



Modélisation de la phase de fusion/imprégnation dans le procédé de fabrication de tape composite thermoplastique

Jennifer Mackie

► To cite this version:

Jennifer Mackie. Modélisation de la phase de fusion/imprégnation dans le procédé de fabrication de tape composite thermoplastique. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2021. Français. NNT : 2021EMAC0009 . tel-03546230

HAL Id: tel-03546230

<https://theses.hal.science/tel-03546230>

Submitted on 27 Jan 2022

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.



THÈSE

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT – École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

Jennifer MACKIE

le 12 mars 2021

Modélisation de la phase de fusion/imprégnation dans le procédé de fabrication de tape composite thermoplastique

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche :

Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

Directeurs de Thèse :

Fabrice Schmidt, Professeur, IMT Mines Albi

Olivier De Almeida, Maître assistant, IMT Mines Albi

Autres membres du jury :

Steven Le Corre, Professeur, Université de Nantes (*Rapporteur*)

Emmanuelle Vidal-Sallé, Professeure, INSA Lyon (*Rapporteuse*)

Denis Maillet, Professeur émérite, Université de Lorraine (*Président*)

Mylène Lagardère, Maître assistant, IMT Lille-Douai (*Examinatrice*)

Karine Labastie, Ingénieure de Recherche, IRT Saint Exupéry Toulouse (*Invitée*)

Bénédicte Reine, Ingénieure de Recherche, IRT Saint Exupéry Toulouse (*Invitée*)

Remerciements

Je voudrais en premier lieu remercier les membres de mon jury d'avoir accepté d'évaluer mon travail. Merci à Steven Le Corre et Emmanuelle Vidal-Sallé pour leur travail d'analyse de mon manuscrit. Merci à Denis Maillet et Mylène Lagardère pour leurs questions et à Denis pour ses remarques et explications sur le régime convectif pendant et après la soutenance. Les circonstances de cette thèse, soutenue à distance, étaient un peu particulières et je vous remercie particulièrement pour votre patience lorsque je ne vous entends pas.

J'aimerais remercier mes directeurs de thèse Fabrice Schmidt et Olivier De Almeida pour leur encadrement durant mes trois ans et demi de thèse. Merci pour votre soutien et votre disponibilité. Ça n'a pas toujours été facile, notamment avec mon stress, mais nous en sommes sorties. Grâce à vous, j'ai appris à utiliser ma voix et à défendre mes idées ! En plus, je suis devenue très pointilleuse/exigeante avec les détails (mon pauvre stagiaire ne vous remercie pas pour ça, mais moi oui !)

J'aimerais ensuite remercier mes encadrants à l'IRT Saint-Exupéry, Karine Labastie et Bénédicte Reine. Merci pour votre aide, votre écoute et votre disponibilité durant ma thèse. Votre soutien m'a été précieux surtout dans les moments de stress, mais pas que. Merci aussi pour les moments partagés autour de nos loisirs créatifs !

Merci à mes collègues de l'IRT pour les moments partagés au cours de ces 3 ans. J'ai appris l'importance des gâteaux dans le team-building (mon premier livrable) et j'ai appris beaucoup de chose grâce à vous. Merci particulièrement à Arnaud, sans qui cette thèse n'aurait pas pu se dérouler. Merci pour ton implication et ta disponibilité.

Merci ensuite à tous les membres de l'équipe technique à Albi. Vous m'avez tous aidée dans le déroulement de ma thèse. Je repense notamment à mes essais en fin de 1re année de thèse, j'avais un deadline et nous avons réalisé l'impossible ! Merci à Rémi (Un jour, j'essayais de ne pas râler, et tu l'as remarqué!!! Un grand souvenir pour moi), Didier, Aurélien, Adrien, Sabine, Karine (pour l'enrobage, c'est le déhanché qui compte !) et Karim pour votre aide et vos conseils. Merci aussi à tous les enseignants-chercheurs du laboratoire (Albi et aussi Toulouse) pour les discussions et partages.

Un merci à Cathy et Esther pour votre aide, les discussions et les repas partagés. En particulier je voudrais parler d'une phrase d'Esther qui a eu un énorme impact sur moi. Un jour, j'ai dit devant Esther que j'avais "un caractère de merde", elle m'a répondu que je disais n'importe quoi, que c'était une grosse bêtise, et que je savais seulement ce que je voulais ! Donc merci car ces 30 secondes ont permis d'altérer ma vision de moi même de façon positive à vie !

Merci, aussi, à tous ceux qui ont participé au Café Sciences, c'était un plaisir d'aider dans l'organisation de cet événement et d'animer des échanges autour des travaux, des questionnements, des parcours des uns des autres. Particulièrement la session poster que j'avais organisé dont je garde de très bons souvenirs.

Cette thèse, un peu nomade entre l'ICA Albi, l'IRT Saint Exupery, l'ICA Toulouse et la maison (et oui 2020 : Covid) m'a donné droit à beaucoup beaucoup de collages de bureau donc merci à : Camille, Phuong, Manu, Théo, Julien, Quentin, Charles, Lilian, Noémie, Paul, Saber, Aurélie, Caroline, Raphaëlle, Séline, Emilie, Adama, Montasar, Thibaut, Juilien, Alexandra, Disco et Reyina (mes chats) pour tous les moments que nous avons partagés ensemble.

Merci aux autres doctorants également, qui ont partagé ces trois années avec moi, vous êtes nombreux ainsi que les souvenirs. Les voyages que nous avons réalisés ensemble, les repas, les rires, les pleurs, les pauses-café...

Merci aux Toulousains de m'avoir acceptée parmi vous tout au long de la thèse, pour les repas, les pauses cafés et notamment post-confinement pour la rédaction !

Ces remerciements ne peuvent pas se faire sans parler de mes compagnons de voyage Toulouse - Albi. Merci à vous pour ces moments, les discussions, la bonne humeur, tout. Merci à Léa et Luc Pénazzi qui ont été mes compagnons de train durant la 1re année. Merci à Thomas, Julien, Carlito, Chacha, Emilie, Camille, Céline et tous les autres avec qui j'ai régulièrement partagé la route. Merci de m'avoir toujours laissé monté devant pour éviter que je sois malade et de m'avoir écouté râler, m'avoir conseillé, remonté le morale... Merci, aux covoitureurs que j'ai croisés une fois aussi, car j'ai pu m'entraîner à expliquer mes travaux rapidement et souvent (Sa thèse en 180s version blablacar) !

Merci, aux tricoteurs et tricoteuses de Nuage de Laine, cet endroit a été un havre de paix pour moi. Un endroit de partage, de discussions, de créativité. Merci pour votre amitié et votre soutien au cours de ma thèse et notamment durant la rédaction où vous m'avez énormément soutenue. Je suis vraiment triste que cet endroit a été contraint de fermer.

Merci, à mes amis pour leur soutien, je pense notamment à Camille, Lisa et Stella pour leur soutien et les discussions, surtout lors des confinements, lorsque beaucoup de photos de nourriture ont été échangés ! Merci à Ange et Alex pour leur soutien, les soirées, les discussions, le Black Lion ;). Merci aussi à Thibaut et Marion, votre soutien, votre amitié, votre bienveillance... Merci de m'avoir soutenu dans les moments difficiles, de m'avoir remonté le moral, avoir partagé plein de bons repas et de bons souvenirs. J'espère que tout ça va continuer.

Merci à ma famille d'avoir toujours cru en moi. Merci à ma mère et Mark pour le soutien durant mes études. À ma sœur Molly qui a été très présente pour moi durant ma thèse, et même si je m'occupais de toi en te nourrissant, toutes nos sorties, soirées Netflix ou karaoké et autres m'ont été très cher. Merci à mon frère Calum et ma belle-sœur Elody. Nous ne nous sommes pas souvent vues durant ma thèse, mais nous avons partagé beaucoup de bons moments pour célébrer notamment votre mariage ! J'espère pouvoir vous voir plus souvent à l'avenir. Merci à ma tante Angie

et ma cousine Carla pour leur soutien, ainsi qu'à ma sœur Lindsey avec qui nous avons partagé nos galères d'étude ! Merci, aussi, à ma Grand-mère (Granny) pour sa confiance sans faille et nos longues discussions, j'espère aussi qu'elles seront plus régulières maintenant ! Merci aussi à mon Grand-père (Grandad) qui n'est plus avec nous, mais qui me disait toujours que je pouvais être ce que je voulais dans ce monde, qui je voulais et que je serais toujours aimé peu importe mes choix.

Enfin, je ne peux pas remercier ma famille sans remercier la personne qui partage ma vie, merci à toi Adama. D'abord mon binôme de TP en licence à Grenoble et ensuite mon binôme dans la vie. Nous avons traversé plein de choses ensemble, notamment la thèse. Deux thésards en rédaction en même temps, en confinement en plus, n'a pas toujours été facile, surtout pour toi car tu as dû me supporter dans mon état de fatigue/stress extrême. Donc merci pour ta patience et ton soutien et tout ce que tu fais pour moi. Je ne serais pas qui je suis aujourd'hui sans toi. Merci aussi pour ton soutien sans faille depuis toujours, mais encore plus depuis la fin de la thèse. Il nous reste de longues années pour partager encore plein de moments, d'événements et je suis impatiente de les vivre avec toi. N bi fé.

La thèse, on s'attend à un voyage scientifique, bien sûr, c'est le cas, mais c'est aussi une sacrée aventure humaine, donc encore merci à toutes les personnes qui ont partagé ces années avec moi.

Sommaire

Remerciements	iii
Sommaire	vii

Introduction	1
------------------------	---

Partie I Caractérisation du procédé: Four IR	11
1 Caractérisation du four IR	13
1.1 Présentation du four IR	14
1.2 Caractérisation expérimentale du fonctionnement du four IR	17
1.3 Conclusion partielle	29
2 Bibliographie sur le chauffage IR	33
2.1 Introduction	34
2.2 Généralités sur le rayonnement	34
2.3 Rayonnement entre surfaces	38
2.4 Description d'un émetteur IR	41
3 Caractérisation et modélisation des émetteurs IR avec réflecteur intégré	53
3.1 Introduction	55
3.2 Stratégie de modélisation d'une lampe à réflecteur intégré	55
3.3 Caractérisation expérimentale de la distribution de chauffage	58
3.4 Modèle numérique du banc expérimental	62
3.5 Prise en compte de la convection	64
3.6 Étapes d'identification	71
3.7 Conclusion partielle	89
4 Modélisation du four IR	91
4.1 Introduction	92
4.2 Propriétés optiques des composants du four	92
4.3 Influence de la plaque protectrice en verre sur le rayonnement de la lampe	103
4.4 Modélisation d'un module chauffant	109
4.5 Validation expérimentale	114
4.6 Conclusion partielle	127

Partie II	Caractérisation du matériau : Pré-imprégné	129
5	Fabrication de pré-imprégnés sur une ligne d'imprégnation . .	131
5.1	Fonctionnement de la ligne d'imprégnation en conditions de fabrication .	132
5.2	Le pré-imprégné aux différents stades de la ligne d'imprégnation	136
6	Caractérisation et modélisation des propriétés	157
6.1	Propriétés optiques	158
6.2	Propriétés thermo-physiques	167
6.3	Conclusion partielle	176
7	Implémentation et simulation du procédé	177
7.1	Énergie nécessaire au chauffage en fonction de la vitesse	178
7.2	Mise en place de la simulation	183
7.3	Résultats	187
7.4	Conclusion partielle	193
	Conclusions générales et perspectives	195
A	Fonctionnement du Four IR	199
A.1	Localisation des moyens de mesure	199
A.2	Chauffage d'une plaque instrumentée	200
B	Essais lignes d'imprégnation	205
C	Nombres adimensionnels	209
	Table des figures	211
	Liste des tableaux	221
	Liste des symboles	225
	Alphanumériques	225
	Lettres grecques	225
	Liste des fonctions <i>Matlab</i>	227
	Acronymes	229
	Bibliographie	231

Introduction

Un des enjeux majeurs du domaine aéronautique est de diminuer les coûts de production et d'exploitation de leurs avions. Pour cela, un intérêt grandissant est porté sur les composites à matrice organique qui permettent d'envisager des cadences de production et d'assemblage des pièces plus rapides, et moins de problèmes de corrosion que les matériaux métalliques. De plus, les matériaux composites présentent l'avantage d'avoir une masse volumique plus basse que celle des métaux, tout en conservant de bonnes performances mécaniques [13]. Ceci permet d'envisager un allègement des structures aéronautiques et par conséquent une réduction de la consommation en carburant.

Il existe deux grandes familles de matrices dans les composites organiques : les thermodurcissables (TD) et les thermoplastiques (TP). Depuis plusieurs années, les thermoplastiques font l'objet de nombreuses études [51, 68, 81]. Les polymères TP présentent de nombreux avantages par rapport aux résines TD [75]. Les temps de fabrication de pré-imprégnés TP sont plus rapides que dans le cas des TD car il n'y a pas d'étape de réticulation. Les TP ne nécessitent pas de stockage à basse température et la durée de stockage n'est pas limitée. Leur mise en œuvre n'est pas toxique et ils peuvent même être recyclés. De plus, leurs propriétés mécaniques sont aussi bonnes voire meilleures que celles de leurs homologues TD, par exemple pour la tenacité [46, 81]. Malgré leurs nombreux avantages, leur mise en œuvre présente quelques difficultés liées surtout à leur viscosité élevée [51]. De plus, beaucoup de polymères TP ont une température de fusion élevée, proche de leur température de dégradation. Bien que la viscosité soit thermo-dépendante, l'utilisation d'une température élevée pour faire chuter la valeur de la viscosité n'est donc pas toujours possible.

Une propriété importante des polymères thermoplastiques est la possibilité d'effectuer plusieurs cycles de mise en forme, car ils ne subissent pas de polymérisation irréversible comme les polymères thermodurcissables. Cette propriété est exploitée pour produire des semi-produits appelés pré-imprégnés ou tapes (unidirectionnels ou non). Ces semi-produits sont ensuite utilisés pour produire des pièces à géométrie plus ou moins complexe en utilisant des procédés de dépose automatisée de type ATP (« Additive Tape Placement ») ou AFP (« Additive Fiber Placement »)[54].

L'utilisation de polymère haute performance est souhaitée pour ce type de matériau, entre autre pour leur résistance à la diffusion de vapeur, leur résistance à l'usure et leur résistance aux produits chimiques. Cependant, on leur connaît quelques inconvénients : un coût élevé, une viscosité élevée, ainsi qu'une température de dégradation proche de la température de fusion qui peut engendrer des difficultés

de mise en œuvre. La température de mise en œuvre implique également le besoin d'outillages spécifiques.

