donoghue P.E., Kanninen M.F., Green S.T., Grigoty S.C. (1991) “Results of a thermomechanical analysis model for electrofusion joining of PE gas pipes”. Proceedings of the 12th Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, Boston, USA. 341-342.
- Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbott G.L. (1961) “Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity”. Journal of Applied Physics Vol. 32, 1679-1685.
- Pitman G.L. (1985) “Electrofusion welding prediction and computer-Aided design of fittings”. Proceedings of the Plastics Pipes VI, Paper 29.
- Patel R. M., Bheda J. H., Spruiell T. E. (1991) “Dynamics and structure development during high-speed melt spinning of nylon 6. II. Mathematical modelling”. Journal of Applied Polymer Science. Vol. 42, 1671–1682.
- Perchat, E. (2000). Mini-Elément et factorisations incomplètes pour la parallélisation d'un solveur de Stokes 2D. Application au forgeage. Thèse de doctorat, ENSMP, CEMEF.
- Parant O. (2002) “Etude expérimentale et calcul des contraintes résiduelles dans des tubes extrudés en polyéthylène”. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Price D.M., Jarratt M. (2002) “Thermal conductivity of PTFE and PTFE composites”. Thermochim Acta. Vol. 392–393, 231–236.

Références bibliographiques

- Robert L. Miller (1979) "Flow-induced Crystallization in Polymer Systems (Midland Macromolecular Monograph) (Vol. 6)". Taylor & Francis. ISBN 0677125402, 9780677125404.
- Rosala G.F., Day A.J., Wood A.S. (1996) "A finite element model of the electrofusion welding of thermoplastic pipes" Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Vol. 211 Part E.
- Rides M., Morikawa J., Halldahl L., Hay B., Lobo H., Dawson A., Allena C. (2009) "Intercomparison of thermal conductivity and thermal diffusivity methods for plastics". Polymer Testing. Vol. 28, 480-489.
- Schonhorn H. and Sharpe L.H. (1965) "Surface tension of molten polypropylene", Journal of Polymer Science Part B: Polymer Letters. Vol. 3, 235-237.
- Sircar A.K., Wells J.L. (1982) "Thermal Conductivity of Elastomer Vulcanizates by Differential Scanning Calorimetry". Rubber Chemistry and Technology. Vol. 55, 191-207.
- Saint-Royre D., Gueugnaut D., Reveret D. (1989) "Test Methodology for the Determination of Optimum Fusion Welding Conditions of Polyethylene" Journal of Applied Polymer Science. Vol. 38, 147-162.
- Shin H.J., Jang Y.H., Kwon J.R., Lee E.J. (2004) "Nondestructive Testing of Fusion Joints of Polyethylene Piping by Real Time Ultrasonic Imaging". Plastics Pipes XII Conference, Milan, Italy.
- Sperling L.H. (2006) "Introduction to Physical Polymer Science, 4th Edition". Wiley interscience, New York. ISBN 978-0-471-70606-9.
- Shi J., Zheng J., Guo W., Qin, Y. (2012) "Defects classification and failure modes of electrofusion joint for connecting polyethylene pipes". J. Applied Polymer Science. Vol. 124, 4070–4080.
- Solvay Polyolefins Europe, "Eltex® high density polyethylene", Br 1496 c-B-2.0-0397.
- Taylor T. A., Taylor R.E. (1999) "Testing of stability and thermal properties of thermal barrier coatings". ASM Handbook 5, 654-659
- Underwood W. M., Taylor J. R. (1978) "The thermal conductivity of several plastics determined by an improved line-source apparatus". Polymer Engineering and Science. Vol. 18, 556–563.
- Usclat D. (1985) "Producing a good joint with electrofusion fitting". Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, American Gas Association, Arlington.
- Van der Held EFM., Van Drunen FG. (1949) "A method of measuring the thermal conductivity of liquids". Physica. Vol. 15, 865-881.
- Vermogen A. (2006) "Genèse des microstructures et conséquences sur les propriétés mécaniques dans les polymères semi-cristallins renforcés par des charges lamellaires". Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