Procédé de fabrication de pré-imprégnés thermoplastiques

Les procédés de fabrication

Pour la fabrication en continu de pré-imprégnés composites thermoplastiques, il existe différentes méthodes, dans la plupart de ces méthodes, la première étape consiste à réduire le chemin d'imprégnation parcouru par le polymère à l'état fondu, afin d'enrober les fibres de renfort. Sans cette étape, les temps nécessaires à l'imprégnation seraient élevés en raison de la viscosité importante du polymère. Le maintien du polymère à haute température durant une longue période peut engendrer la dégradation accélérée de celui-ci. Pour répondre à cette problématique, le polymère est mélangé aux fibres sous différentes formes mais chaque procédé est construite autour d'un schéma identique. Des cantres supportant des bobines de fibres alimentent un module d'imprégnation par un système de guidage et d'étalement. Le pré-imprégné est chauffé pendant et/ou après l'imprégnation pour améliorer la pénétration du polymère. Enfin, un module de consolidation et un système d'enroulement complètent l'installation.

Autour de ce système de base, il existe différentes variantes basées sur différentes méthodes d'imprégnation.

- **Imprégnation par voie fondue** Dans le procédé d'imprégnation en voie fondue, les fibres de carbone passent dans un bain de polymère [18]. Le polymère est chauffé au-dessus de sa température de fusion grâce à un élément chauffant externe. L'inconvénient principal de cette méthode est lié au fait que la haute viscosité du polymère rend difficile sa pénétration au cœur du renfort fibreux.
- **Imprégnation par empilement de films polymère (Film stacking)** Ce procédé consiste à superposer un film de polymère sur une couche de fibres [77]. La configuration la plus commune consiste en deux films de polymère de part et d'autre d'une nappe de fibres, afin d'obtenir une imprégnation sur les deux côtés du renfort. Un moyen de consolidation avec un système chauffant est nécessaire pour permettre la pénétration du polymère au sein des fibres et pour contrôler son refroidissement. Avec cette technique, les temps de consolidations sont longs et le taux volumique de résine tend à être élevé.
- **Imprégnation par voie aqueuse (Slurry powder)** L'imprégnation est réalisée en trempant les fibres dans un bain, dans lequel le polymère sous forme de poudre, est mis en suspension dans l'eau. Des agents mouillants peuvent être ajoutés à la solution afin d'améliorer la stabilité et la dispersion de la poudre de polymère. Ce procédé nécessite une forte capacité de séchage, car une grande quantité d'eau doit être évaporée en plus de la fusion de la résine. Par contre elle permet une bonne pénétration de la résine au cœur du renfort fibreux.
- **Imprégnation par poudre sèche** Cette technique consiste à faire passer la fibre dans un nuage de poudre de polymère, créé par différentes techniques : lit fluidisé, pistolets électrostatiques... L'emport peut être généré par un effet

électrostatique [51], et l'imprégnation se fait principalement en surface. Si l'effet électrostatique est utilisé, l'utilisation à la fois de fibres et de polymère conducteurs n'est pas possible.

- **Fiber commingling** Une fibre comêlée est constituée de filaments de polymère mêlées à une fibre de renfort afin d'obtenir une fibre dans laquelle celle-ci et le polymère sont en contact intime [89]. Cette voie d'obtention nécessite donc une étape préliminaire de filage textile du polymère, puis une étape de comêlage avec les fibres de carbone.
- **Poudre/gaine imprégnation** La fibre est mêlée à une poudre de polymère et le tout est entouré d'une gaine fine de polymère [90]. Cette méthode permet de réduire la distance devant être parcourue par le polymère à l'état fondu, de plus la gaine permet d'éviter les pertes de matière et d'assurer une présence de polymère en surface et à cœur.

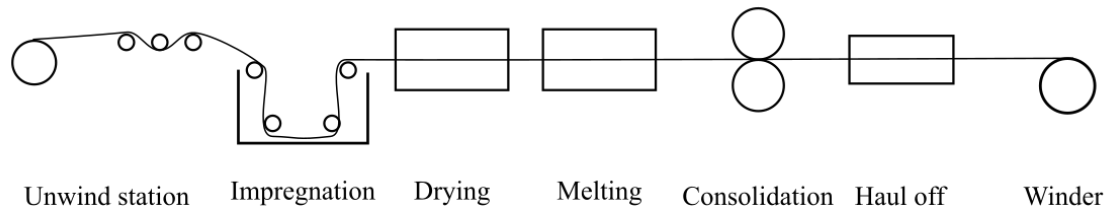
Le procédé d'imprégnation par voie aqueuse est le procédé étudié dans le cadre de ces travaux, et plus particulièrement l'étape de chauffage réalisée après l'imprégnation dans la suspension de poudre.

Imprégnation par voie aqueuse

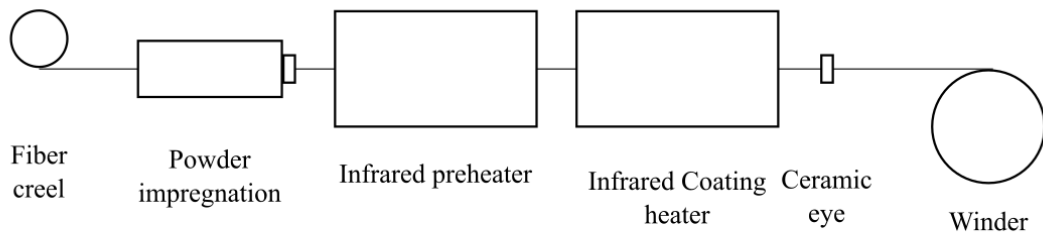
La Figure 1 montre trois exemples de lignes d'imprégnation utilisant la technologie d'imprégnation par voie aqueuse [46, 70, 87]. Chaque ligne est constituée des mêmes éléments :

- Système de déroulage,
- Bain d'imprégnation,
- Four de séchage pour l'évaporation de l'eau,
- Four de mise en fusion du polymère,
- Système d'enroulement.

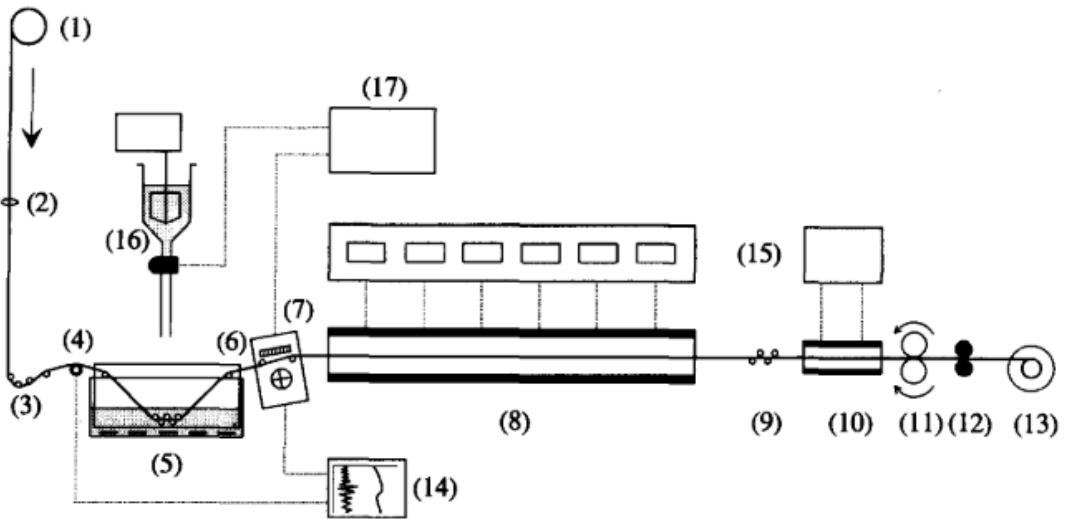
En plus de ces équipements principaux, les lignes sont équipées d'un système de mise sous tension pour garder les fibres à une tension constante au cours du procédé. Les lignes de Ho et al. (Figure 1a) et Vodermaier et al. (Figure 1c) comportent par ailleurs des modules de calandrage permettant de consolider le pré-imprégné à l'aide de rouleaux thermo-régulés. Ce calandrage permet de réduire les porosités au sein du pré-imprégné et améliore l'étalement du polymère autour des fibres.



(a)



(b)



(c)

Figure 1 – Différents montages pour une imprégnation par voie aqueuse.
(a) Inspiré de [46], (b) Inspiré de [70] et (c) Vodermayr [87]

Le procédé d'imprégnation en phase aqueuse présente l'avantage d'être simple à mettre en œuvre, de limiter le temps de séjour du polymère à l'état fondu et donc sa dégradation, permet de faire varier le taux volumique de fibres entre 30% et 70% et ne présente pas de danger pour l'utilisateur. La mise en route de la production est rapide, et permet d'atteindre des vitesses de production de l'ordre de 1 à 5m/min grâce au mélange intime des fibres et de la poudre qui réduit la distance d'écoulement d'une particule de polymère.

Le bain aqueux est composé d'eau, de poudre de polymère et d'additifs, comme des tensioactifs, qui améliorent la mouillabilité ou bien des épaississants qui permettent de limiter la sédimentation. Les fibres sont étalées grâce à un système de rouleaux afin de permettre une meilleure pénétration de la solution dans la mèche.

Les technologies utilisées pour les étapes de séchage et de fusion ne sont pas identiques suivant les auteurs. Ho et al. [46] et Ramani et al. [70] utilisent deux fours IR, le premier pour le séchage et le second, à une température plus élevée, pour la fusion. Vodermayr et al.[87] utilisent, quand à eux, une chambre de séchage qui souffle de l'air chaud pour l'évaporation de l'eau et un four pour la fusion du polymère. Le type de four utilisé n'est pas précisé. Dans ce procédé, l'étape de séchage est l'étape limitante qui détermine la vitesse du procédé.

Texier et al. [85] utilisent une approche différente pour le séchage et la fusion de la matrice. Après imprégnation dans la solution aqueuse, le pré-imprégné est enroulé puis tout d'abord séché à l'air libre pendant plusieurs heures. Le séchage est alors poursuivi dans un four convectif porté à une température de 100°C pendant une heure, puis à 177°C pendant 2 heures pour une solution de PEEK. Cette procédure élimine 99% de l'eau liée. Après cette étape de séchage, la consolidation est effectuée dans une presse sous température et pression contrôlées.

Dans ce procédé, plusieurs éléments peuvent influencer le taux de fibres du pré-imprégné :

- Paramètres procédé : vitesse de la ligne, tension de la mèche
- Paramètres d'outillage : nombre et diamètre des rouleaux d'imprégnation, distance entre rouleaux d'imprégnation, profondeur du bain
- Paramètres matériaux : extrait sec du bain, granulométrie de la poudre de polymère, diamètre des monofilaments constituant la fibre de carbone, viscosité de la solution.

Contexte industriel

Ce travail, porté par l'Institut Clément Ader (ICA), a été mené dans le cadre du projet METEOR « coMpEtitive ThErmOplastic pRepreg ». L'objectif de ce projet est d'optimiser le coût de fabrication d'un pré-imprégné destiné aux procédés OOA (Out Of Autoclave) constitué de fibres de carbone haute résistance (HR) et d'une résine thermoplastique haute performance de la famille des PAEK (Polyaryléther-cétone). Piloté par l'IRT Saint Exupéry, ce projet comprend plusieurs membres industriels (Airbus SAS, Arkema, Chomarat, Hexcel Reinforcements, Hutchinson SA, Pocher Industrie et SD Tech Micro) et académiques (CNRT Matériaux (Caen, Le Havre)) ainsi que des partenaires collaboratifs (Institut Clément Ader (ICA-Albi)).

Ce consortium regroupe des partenaires impliqués dans toute la chaîne de fabrication du pré-imprégné. Ce projet vise à lever des verrous technologiques, de la fabrication de la résine sous forme de poudre de **PEKK** (Polyéthercétonecétone) à granulométrie maîtrisée jusqu'à la consolidation hors autoclave de ces pré-imprégnés.

L'IRT Saint Exupéry dispose d'une ligne d'imprégnation de fibres de carbone basée sur la technologie d'imprégnation par voie aqueuse dont le schéma de principe est présenté sur la Figure 2.

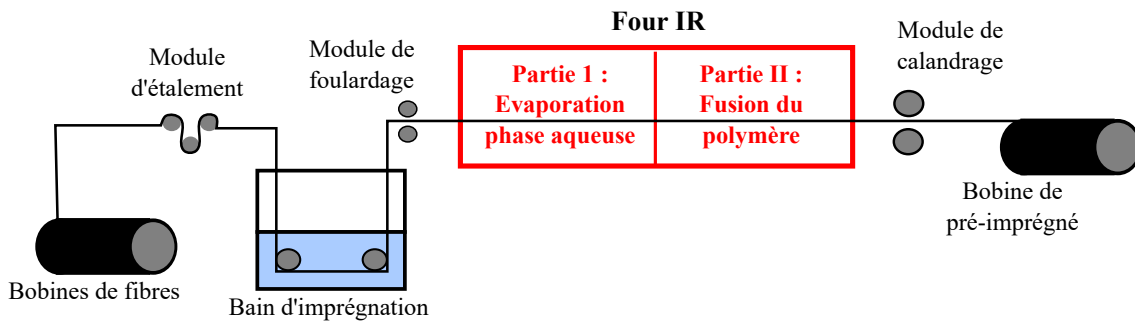


Figure 2 – Schéma de principe de la ligne de l'IRT Saint Exupéry.

Suivant le même schéma que les lignes de la littérature, elle est composée de plusieurs modules pour réaliser l'ensemble du procédé de fabrication de nappes de pré-imprégné :

- Module de débobinage des fibres de carbone,
- Module d'étalement et d'assemblage des fibres de carbone,
- Module d'imprégnation des fibres. Dans ces travaux un bain aqueux de poudre de polymère **PEKK** est utilisé,
- Module de chauffage de fibres imprégnées : un four Infrarouge (IR) permet de réaliser le chauffage du pré-imprégné afin d'évaporer la phase aqueuse et de fondre la matrice polymère,
- Module de compactage du pré-imprégné.
- Module d'enroulage du pré-imprégné.

Ces travaux menés dans le cadre du projet **METEOR** visent à apporter une meilleure compréhension de l'étape de chauffage du procédé de fabrication de pré-imprégné par voie aqueuse. À travers l'étude des phénomènes liés aux transferts de chaleur au niveau du four IR, une amélioration de la qualité du pré-imprégné est attendue grâce à l'optimisation des paramètres procédés.