Références bibliographiques

- Wool R. P. and O'Connor K. M. (1981) “A Theory of Crack Healing in Polymers”. *Journal of Applied Physics*. Vol. 52, 5953-5963.
- Wool R. P., Yuan B. L., McGarel O. J. (1989) “Welding of Polymer Interfaces”. *Polymer Engineering and Science*. Vol. 29, 1340-1367.
- Woo M. W., Wong P., Tang Y., Triacca V., Gloor P. E., Hrymak A. N. and Hamielec A. E. (1995) “Melting behavior and thermal properties of high density polyethylene”. *Polymer Engineering and Science*. Vol. 35, 151–156.
- Wu D. Y., Meure S., Solomon D. (2008) “Self-healing polymeric materials: A review of recent developments”. *Progress in Polymer Science*. Vol. 33, 479–522.
- Wang S., Zhang J. (2013) “Non-isothermal crystallization kinetics of high density polyethylene/titanium dioxide composites via melt blending”. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. In press DOI 10.1007/s10973-013-3241-x
- Yue M.Z., Wood A.K., El-Rafey E. (1994) “Thermophysical characterisation of polyethylene”. *Applied Polymer Symposium*. Vol. 5, 105-116.
- Zhang Z., Xiao C., Dong Z. (2007) “Comparison of the Ozawa and modified Avrami models of polymer crystallization under nonisothermal conditions using a computer simulation method”. *Thermochimica acta*. Vol. 466, 22-28.
- Zheng J., Shi J., Guo W., Xu P., Qin Y., Zuo S. (2009) “A Model for Predicting Temperature of Electrofusion Joints for Polyethylene Pipes”, *Journal of Pressure Vessel Technology*. Vol. 131, 061403- 061411.

Etude numérique et expérimentale du soudage par électrofusion de tubes en polyéthylène

RESUME : Le soudage par électrofusion est la technique majoritairement utilisée pour assembler les tubes et les accessoires en polyéthylène utilisés sur le réseau gazier. Ses très bons résultats initiaux ont été ternis ces dernières années par un certain nombre de dysfonctionnements relevés tant sur le terrain qu'en laboratoire. Ils se traduisent par des soudures de qualité médiocre du fait de la présence de zones de très faible cohésion. L'objectif de ce travail est de développer des outils experts tant expérimentaux que numériques permettant d'optimiser les conditions de soudage par électrofusion. L'originalité de notre étude a été de développer un modèle éléments finis tridimensionnel prenant en compte les différents mécanismes et phénomènes physiques sous-jacents, responsables de la formation de la soudure. Le modèle permet de calculer le taux de transformation de la matière, de prendre en compte les enthalpies de fusion et de cristallisation, de calculer le taux d'interdiffusion des macromolécules à l'interface entre les différents corps à souder pour finalement prédire la qualité de la soudure en fonction des conditions de chauffage imposées. Pour valider le modèle numérique, tout en facilitant l'accès aux grandeurs expérimentales, nous avons conçu et réalisé un dispositif expérimental se présentant sous la forme d'une géométrie relativement simple et plane mais respectant les caractéristiques d'un accessoire réel. La confrontation entre résultats numériques et expérimentaux a permis de démontrer les capacités du modèle numérique à reproduire fidèlement la réalité. Les différents outils ont alors été utilisés pour étudier l'influence des conditions de soudage sur la soudure et pour étudier le soudage de géométries plus complexes telles que celles rencontrées dans les pièces industrielles.

Mots clés : Soudage, Electrofusion, Polyéthylène, Cinétiques de transformation, Transfert de chaleur, Interdiffusion, Modèle éléments finis 3D.

Numerical and experimental study of the électrofusion welding process of polyethylene pipes

ABSTRACT : The Electrofusion welding process is widely used to join polyethylene components in gas distribution networks. Even trusty as a technique, the field feedback points out some divergences whose influence on the long term performance of the weld. One of the well-known consequences of these divergences is the "sticking" (aka "cold weld") that is the result of an uncompleted or even inexistent interdiffusion of the macromolecules of the materials to join. Most numerical simulations are two-dimensional whereas the process is usually three-dimensional both in terms of heat transfer and mechanical aspects. The main objective of the work was to develop a 3D finite element model and to validate it by comparing to a real situation the temperature evolution and the thermally affected areas in a simple planar welding geometry with the same dimensional characteristics as a real fitting chosen to make easier the instrumentation. The numerical model takes into account the fitting parameters such as polyethylene thermal and mechanical properties (i.e. melting and crystallization kinetics, phase transition, thermal expansion) and the electrical and geometrical settings. It computes a criterion based on the macromolecular interdiffusion theory able to determine whether a good welding occurred or not at the end of the welding cycle. The computed results (temperature, melted and cold areas and fracture surfaces) were compared with experimental data and gave very good agreement in terms of temperature, liquid phase fraction distribution and fracture surfaces. Finally the numerical model and the experimental process were used to study the influence of welding conditions on the weld itself and to study the welding of complex geometries such as the industrial fittings.

Keywords : Welding, Electrofusion, Polyethylene, Transformation kinetics, Heat transfer, Interdiffusion, 3D finite element model