Bibliographie : la morphologie des pré-imprégnés

Dans la littérature relative aux procédés par voie aqueuse, peu d'informations sont disponibles sur l'évolution de la morphologie des pré-imprégnés au cours des étapes de séchage et de fusion. En effet, la plupart des auteurs se concentrent sur l'étape de consolidation, au cours de laquelle une pression et souvent une température sont appliquées afin de réduire les porosités [24, 81, 87].

Seuls les travaux de Vodermayr et al. [87] évoquent une évolution de la morphologie du pré-imprégné au cours du chauffage sans donner d'informations quantitatives sur

ces évolutions (Figure 3). D'après ces travaux, une relation existe entre la largeur du pré-imprégné humide et le taux d'emport.

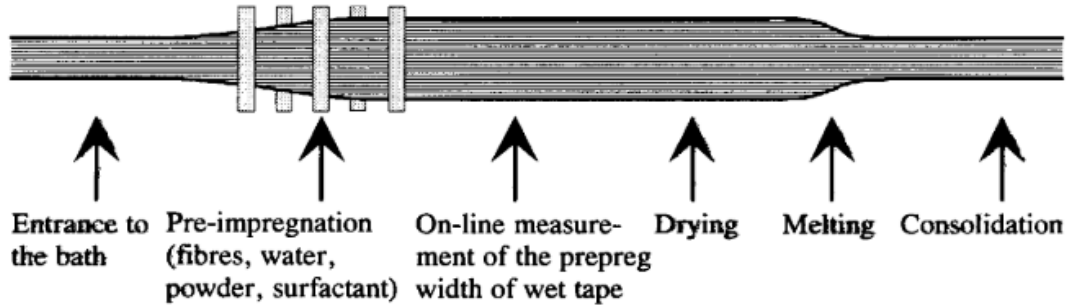


Figure 3 – Vision schématique de l'évolution de la largeur du pré-imprégné au cours du procédé [87]

Dans leurs travaux, Ramani et al. [70, 71] proposent un premier modèle pour l'étape de séchage et un second pour la coalescence des particules. La Figure 4 montre l'évolution de la température et du taux d'humidité du pré-imprégné en fonction du temps. Le séchage, convectif dans le cadre étudié par Ramani et al., peut être divisé en trois temps : une première zone de chauffage et de séchage, une seconde zone où toute l'énergie fournie au pré-imprégné est utilisée pour le séchage sans augmentation de température et enfin une troisième zone où il n'y a plus assez d'eau pour utiliser toute l'énergie, le chauffage du pré-imprégné reprend et le front de séchage se recule à l'intérieur du matériau jusqu'à séchage total.

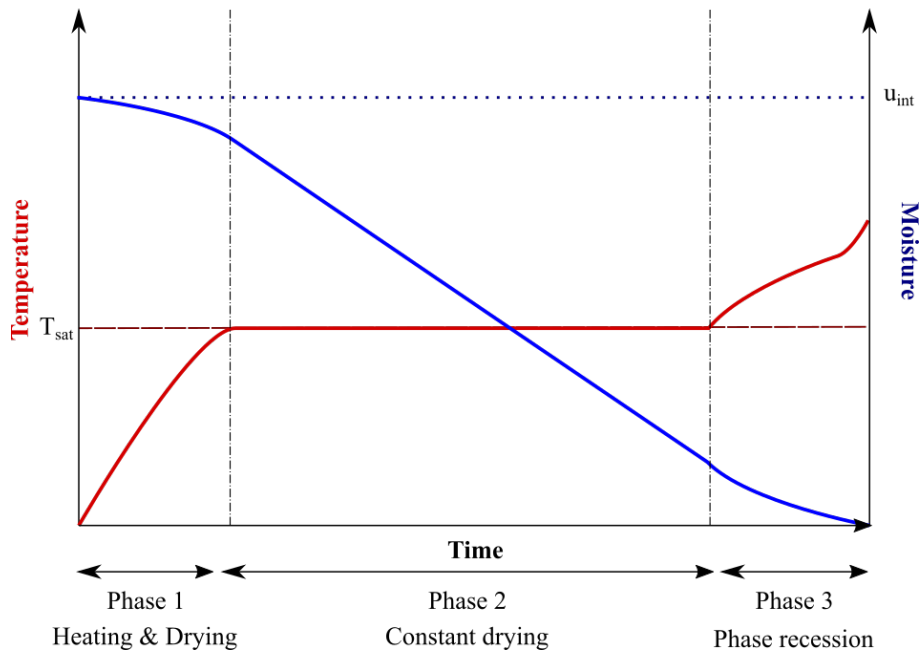


Figure 4 – Etapes de séchage et de transfert de masse dans un milieu poreux capillaire. Inspiré de [70]

Le processus d'enrobage des fibres de carbone par la matrice polymère au cours de son chauffage a été décrit en différentes étapes par Ramani et Hoyle [71]. Initialement à l'état de poudre avec une forme rugueuse, les grains commencent par se lisser. L'étape suivante consiste en la coalescence des particules entre elles et la formation de ponts entre les fibres. Enfin la formation de film, avec ou sans pont entre les fibres. Les auteurs ont réalisés les essais avec des fibres de verre et différents polymères (nylon 11, syndiotactic polystyrene et PEKK). Entre 51s et 81s ont été nécessaires pour effectuer l'ensemble des étapes.

Les essais effectués dans le cadre de cette étude ont un temps de séjour dans le four IR de 31s. Ce temps est inférieur au temps nécessaire pour réaliser l'ensemble des étapes de l'enrobage des fibres par la poudre polymère. La ligne d'imprégnation est équipée d'un système de compactage positionné après le four IR. Il permet d'accélérer les dernières étapes de la coalescence afin de réduire les porosités du matériau. Ce module n'est pas étudié dans ces travaux.

Objectifs

L'objectif principal de cette thèse est de modéliser le chauffage du pré-imprégné au cours de son séjour dans le four IR. Pour remplir ces objectifs, plusieurs étapes seront nécessaires. Dans un premier temps, il est essentiel de pouvoir caractériser et modéliser les conditions de chauffage rencontrées par le pré-imprégné dans le four IR. Dans un second temps, la caractérisation des propriétés optiques et thermo-physiques du pré-imprégné est indispensable pour réaliser la modélisation du cycle thermique.

La difficulté de ce sujet réside dans le fait que la morphologie et la température du pré-imprégné varient au cours du procédé. En effet, lors de son séjour dans le four IR, le pré-imprégné subit plusieurs changements d'état : d'une part, une évolution des fractions massiques des éléments constitutifs liée à l'évaporation de l'eau, et d'autre part, une évolution de sa géométrie liée à la fusion et à l'étalement du polymère. Parallèlement à ces changements morphologiques, la température du pré-imprégné est en évolution constante au cours du procédé. Les propriétés thermo-physiques et optiques peuvent également dépendre de la température.

Organisation du manuscrit

Afin de répondre à ces objectifs, ce manuscrit est divisé en deux parties. La Partie I se focalisera sur la caractérisation du procédé et plus particulièrement le four IR.

Dans le Chapitre 1, la composition du four IR est détaillée, ainsi que son fonctionnement. La caractérisation expérimentale du four est réalisée à l'aide de plaques thermoplastiques instrumentées de thermocouples. Le protocole de fabrication de ces plaques est détaillé et les paramètres procédés influençant le chauffage sont mis en évidence.

Le Chapitre 2 consiste en une étude bibliographique du chauffage IR. Les principales lois du rayonnement sont rappelées. Les propriétés caractérisant les échanges radiatifs sont détaillées, et les principales méthodes de calcul d'échanges radiatifs sont présentées. Ensuite, les émetteurs IR du four sont décrits précisément, et les éléments liés à leur modélisation durant les échanges radiatifs sont présentés.

La modélisation des émetteurs IR fait l'objet du Chapitre 3. Les lampes de cette étude sont des lampes halogènes tubulaires avec réflecteur intégré, émettant dans le proche IR. La particularité de ces lampes réside dans l'effet du réflecteur sur la distribution spatiale du rayonnement. La stratégie de modélisation, inspirée de la modélisation des lampes sans réflecteur intégré, a ainsi été développée. Une approche par identification inverse a été mise en œuvre pour déterminer les paramètres du modèle. La température de la lampe est caractérisée à partir de l'utilisation d'une lampe dite claire, sans réflecteur. Cela a permis de déterminer la fonction de pondération de l'émission spatiale à partir de mesures effectuées avec la lampe à réflecteur intégré.

Cette Partie I s'achève par une modélisation d'un module chauffant du four IR présentée dans le Chapitre 4. Les propriétés optiques des différents composants ont été caractérisées et leur influence sur les échanges radiatifs déterminée. Le modèle développé a alors permis de confronter les résultats numériques avec les données expérimentales issues des essais de caractérisation présentés dans le premier chapitre.

Avec la modélisation du four IR en place, la caractérisation du pré-imprégné au cours de son chauffage sur la ligne d'imprégnation fait l'objet de la Partie II du manuscrit.

Le fonctionnement de la ligne d'imprégnation en conditions de fabrication est tout d'abord présenté dans le Chapitre 5. Une présentation plus détaillée des différents procédés de fabrication de pré-imprégné est faite avec une focalisation sur le procédé d'imprégnation par voie aqueuse. Les conditions de fonctionnement sont précisées, et l'influence de certains paramètres procédés est discutée. Les essais et prélèvements permettant la caractérisation des propriétés matériaux et la détermination des fractions massiques et volumiques des différents composants du pré-imprégné au cours du chauffage sont présentés.

Le Chapitre 6 présente la caractérisation des propriétés optiques du pré-imprégné à différentes étapes du chauffage. À partir des fractions massiques et volumiques, calculées dans le cinquième chapitre, les propriétés thermo-physiques du pré-imprégné au cours du chauffage sont déduites.

Le Chapitre 7 porte sur la modélisation de l'étape de chauffage du pré-imprégné dans le four IR de la ligne d'imprégnation. Dans un premier temps, l'énergie nécessaire au chauffage du pré-imprégné, dans les conditions étudiées, est calculée afin d'estimer les pertes convectives et radiatives. Une simulation est réalisée afin de calculer la température moyenne dans la section du pré-imprégné en fonction de son déplacement dans le four. Les résultats issus de cette modélisation sont comparés à des données expérimentales et l'influence des échanges convectifs sur la température du pré-imprégné est discutée.

Enfin, ce manuscrit se termine par une conclusion générale sur les travaux effectués, ainsi que les perspectives à donner à cette étude.

Partie I

Caractérisation du procédé : Four IR

CHAPITRE 1

Caractérisation du four IR

1.1	Présentation du four IR	14
1.1.1	Introduction	14
1.1.2	Composition du four IR	14
1.1.3	Fonctionnement du four IR	16
1.1.3.1	Lampes Halogènes	16
1.1.3.2	Ventilation	16
1.2	Caractérisation expérimentale du fonctionnement du four IR	17
1.2.1	Plaques instrumentées	17
1.2.1.1	Description des plaques	17
1.2.1.2	Fabrication des plaques	18
1.2.1.3	Réponses des thermocouples	19
1.2.2	Conditions expérimentales	22
1.2.2.1	Placement des plaques dans le four	22
1.2.2.2	Configurations d'essai	24
1.2.3	Résultats	25
1.2.3.1	Effet de la zone de chauffage	25
1.2.3.2	Effet de la puissance d'alimentation des lampes	27
1.2.3.3	Effet du taux d'extraction	29
1.3	Conclusion partielle	29

1.1 Présentation du four IR

1.1.1 Introduction

La ligne d'imprégnation de l'IRT-SE a été présentée dans sa globalité dans le chapitre introductif de ce manuscrit. Dans le présent chapitre une description plus détaillée du four IR de cette ligne sera donnée.

Le four IR est l'élément clé du procédé de fabrication d'un pré-imprégné et constitue le point central de ces travaux. En effet, la problématique porte sur l'évolution du pré-imprégné au cours du chauffage. Pour étudier cette évolution nous devons d'abord comprendre les échanges d'énergie mis en jeu dans le four IR de la ligne d'imprégnation, et plus particulièrement les échanges thermiques.

Dans un premier temps, la composition et le fonctionnement du four seront décrits. Ensuite, la démarche expérimentale établie pour caractériser son fonctionnement est détaillée : la fabrication d'une plaque instrumentée sera détaillée ainsi que les résultats obtenus lors du chauffage de cette plaque dans le four IR. Pour finir, des éléments issus de campagne d'essais en condition de fabrication de pré-imprégné, permettant d'illustrer le comportement du four, seront présentés.

1.1.2 Composition du four IR

Une vue globale du Four IR, en position ouverte, est donnée Figure 1.1. Ce four comporte quatre modules chauffants et un système de ventilation.

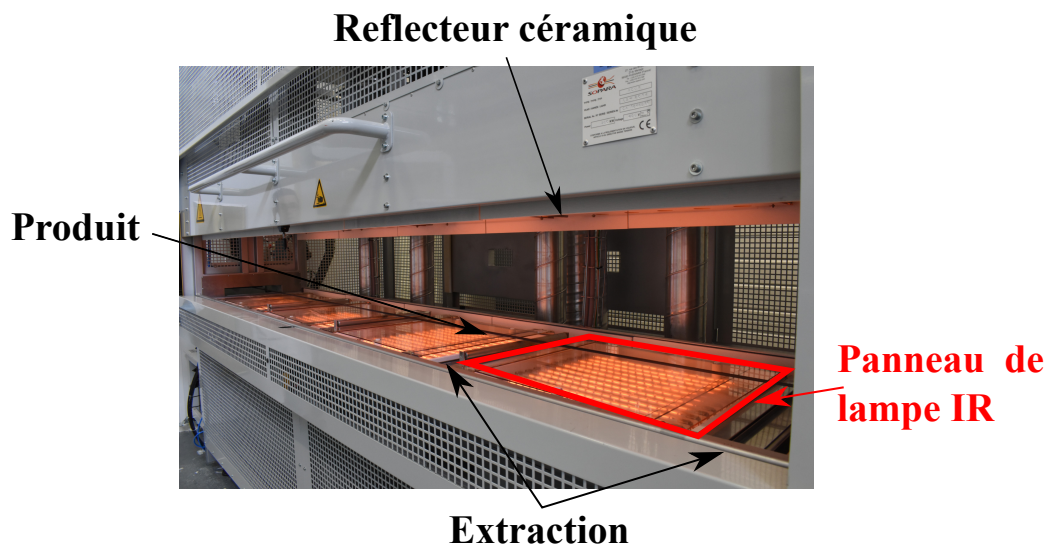


Figure 1.1 — Vue globale du four IR de la ligne d'imprégnation (IRT-SE) en position ouverte

La Figure 1.2 montre une coupe transversale d'un module chauffant. Chaque module est composé des éléments suivants :

- 24 lampes halogènes (2000W, 400V), réparties symétriquement dans les parties inférieure et supérieure du four. Ces lampes constituent la source de chaleur principale du four, l'énergie étant émise par rayonnement.
- Un ensemble de panneaux réflecteurs en céramique, disposés sur l'ensemble du contour du four. Leur but est de rediriger le rayonnement vers l'intérieur du four et de réduire les pertes radiatives vers l'extérieur.
- Des plaques en verre sont situées sur chaque module chauffant entre les lampes et le produit à chauffer. Elles ont pour but de protéger les connectiques des lampes, notamment vis-à-vis des fibrilles de carbone se détachant de la nappe de carbone imprégnée.

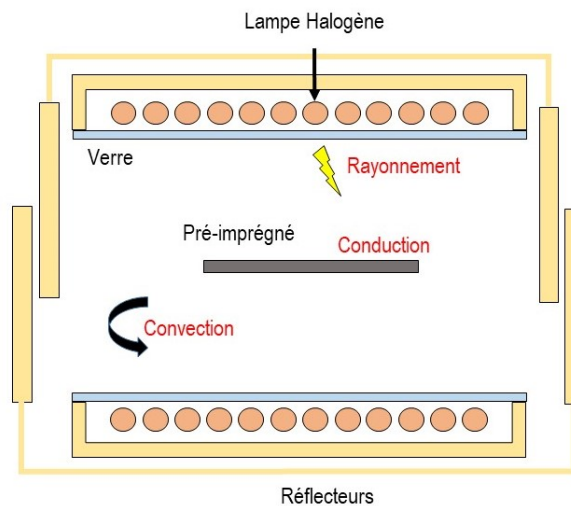


Figure 1.2 – Coupe transversale d'un module chauffant du four IR

Entre chaque module chauffant, dans la partie basse du four, se trouvent des rouleaux métalliques. Ils ont pour but d'assurer l'élévation de la nappe vis-a vis des modules chauffants, dans le cas où la tension de la ligne d'imprégnation ne serait pas suffisant pour assurer cette fonction.

Le four est également équipé d'un système de ventilation :

- Un système de soufflage à l'intérieur des modules chauffants afin de refroidir les connectiques des lampes halogènes par injection d'air. L'air s'évacue par des orifices situés en périphérie de la plaque de protection de verre.
- Un système d'extraction, sous forme de lames rectangulaires, situés entre chaque module (inférieur et supérieur). Ces lames permettent d'assurer un renouvellement de l'air du four, renouvellement nécessaire car la vapeur d'eau générée par le séchage de la nappe humide dans la première partie du four doit être extraite.

Plusieurs moyens de mesure sont présents dans le four (Annexe [A.1](#)) :

- Pyromètres : Permettant de mesurer la température du produit chauffé en fin des modules 2 et 4 et en sortie de four.
- Thermocouples : Permettant de mesurer la température des réflecteurs céramiques supérieurs dans les modules 2 et 4 et la température de l'air extrait du four.

Au regard de ces éléments et comme schématisé sur la Figure [1.2](#), les échanges thermiques dans le four se produisent suivant les trois modes de transferts de la chaleur. La source principale d'énergie est évidemment radiative mais les échanges au sein du pré-imprégné ainsi que dans les différents composants du four ont lieu par conduction. Des échanges convectifs sont également présents sous forme combinée, c'est à dire qu'il y aura de la convection forcée de la part du système de ventilation et de la convection naturelle résultante des différences de température entre le produit chauffé ou les éléments du four et l'air du four.

1.1.3 Fonctionnement du four IR

Le pilotage du four peut être décomposé en deux parties : dans un premier temps une partie chauffage composée des lampes halogènes et dans un second temps le système de ventilation.

1.1.3.1 Lampes Halogènes

La Figure [1.3](#) montre la disposition des 4 modules chauffants dans la partie inférieure (ou supérieure) du four. Le four est divisé en deux parties et le pilotage des lampes halogènes dans chacune de ces parties se fait par zones. La partie A comprend les deux premiers modules et est utilisée essentiellement pour l'évaporation de la phase aqueuse. La partie B comprend les deux derniers modules chauffants et son rôle est de faire fondre la matrice. Les lampes sont disposées de façon symétrique dans les parties inférieure et supérieure du four.

Au sein de chaque partie (A ou B), les lampes se pilotent par groupe de 8. Il y a donc 6 zones par partie, soit 12 zones au total. De ce fait l'utilisateur doit définir, dans un premier temps, les zones qu'il souhaite utiliser et dans un second temps la puissance émise par chacune de ces zones. Le choix de la puissance se fait en pourcentage de puissance électrique fourni aux lampes.

1.1.3.2 Ventilation

Le système de ventilation se pilote en pourcentage, avec une valeur minimale imposée de 50%, pour l'injection d'air et une valeur modulable entre 0 et 100% pour l'extraction. La valeur maximale fournit le débit maximal de chaque sous-système.

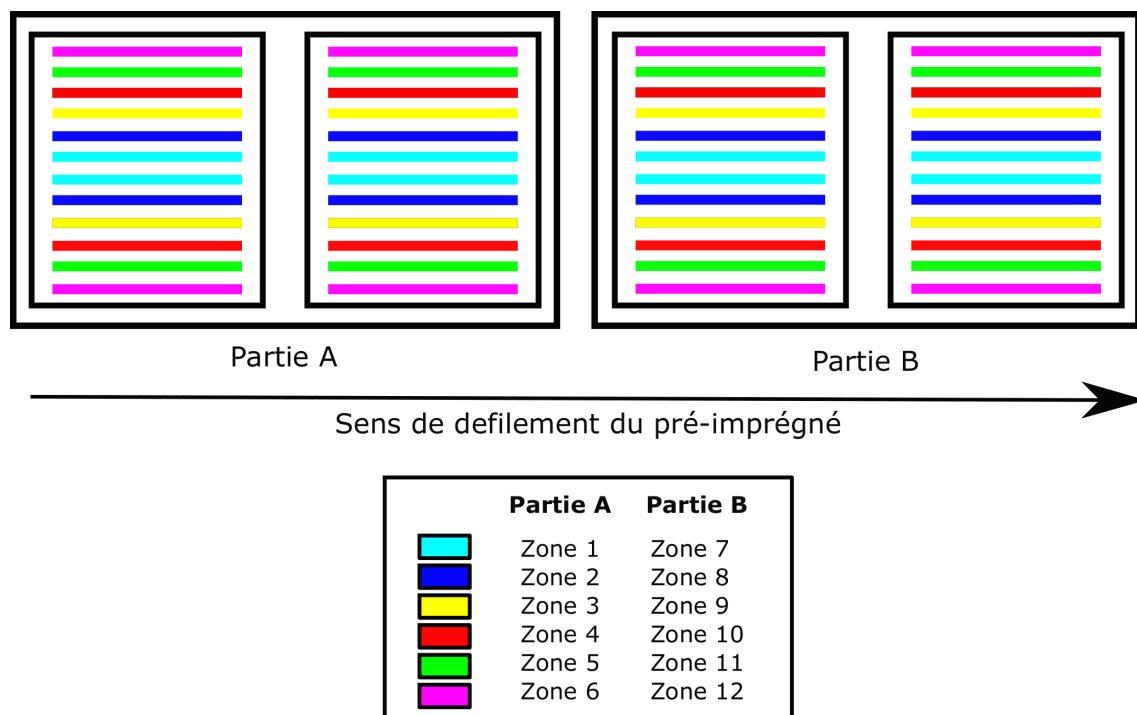


Figure 1.3 – Organisation du pilotage des lampes halogènes au sein du four IR (partie inférieure ou supérieure)

1.2 Caractérisation expérimentale du fonctionnement du four IR

L'environnement du four étant très difficile à instrumenter en raison de sa configuration fermée en fonctionnement et de son fort flux radiatif, nous avons décidé d'analyser l'évolution de la température de l'élément à chauffer afin de comprendre le comportement du four. Deux plaques instrumentées ont ainsi été utilisées pour analyser l'influence du paramétrage du four. Dans cette partie, les plaques instrumentées et leur fabrication seront décrites. Les conditions expérimentales implémentées dans le four de la ligne d'imprégnation seront présentées. Pour finir les résultats des essais seront discutés.

1.2.1 Plaques instrumentées

1.2.1.1 Description des plaques

Les plaques instrumentées ont été fabriquées par thermocompression de deux plaques de polymère thermoplastique entre lesquelles est disposé un ensemble de thermocouples de type K (Fil alumel (rouge -) et fil chromel (jaune +) $\varnothing = 80\mu\text{m}$, Omega).

Deux polymères thermoplastiques amorphes ont été utilisés pour la fabrication des plaques instrumentées : l'ABS (Acrylonitrile-butadiène-styrène) et le PEI (Polyéthér-imide). Il est à noter que l'ABS utilisé dans cette étude (ABS-N) est un grade

chargé de noir de carbone, ce qui lui donne un couleur noir et des propriétés optiques particulières.

Les propriétés thermo-physiques de ces deux matériaux sont données dans la Table 1.1. Dans un premier temps, la plaque d'ABS-N a été fabriquée. Sa température de transition vitreuse étant proche de 110°C les essais n'ont pas permis d'appliquer les puissances utilisées habituellement dans le four pour la fabrication des pré-imprégnés. Pour cette raison, une seconde plaque a été fabriquée avec du PEI, qui a une température de transition vitreuse de 217°C, soit environ 100°C de plus que l'ABS-N. Cette différence de T_g a permis de réaliser des essais jusqu'à des températures plus élevées et donc de réaliser des essais avec des puissances représentatives du procédé en production.

Table 1.1 – Propriétés physiques de l'ABS-N et du PEI

Propriété	Unité	ABS-N	PEI
Masse volumique ρ	kg m^{-3}	1050 [27]	1270 [86]
Capacité thermique C_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	1300 [27]	$2.86 * T[^\circ\text{C}] + 1020$, $T \in [20 - 200]$
Conductivité thermique k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0.19 [27]	0.24 [86]
Température de transition vitreuse T_g	$^\circ\text{C}$	100 – 120 [27]	217 [86]

1.2.1.2 Fabrication des plaques

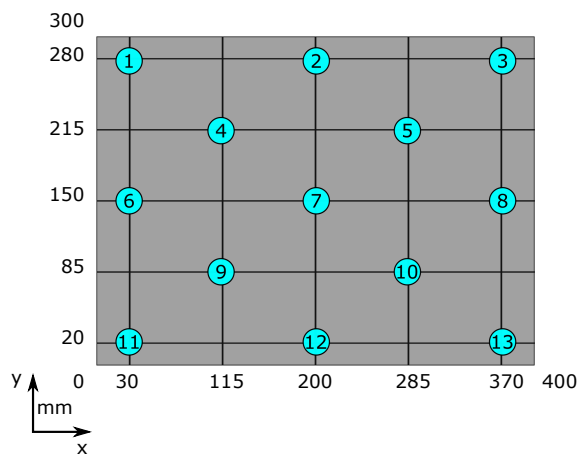
La démarche globale employée est identique pour chaque plaque, mais du fait de la différence des propriétés physiques des polymères utilisés, quelques adaptations ont été nécessaires pour la plaque PEI.

Plaque instrumentée ABS-N

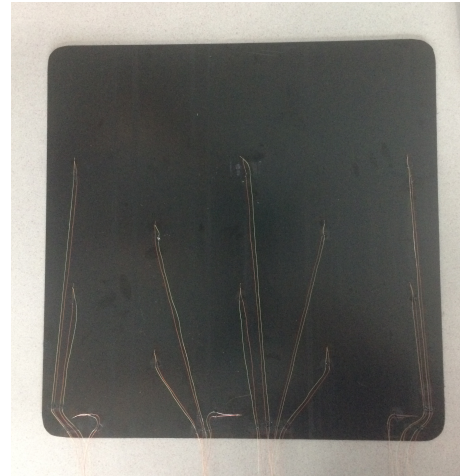
1. Préparation des thermocouples : micro-soudeuse sous atmosphère neutre d'argon
2. Découpe de 2 plaques d'ABS-N de 400mm * 400mm, d'épaisseur 1.5mm
3. Placement et collage des 13 thermocouples sur la plaque inférieure (Fig. 1.4 a-b). L'emplacement des thermocouples a été choisi afin de pouvoir mesurer le champ de température pour différentes configurations de lampes à partir de simulations préliminaires du four.
4. Assemblage des plaques d'ABS-N avec les thermocouples par thermo-compression sous presse chauffante (Pilote EDyCO -Institut Clément Ader)
5. Découpe de la plaque consolidée (400mm * 300mm) dans le but de limiter les effets convectifs liés à la taille de la plaque par rapport au produit usuellement chauffé dans le four.

Plaque instrumentée PEI

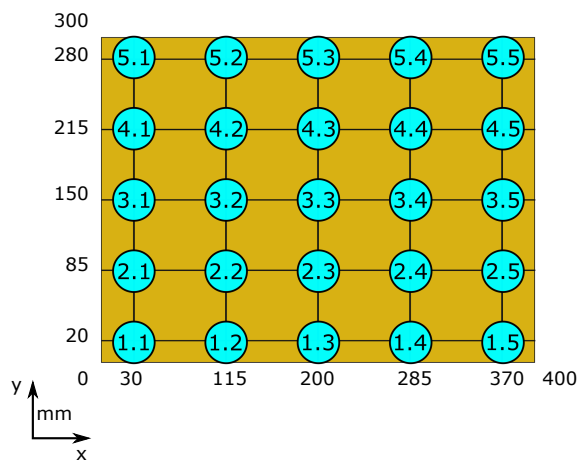
1. Préparation des thermocouples (micro-soudeuse sous atmosphère neutre d'argon)



(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 1.4 – Emplacement des thermocouples au sein des plaques instrumentées. Plaque d'ABS-N (a) Schématique et (b) Avant consolidation. Plaque de PEI (c) Schématique et (d) Avant consolidation

- Découpe de 2 plaques de PEI de 400mm * 400mm, d'épaisseur 1.5mm
- Placement et collage des thermocouples sur la plaque inférieure (Fig. 1.4 c-d). Le nombre de thermocouples a été augmenté par rapport à la plaque d'ABS-N de 13 à 25 afin d'obtenir plus d'informations et d'assurer un résultat exploitable en cas d'endommagement de thermocouples au cours de la fabrication
- Assemblage des plaques de PEI avec les thermocouples par thermo-compression sous presse chauffante (Pilote EDyCO -Institut Clément Ader)
- Découpe de la plaque consolidée (400mm * 300mm)
- Peinture de la plaque afin de la rendre opaque au rayonnement IR

1.2.1.3 Réponses des thermocouples

Sur l'ensemble des 13 thermocouples disposés entre les plaques d'ABS-N, seuls les neufs situés sur les diagonales de la plaque sont finalement fonctionnels à l'issue

de l'étape de fabrication (Figure 1.4). Afin de vérifier le fonctionnement des thermocouples restants dans un environnement contrôlé, ils ont été soumis à un cycle thermique en étuve. Pour chaque essai un thermocouple de type K a été placé à proximité de la plaque afin de mesurer la température de l'air de l'étuve. Cette mesure est dite température de contrôle.

Plaque ABS-N Pour cette étape de vérification, la plaque d'ABS-N a été soumise au cycle de chauffage suivant (Figure 1.5) :

1. Rampe de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 45°C ,
2. Palier de 60 min à 45°C ,
3. Rampe de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 60°C ,
4. Palier de 60 min à 60°C ,
5. Rampe de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 70°C ,
6. Palier de 60 min à 70°C ,
7. Refroidissement à l'air libre (étuve ouverte).

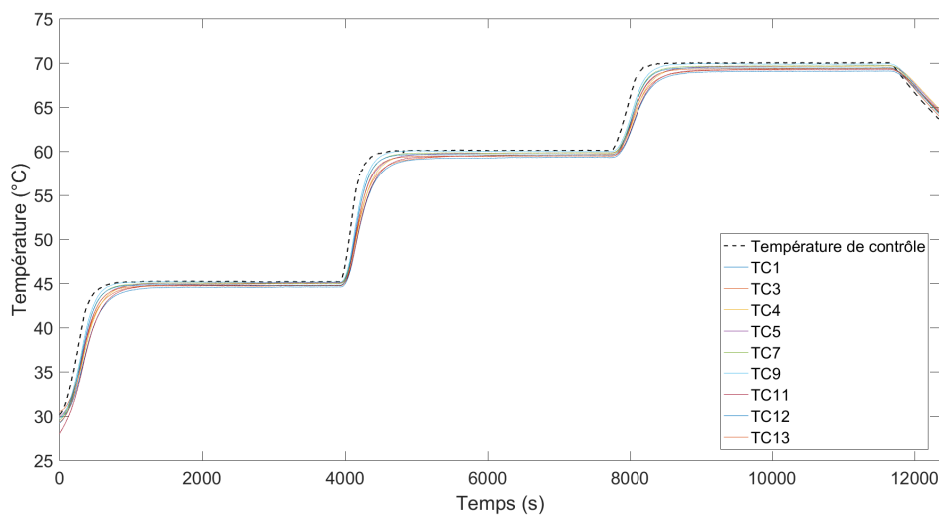


Figure 1.5 — Réponse des thermocouples de la plaque instrumentée d'ABS-N lors d'un cycle thermique comportant des paliers isothermes réalisé en étuve.

Les résultats présentés sur la Figure 1.5 montrent que la température mesurée par chacun des thermocouples dans la plaque lors des différents paliers correspond à la température de contrôle. Un léger décalage est toutefois notable durant les phases de chauffage entre la température de contrôle et la température mesurée au sein de la plaque par les thermocouples. Cet écart peut être attribué, en partie, au fait que la chaleur doit se propager par conduction au sein de la couche d'ABS-N avant d'être perçue par les thermocouples. Durant les étapes de chauffage, on constate un écart de mesure entre les thermocouples mesurant la température maximale et minimale. Les mesures effectuées indiquent néanmoins un écart négligeable lors du refroidissement. En effet l'écart entre les thermocouples est lié à un gradient de température dans l'air de l'étuve lors du chauffage. Ce résultat a été mis en évidence lors des essais de vérification réalisés sur la plaque de PEI.

Plaque PEI Sur l'ensemble des 25 thermocouples disposés entre les plaques de **PEI**, seuls 20 sont fonctionnels. Les thermocouples non fonctionnels sont : 1.1, 2.1, 1.3, 2.3 et 1.5 (Figure 1.4c) .

La plaque de **PEI** a été soumise à un cycle de chauffage comportant trois étapes (Figure 1.6) :

1. Rampe de 10°C/ min jusqu'à 150°C
2. Palier de 30 min à 150°C
3. Refroidissement libre, étuve fermée (consigne de température ambiante sans consigne de vitesse).

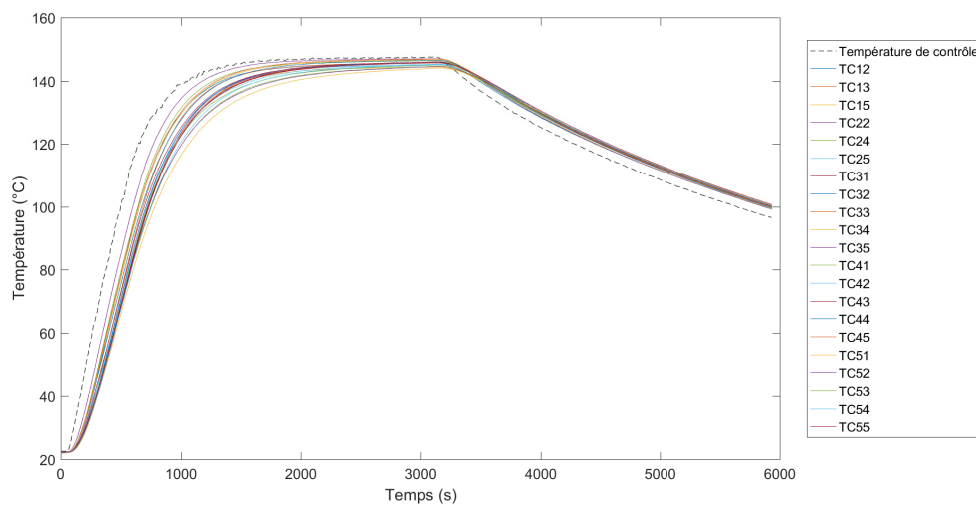


Figure 1.6 – Réponse des thermocouples de la plaque instrumentée de **PEI** lors d'un cycle thermique en étuve.

Le chauffage de la plaque de **PEI** montre un décalage de 15°C entre la température de contrôle et la température la plus élevée, relevée par le thermocouple TC22. Durant le chauffage, un écart élevé, jusqu'à 25°C peut être observé entre le thermocouple mesurant la température la plus chaude et la plus froide (TC51) et 18min ont été nécessaires pour atteindre une température stable lors de l'étape 2, avec un écart maximum de 5°C entre les thermocouples après stabilisation.

L'écart de température observée peut être attribuée en partie à la conduction au sein de la plaque comme cela était le cas pour la plaque d'**ABS-N**. Cependant, l'écart est trop élevé pour provenir uniquement de ce phénomène. Deux sources principales, pouvant expliquer cet écart, ont été identifiées :

- La présence de porosités, introduites entre les deux plaques durant l'étape de consolidation. Ces porosités contribuent à ralentir la propagation de la chaleur jusqu'aux thermocouples, plus ou moins, en fonction de leur taille. Cependant, les essais de chauffage en étuve ont été effectués avec une vitesse de 10°C/ min avec une source de chaleur convective. Sur la ligne d'imprégnation les vitesses de chauffage, pour la plaque de **PEI**, sont supérieures à 100°C/ min avec un chauffage radiatif prédominant, l'effet des porosités sera alors atténué.

- Malgré les écarts observés lors du chauffage, une homogénéité des mesures peut être observée lors du refroidissement. Cette observation soulève un questionnement sur l'origine des écarts lors du chauffage. L'hypothèse d'un gradient de température propre à l'enceinte de chauffage a été émise.

Pour évaluer l'influence de l'homogénéité de la température de l'air dans l'enceinte de l'étuve sur la température mesurée par les thermocouples, la plaque a été retournée (180° autour de l'axe y suivant la Figure 1.4c) et le même cycle de chauffage a été appliqué. La Figure 1.7 montre les isocontours de température, interpolés à partir des données des thermocouples, dans le référentiel de l'étuve, après 1000s de chauffage. Dans les deux cas, la distribution de température observée est de la même forme. Cette information renforce l'hypothèse d'un gradient de température au sein de l'enceinte, induit par des échanges convectifs.

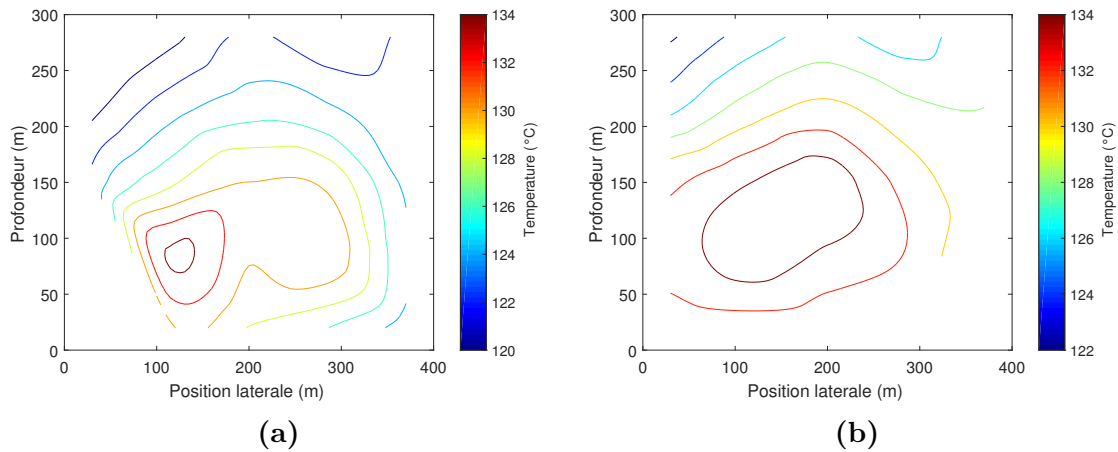


Figure 1.7 – Comparaison de la température relevée par les thermocouples de la plaque après 1000s de chauffage, (a) en position de chauffage normale et (b) tournée de 180° autour de l'axe y (Figure 1.4c)

Au vue de ces résultats et de la rapidité des phénomènes dans le four IR de l'IRT avec un chauffage radiatif prédominant, l'utilisation des plaques dans le four IR de la ligne d'imprégnation a été validée.

1.2.2 Conditions expérimentales

1.2.2.1 Placement des plaques dans le four

Les essais de chauffage des plaques instrumentées dans le four IR ont été réalisés en positionnant celles-ci suivant deux configurations distinctes. Dans un premier temps les plaques ont été positionnées au-dessus de la vitre inférieure du second module de la partie A du four, à l'aide de cales en céramique (Figure 1.8). La plaque de PEI a été centrée par rapport au module chauffant, tandis que la position de la plaque d'ABS-N était légèrement décalée vers la droite et vers l'avant du four. Cet écart relève des difficultés rencontrées pour travailler dans un espace réduit. Cette première

configuration a eu pour but d'étudier l'effet de la puissance des lampes et du choix des zones de chauffage sur la température de la matière et sa distribution au sein de la plaque.

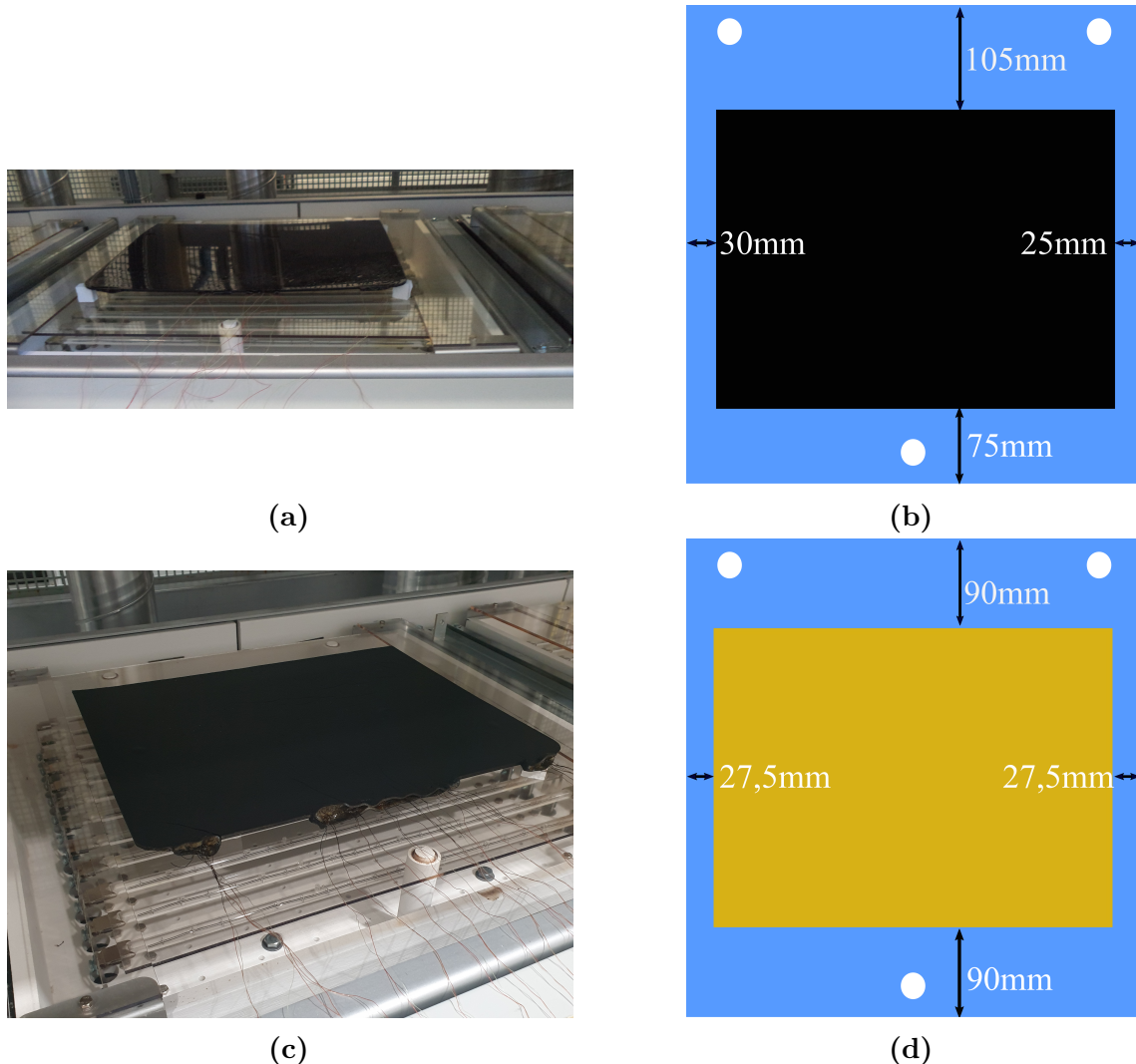


Figure 1.8 – Configuration 1 : Emplacement des plaques dans le four IR sur le deuxième module chauffant de la partie A du four IR. (a)&(b) Plaque d'ABS-N, (c)&(d) Plaque de PEI

Une deuxième configuration d'essai a été exploitée avec la plaque d'ABS-N. Dans cette seconde configuration, la plaque a été placée à cheval sur l'extraction séparant les deux modules chauffants de la partie A du four (Figure 1.9). Le bord gauche de la plaque est aligné avec le bord droit de la vitre du premier module. Elle n'est pas centrée par rapport à l'extraction afin de soumettre la plaque au rayonnement des lampes du module 2. Cette configuration a eu pour but d'étudier l'effet de l'extraction sur le chauffage de la plaque. La plaque de PEI n'a pas pu être étudiée dans cette configuration en raison du temps disponible pour effectuer les essais. L'effet du taux d'extraction sur son chauffage sera étudié grâce aux essais effectués dans la première configuration.

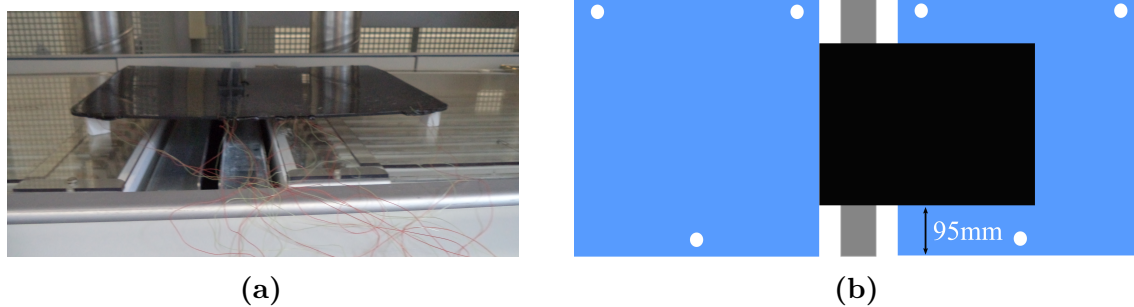


Figure 1.9 – Configuration 2 : Emplacement de la plaque d'ABS-N au dessus de la vanne d'extraction séparant les deux modules de la partie A du four IR

1.2.2.2 Configurations d'essai

Les essais effectués avec ces plaques instrumentées ont permis de mettre en évidence l'influence de trois paramètres. Il s'agit de la (ou les) zone(s) activée(s) pour le chauffage, la puissance des lampes et le taux d'extraction de l'air du four. Le débit de l'injection d'air a été maintenu constant. Le Tableau 1.2 résume les différentes valeurs prises par ces paramètres.

Table 1.2 – Paramètres variables lors des essais de chauffage dans le four IR de la ligne d'imprégnation

Plaque	Zones	Puissance (%)	Extraction
ABS-N	[[1 : 5]]	5 - 8	0 – 20
PEI	[[1 : 5]]	20 – 50	0 – 100

Pour l'ensemble des essais la plaque a été chauffée jusqu'à une température cible. Lorsque la température cible est atteinte, par au moins un des thermocouples, les lampes sont éteintes et la phase de refroidissement débute. Le choix de cette température dépend de la température de transition vitreuse de la plaque utilisée et de sa position dans le four. Pour les essais effectués avec la plaque située dans le deuxième module chauffant (Figure 1.8) ces températures sont de 60°C pour la plaque d'ABS-N et de 120°C pour la plaque de PEI. Lorsque la plaque d'ABS-N est située au dessus de la vanne d'extraction (Figure 1.9) la température cible est de 40°C.

La plaque est refroidie grâce aux échanges convectifs forcés et naturels au sein du four. Le retour à la température ambiante de la plaque entre deux essais n'étaient pas envisageable dans le temps alloué aux essais. Pour cette raison une seconde température cible de 25°C a été définie . La fin d'un essai et le début du suivant pouvait avoir lieu lorsque l'ensemble des thermocouples indiquaient une température inférieure à cette température cible.

1.2.3 Résultats

1.2.3.1 Effet de la zone de chauffage

Les zones de chauffage à utiliser sont le premier choix que l'utilisateur doit effectuer lors du paramétrage du four. Ce choix des zones est primordial et doit être adapté à la largeur du produit à chauffer et la température matière à atteindre.

Les essais destinés à mettre en évidence l'influence des zones de chauffage ont été réalisés avec une puissance des lampes fixe et dans la configuration 1 avec un taux d'extraction d'air de 20%. Dans un premier temps, les essais ont été effectués en utilisant uniquement une zone, puis dans un second temps, l'effet de l'utilisation de plusieurs zones simultanément a été exploré. Bien que des essais similaires aient été réalisés avec les deux plaques instrumentées, seuls les essais menés avec la plaque de PEI sont présentés car plus représentatifs des puissances utilisées pour la production de pré-imprégné carbone avec résine haute performance.

A l'aide des données de température mesurées par les thermocouples disposés à mi-épaisseur de la plaque (Annexe A.2), la température sur l'ensemble de ce plan a été interpolée. Cette étape a été effectuée dans Matlab® avec la fonction *griddatta* avec une méthode cubique. Les thermocouples utilisés pour effectuer ces interpolations sont représentés sur l'ensemble des graphiques par des points noirs.

Chauffage à une zone La figure 1.10 regroupe les isocontours de température, après 47s de chauffage à 20% de puissance.

Les résultats obtenus dans le plan passant par la mi-épaisseur de la plaque instrumentée peuvent être interprétés d'un point de vue de la distribution de température et de la température maximale atteinte par la plaque.

La température maximale atteinte lors de l'utilisation des zones 2 à 5 est comparable, aux alentours de 80°C. Pour la zone 1 la température maximale se situe à 120°C. Cette différence s'explique par l'emplacement des lampes dans le four. Lorsque les lampes de la zone 1 sont actives, les émetteurs sont rapprochés et la zone centrale de la plaque est atteinte par le rayonnement des deux lampes. Le flux reçu par cette surface est la superposition des flux émis par les émetteurs et la vitesse de chauffage est plus importante. A l'inverse, lorsque les zones 3 à 5 sont utilisées (Figures 1.10c, 1.10d, 1.10e), la distance entre les émetteurs est telle que le flux reçu localement par la plaque n'est issu que d'un seul émetteur d'un module chauffant, ce qui se traduit par deux zones distinctes chauffées à la même température (80°C au bout de 47s de chauffage dans le cas présent). Le champ de température mesuré lorsque la zone 2 est active (Figure 1.10b) représente une condition de transition : la température maximale obtenue est du même ordre de grandeur que lors de l'utilisation des zones 3 à 5, mais la zone chauffée à cette température est plus étendue.

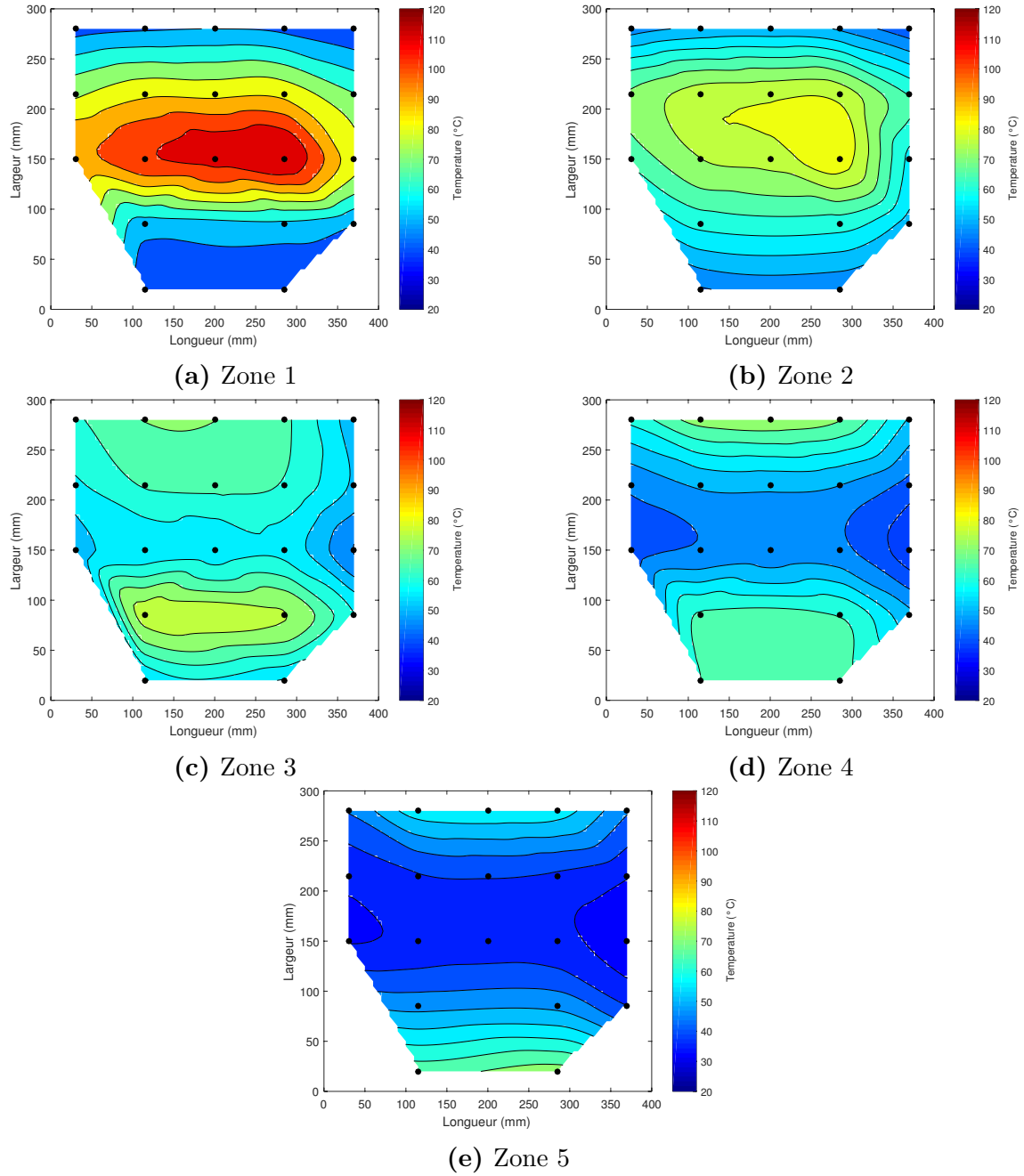


Figure 1.10 – Isocontours de température après 47s de chauffage à 20% de puissance utilisant différentes zones de chauffage.

Chauffage à plusieurs zones Afin d'assurer un chauffage sur l'ensemble du produit lorsque celui-ci est large ou pour atteindre la température cible lorsque la vitesse de la ligne est élevée, il peut être nécessaire d'utiliser plusieurs zones de chauffage d'une même partie du four. La Figure 1.11 montre deux exemples d'isocontours de température après 31s de chauffage à 20% de puissance dans le cas d'utilisation de plusieurs zones.

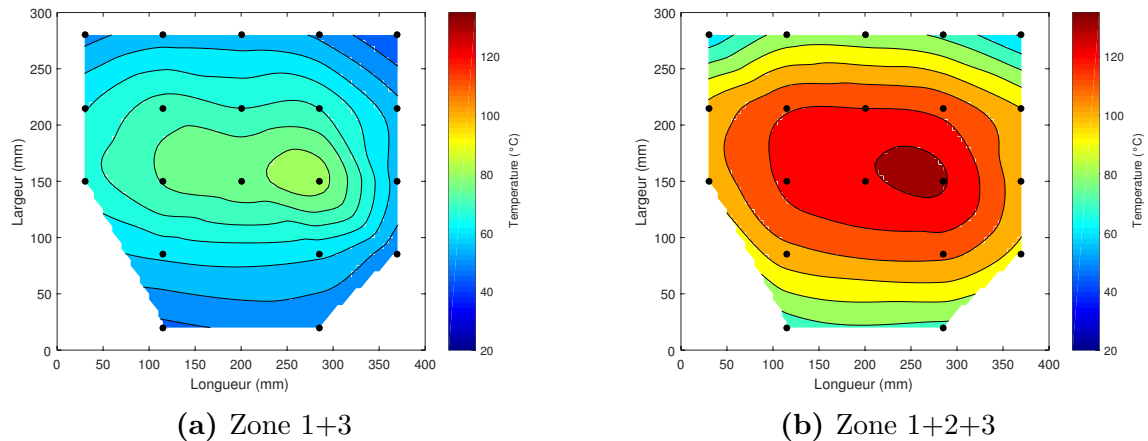


Figure 1.11 – Isocontours de température après 31s de chauffage à 20% de puissance utilisant plusieurs zones de chauffage simultanément.

Dans le premier cas (Figure 1.11a) les zones 1 et 3 ont été utilisées. La température maximale atteinte est d'environ 80°C et le gradient sur l'ensemble de la plaque est de l'ordre de 40°C. La zone chauffée est centrée par rapport aux lampes et le gradient de température est progressif sur l'ensemble de la largeur de la plaque.

Dans le second cas (Figure 1.11b) les zones 1 à 3 ont été utilisées. La température maximale atteinte est de 120°C et le gradient sur la surface est de 70°C. Le rajout de la zone 2 provoque une augmentation de la température sur la zone centrale et induit un gradient beaucoup plus prononcé entre le centre et les bords de la plaque.

Ces deux essais mettent en évidence l'importance du choix de la combinaison des lampes. A puissance égale, la combinaison des zones 1 et 3 induit un chauffage plus homogène de la plaque mais le temps de chauffage est plus long. La combinaison des trois premières zones permet de chauffer la zone centrale de la plaque plus rapidement mais en contre partie génère des gradients de température plus forts dans la largeur de la plaque.

1.2.3.2 Effet de la puissance d'alimentation des lampes

En parallèle du choix des zones de chauffage, l'utilisateur doit également choisir la puissance des lampes. Les résultats des essais effectués avec la plaque instrumentée de PEI seront utilisés. De même que pour l'étude précédente sur l'effet de la zone choisie, l'analyse de la distribution de température et la température maximale atteinte est réalisée.

La Figure 1.12 regroupe les isocontours de température pour l'utilisation de la zone 1 avec des consignes de puissance des lampes allant de 20 à 50% après 27s de

chauffage. La forme de la zone chauffée pour l'ensemble des puissances est identique. Nous pouvons conclure que la puissance appliquée aux lampes n'a pas d'effet sur la forme/taille de la surface chauffée. Cependant, les maxima des températures de ces zones sont fortement impactés par la puissance.

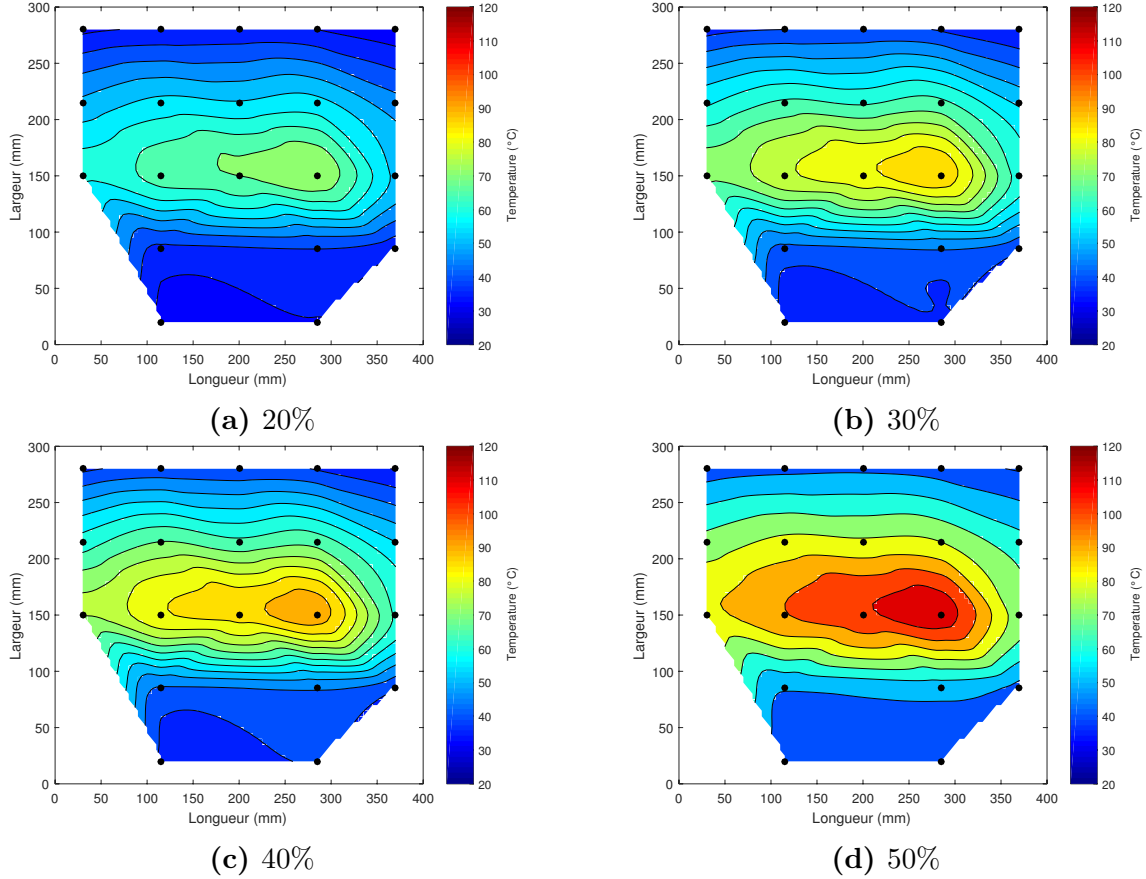


Figure 1.12 – Isocontours de température après 27s de chauffage avec la zone 1 pour différentes puissances de lampe

La Figure 1.13 compare la température maximale à la demi-épaisseur de la plaque au cours du chauffage. Dans un premier temps, la température reste stable, à température ambiante, durant environ 10s. Ce temps comprends un temps de latence d'environ 7s entre le démarrage du four et l'allumage des lampes. Après ce temps, le chauffage débute pour l'ensemble des thermocouples. En fonction de la puissance de chauffage la plaque met entre 27 et 47s pour atteindre une température de 120°C.

Ces résultats, bien qu'intuitifs, montrent que la puissance d'alimentation des lampes doit être adaptée aux conditions d'essai. En particulier, la puissance doit être établie en fonction de la température matière à atteindre et de la vitesse de la ligne.

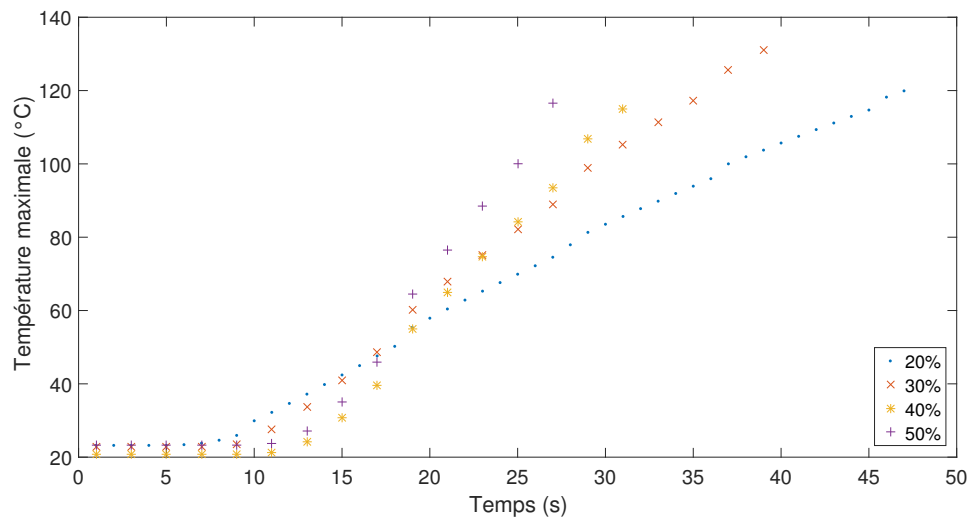


Figure 1.13 – Évolution de la température maximale à demi-épaisseur de la plaque au cours du chauffage avec la zone 1 à différentes puissances de chauffage

1.2.3.3 Effet du taux d'extraction

Les essais réalisés avec la plaque d' [ABS-N](#) en configuration 2 (Figure 1.9) ont permis d'étudier l'effet du taux de l'extraction de l'air par les lames d'extraction du four sur la distribution de température dans la plaque. Le taux d'extraction est modifié de 0 – 20%, pour une configuration zone/puissance fixe. La différence de température mesurée par un même thermocouple d'un essai à un autre est inférieure à 3°C, ce qui indique que l'extraction d'air a une influence limitée sur la valeur de la température de la plaque dans ces conditions dans cette gamme de température.

L'influence de l'extraction a également été étudiée en configuration 1 (Figure 1.8) avec la plaque de [PEI](#). Des valeurs de taux d'extraction entre 0 et 100% ont été appliquées pour un chauffage avec la zone 1 à 40% de puissance. La Figure 1.14 montre la température maximale atteinte par la plaque en fonction du temps, pour l'ensemble des essais. L'essai sans extraction est celui qui présente la température la plus élevée mais aucun lien cohérent entre l'effet de l'extraction et la température maximale n'a pu être trouvée à partir de ces résultats.

Il est à noter que les essais, que ce soit pour la plaque d'[ABS-N](#) ou la plaque de [PEI](#), ont été effectués en augmentant progressivement l'extraction d'un essai à un autre. Les écarts observés peuvent également être liés à l'augmentation de température de l'environnement du four (air ambiant, parois...) entre deux essais ou bien au refroidissement lorsqu'il y a eu une pause entre les essais. Enfin, ces essais ont été effectués sur une durée très courte. L'influence de ce paramètre, devra donc être étudié en condition réelle de production. Ce point sera traité au cours du Chapitre 5.

1.3 Conclusion partielle

Les composants principaux et le fonctionnement du four IR de la ligne d'imprégnation ont été décrits et analysés.

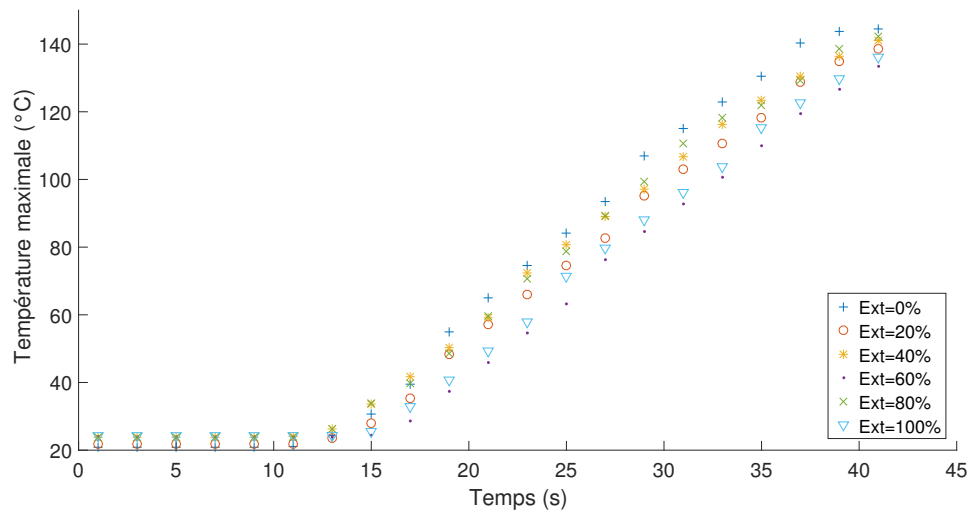


Figure 1.14 – Évolution de la température maximale atteinte par la plaque de PEI au cours du chauffage à 40% avec la zone 1 pour différentes valeurs du taux d'extraction

Le four IR est composé de 4 modules chauffants dont la source de chaleur est le rayonnement provenant des émetteurs IR. Cependant, les trois modes de transfert thermique sont présents dans le four : la propagation de la chaleur par conduction a lieu dans le produit à chauffer, mais également dans les différents éléments du four comme les réflecteurs céramiques et les plaques de verre. Des échanges convectifs sont engendrés par le système de ventilation du four et les échanges ont lieu sur les différentes surfaces du four et du produit.

Le fonctionnement du four est directement lié au paramétrage des 12 zones des lampes IR et à la puissance du système de ventilation. En effet, le four est divisé en 2 parties : la partie A comprenant 6 zones, utilisées pour l'évaporation de la phase aqueuse, et la partie B comprenant également 6 zones, destinées à augmenter la température du produit au-dessus de la température de fusion du polymère.

Afin de comprendre l'influence du paramétrage des lampes et de la ventilation, une caractérisation expérimentale du fonctionnement du four a été menée. Deux plaques de polymère thermoplastique, instrumentées avec des thermocouples, ont été fabriquées par thermo-compression. Ces plaques ont permis de caractériser le comportement du four indépendamment du pré-imprégné.

Ces plaques ont été utilisées pour effectuer des mesures de température dans le four IR sous différentes conditions de chauffage. L'influence du nombre de zones de chauffage utilisées pour conditionner thermiquement la matière ainsi que la consigne de puissance des lampes sur la température maximale atteinte par les plaques ont été étudiées. Cette étude a mis en évidence le besoin de choisir ces paramètres en fonction de la largeur du produit, la température à atteindre et la vitesse de la ligne. En revanche, l'utilisation des plaques instrumentées n'a pas mis en évidence un effet marqué du système de ventilation sur le chauffage dans cette configuration.

Dans le but de contrôler et optimiser la phase de chauffage d'un pré-imprégné durant sa production, une modélisation du four IR a été développée. Cette modélisation s'appuie sur les éléments bibliographiques relatifs au rayonnement IR qui est la principale source de chaleur du four étudié (Chapitre 2). Devant le nombre d'émetteurs présents dans le four IR de la ligne d'imprégnation, une stratégie de modélisation des lampes IR à réflecteur intégré a été développée et fait l'objet du Chapitre 3. Enfin, le dernier chapitre de cette partie, le Chapitre 4, traitera de la modélisation du four IR. La seconde partie du manuscrit sera dédiée au pré-imprégné et son interaction avec le four IR.

CHAPITRE 2

Bibliographie sur le chauffage IR

2.1	Introduction	34
2.2	Généralités sur le rayonnement	34
2.2.1	Grandeurs et principes généraux du rayonnement	34
2.2.2	Cas d'un corps noir	36
2.2.3	Cas d'une surface réelle	37
2.3	Rayonnement entre surfaces	38
2.3.1	Cas général	38
2.3.2	Méthode des radiosités	39
2.4	Description d'un émetteur IR	41
2.4.1	Description d'une lampe halogène tubulaire	41
2.4.2	Étude bibliographique	44
2.4.2.1	Propriétés physiques des composants de la lampe	44
2.4.2.2	Modélisation d'une lampe halogène	46
2.4.2.3	Conclusion partielle	52

2.1 Introduction

Généralement, les transferts thermiques se font suivant trois modes : la conduction, la convection et le rayonnement. Contrairement aux deux premiers modes, le rayonnement se propage sous forme d'ondes électromagnétiques, il est donc généralement prépondérant dans le vide ou pour des applications haute température. Ce chapitre bibliographique se focalise donc sur ce mode de transfert qui est le mode prépondérant dans le four IR de la ligne d'imprégnation.

Dans un premier temps, quelques généralités sur le rayonnement sont présentées, et dans un second temps, la modélisation du rayonnement entre surfaces est abordée. Enfin, ce chapitre se termine par une description des émetteurs IR et une étude bibliographique sur les propriétés des différents composants principaux ainsi que leur modélisation.

2.2 Généralités sur le rayonnement

2.2.1 Grandeurs et principes généraux du rayonnement

Le rayonnement est l'un des trois modes de transfert de chaleur avec la conduction (prédominante dans les solides) et la convection (prédominante dans les fluides). La particularité de ce mode de transfert est qu'il ne nécessite pas de milieu matériel pour se propager. En effet, le rayonnement se propage sous forme d'ondes électromagnétiques.

Ces ondes électromagnétiques sont caractérisées par leur longueur d'onde λ (m) et leur fréquence ν (Hz). Elles se déplacent à la vitesse de la lumière c (m s^{-1}) :

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad \text{avec} \quad c = \frac{c_0}{n} \quad (2.1)$$

Avec n l'indice de réfraction du milieu et c_0 la vitesse de la lumière dans le vide $c_0 = 3.10^8 \text{m s}^{-1}$.

L'aspect dual des ondes permet d'associer une fréquence à un photon transportant de l'énergie :

$$E = h * \nu \quad (2.2)$$

Avec E , l'énergie (J), h , la constante de Planck, $h = 6.626.10^{-34} \text{J s}$.

De même, leur nature dépend de la longueur d'onde. Ainsi, le rayonnement thermique correspond aux longueurs d'ondes comprises dans l'intervalle $[10^{-4}; 10^{-7}] \text{m}$ soit une partie des ultra-violets, le visible et les infrarouges (Figure 2.1).

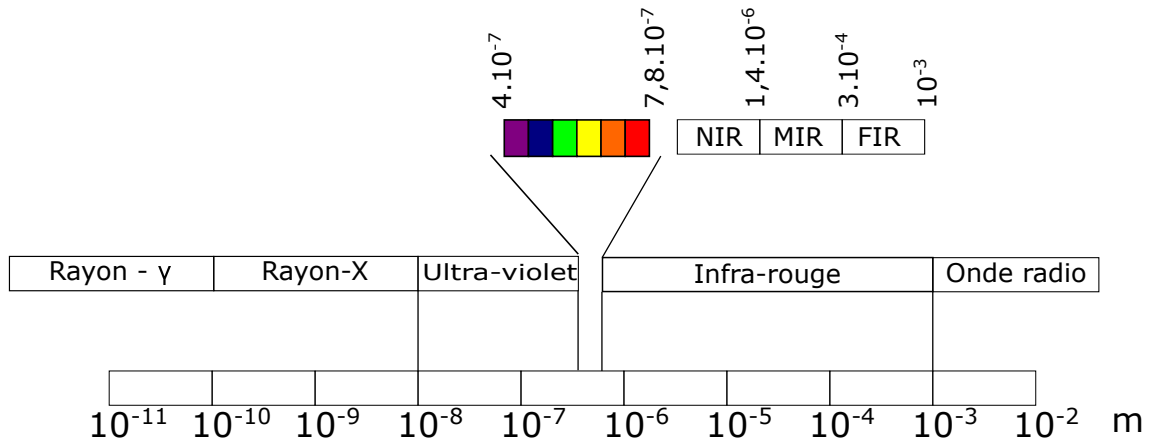


Figure 2.1 – Spectre électromagnétique

Pour caractériser le comportement radiatif d'un corps quelconque, il est nécessaire de définir les différentes interactions possibles entre un flux radiatif et la matière. Ainsi, lorsqu'un flux radiatif Φ_i (W) est incident sur une surface, il peut être absorbé, réfléchi ou transmis. Le principe de conservation de l'énergie permet d'écrire l'équation 2.3.

$$\Phi_i = \alpha_\lambda \Phi_i + \rho_\lambda \Phi_i + \tau_\lambda \Phi_i \quad (2.3)$$

Où α_λ , ρ_λ et τ_λ sont les coefficients d'absorption, réflexion et transmission du matériau pour la longueur d'onde λ . Ce sont des propriétés dites spectrales, car elles dépendent de la longueur d'onde du flux incident. La **première loi de Kirchhoff** dérive de cette relation et est donnée par l'équation 2.4.

$$1 = \alpha_\lambda + \rho_\lambda + \tau_\lambda \quad (2.4)$$

Une surface est dite **opaque** lorsqu'elle ne transmet pas de rayonnement ($\tau = 0$), la conservation de l'énergie est alors donnée par l'équation 2.5.

$$1 = \alpha_\lambda + \rho_\lambda \quad (2.5)$$

La surface est **semi-transparente** lorsqu'elle transmet une partie du rayonnement incident ($\tau \neq 0$).

La manière dont le rayonnement est réfléchi à la surface d'un matériau dépend de l'état de surface (rugosité) de celui-ci. Il existe deux cas idéaux de réflexion : une surface **spéculaire** reflète le rayonnement dans une direction privilégiée suivant la loi de Snell Descartes (Figure 2.2a). La surface peut être considérée comme spéculaire lorsque sa rugosité σ_s est faible devant la longueur d'onde ($\frac{\sigma_s}{\lambda} \ll 1$).

Une surface **diffuse** réfléchit le rayonnement incident dans des directions multiples. Une surface est dite **Lambertienne** lorsque elle réfléchit de façon uniforme dans toutes les directions pour tous les angles d'incidence (Figure 2.2b).

Dans le cas général, la réflexion d'un flux incident peut dépendre à la fois de l'angle d'incidence et de l'angle d'observation. La fonction permettant de décrire ce

comportement est la fonction de distribution de réflectance bidirectionnelle (BRDF) [59] et elle peut être déterminée par spectroscopie IR à transformée de Fourier.

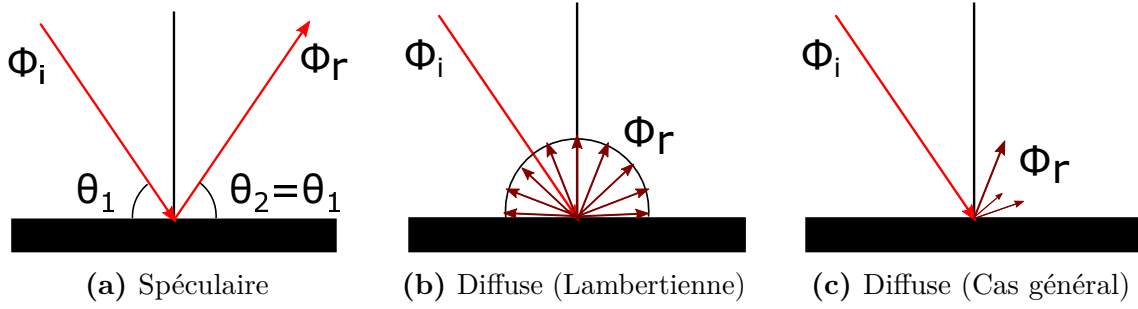


Figure 2.2 – Différents types de réflexion

2.2.2 Cas d'un corps noir

Le **corps noir** est un corps idéal qui absorbe toute l'énergie qu'il reçoit, sans réfléchir ou transmettre. Il sert d'élément de référence en rayonnement, c'est le corps qui émet le plus à une température donnée.

Vis-à-vis du rayonnement un corps peut être considéré comme émetteur ou récepteur. Lorsqu'il est considéré comme émetteur, on parle d'**Émittance** $M[\text{W m}^{-2}]$ (E dans la littérature anglophone). Cette grandeur correspond à la puissance émise par unité de surface par le corps. Lorsque le corps est considéré comme récepteur, on parle d'**Éclairement** $E[\text{W m}^{-2}]$ (G dans la littérature anglophone). Cette grandeur correspond à la puissance incidente par unité de surface.

L'émittance spéculaire (émittance en fonction de la longueur d'onde) du corps noir (Figure 2.3) est donnée par la **Loi de Planck** (Équation 2.6).

$$M_{\lambda}^0 = \frac{c_1 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda T} - 1\right)} \quad (2.6)$$

Avec M_{λ}^0 l'émittance spéculaire du corps noir (W m^{-2}), λ la longueur d'onde (m), T la température du corps (K) et c_1 , c_2 , des constantes de rayonnement.

Il est possible de calculer la longueur d'onde λ_m pour laquelle l'émittance d'un corps est maximale à une température donnée en utilisant la **loi de déplacement de Wien** (Équation 2.7).

$$\lambda_m = \frac{2898}{T} \quad (2.7)$$

L'intégration de la loi de Planck sur tout le domaine spectral permet de montrer que 95% de l'énergie d'un corps est émise dans l'intervalle $[0.5\lambda_m; 5\lambda_m]$.

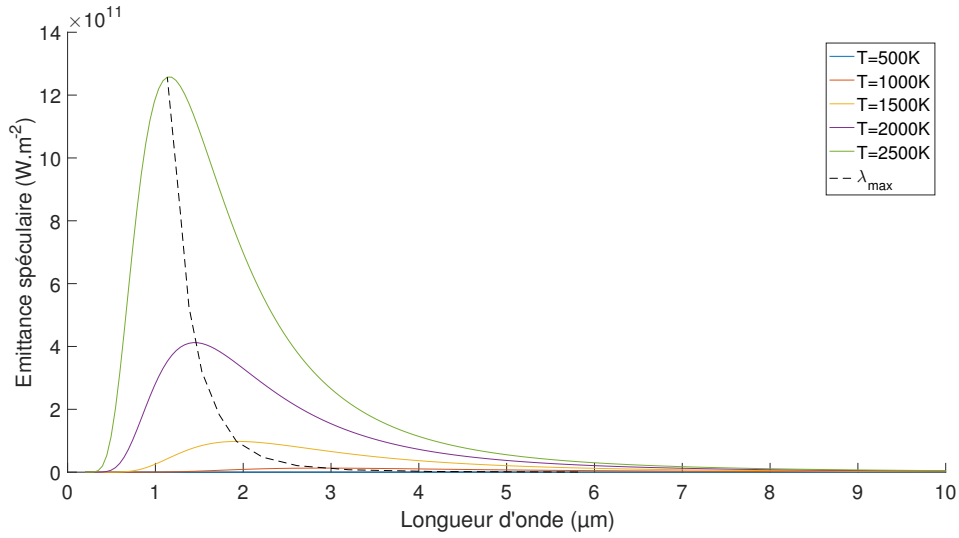


Figure 2.3 – Émittance de Planck en fonction de la longueur d'onde et de la température

Enfin la **loi de Stefan Boltzmann** (Équation 2.8), obtenue à partir de l'intégration de la loi de Planck sur l'ensemble du domaine spectral avec l'hypothèse d'un corps Lambertien (corps qui émet et réfléchit de manière diffuse), permet de calculer l'émittance d'un corps noir à partir de sa température.

$$M^0 = \sigma T^4 \quad (2.8)$$

Avec M^0 l'émittance d'un corps noir (W m^{-2}), T la température du corps noir (K) et σ la constante de Stefan Boltzmann ($\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{W m}^{-2} \text{K}^{-4}$).

2.2.3 Cas d'une surface réelle

Le cas d'un corps noir est un cas idéal. Dans le cas d'une surface réelle, il faut prendre en compte son **émissivité** ε qui est le rapport entre son émittance et l'émittance d'un corps noir à la même température (Equation 2.9).

$$\varepsilon_\lambda = \frac{M_\lambda(T)}{M_\lambda^0} < 1 \quad (2.9)$$

Lorsque le corps est à l'équilibre thermodynamique, la **deuxième loi de Kirchhoff** (Équation 2.10) permet de dire que, pour une longueur d'onde donnée, l'énergie émise par le corps (ε) est égale à l'énergie absorbée (α).

$$\varepsilon_\lambda = \alpha_\lambda \quad (2.10)$$

On appelle alors **corps gris** un corps dont l'émissivité ne dépend pas de la longueur d'onde : $\varepsilon = \varepsilon_\lambda$. Il vient alors $\varepsilon = \alpha$ d'après l'équation 2.10. De plus, la loi de Stefan

Boltzmann pour les corps gris permet d'exprimer l'émittance du corps $M(T)$ en fonction de sa température (Équation 2.11).

$$M(T) = \varepsilon M^0(T) = \varepsilon \sigma T \quad (2.11)$$

L'ensemble des définitions présentées dans cette partie sont essentielles pour modéliser d'une part l'émission des émetteurs infrarouges et d'autre part les propriétés optiques des pré-imprégnés qui sont étudiées dans la deuxième partie de ce manuscrit.

2.3 Rayonnement entre surfaces

2.3.1 Cas général

Toute surface rayonne en fonction de sa température. Dans le cas où les échanges radiatifs sont importants, il est nécessaire de calculer le bilan des échanges entre les objets éclairés. Différentes méthodes existent pour effectuer ce bilan.

L'équation de transfert radiatif (ETR) définit ce bilan énergétique. Elle exprime les gains et pertes par émission, absorption et diffusion. L'hypothèse simplificatrice de stationnarité est utilisée en considérant que les transferts radiatifs sont très rapides devant les autres transferts d'énergie (Equation 2.12).

$$\frac{dL_\lambda(s, \vec{\Omega})}{ds} = -\beta_\lambda L_\lambda(s, \vec{\Omega}) + \kappa_\lambda L_\lambda^0(s, \vec{\Omega}) + \frac{D_\lambda}{4\pi} \int_{\Omega=4\pi} \Phi(\vec{\Omega}' \rightarrow \vec{\Omega}) L_\lambda(s, \vec{\Omega}') d\Omega' \quad (2.12)$$

Avec $L_\lambda(s, \vec{\Omega})$ la luminance du matériau dans la direction $\vec{\Omega}$, κ_λ le coefficient d'absorption, D_λ le coefficient de diffusion, $\beta_\lambda = \kappa_\lambda + D_\lambda$ le coefficient d'extinction et $\Phi(\vec{\Omega}' \rightarrow \vec{\Omega})$ la fonction de phase. Cette fonction de phase est la probabilité pour qu'un rayon provenant d'une direction $\vec{\Omega}'$ soit dévié dans la direction $\vec{\Omega}$.

L'évolution de température d'un volume chauffé par rayonnement est donnée par l'équation de la chaleur (conservation de l'énergie) (Equation 2.13) :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = -\nabla \cdot (-k \nabla T + q_r) \quad (2.13)$$

Avec ρ la masse volumique, C_p la capacité thermique, k la conductivité thermique et q_r le terme source radiatif (Équation 2.14) :

$$q_r = \int_0^\infty \int_{4\pi} L_\lambda(s, \vec{\Omega}) \vec{s} d\Omega d\lambda \quad (2.14)$$

Dans le cas d'un matériau opaque, cette équation est réduite à un flux de chaleur surfacique qui peut être pris en compte en tant que condition aux limites. Dans le paragraphe suivant les méthodes les plus utilisées pour calculer cette condition aux limites sont détaillées.

2.3.2 Méthode des radiosités

La **radiosité** J (W m^{-2}) d'une surface est définie comme la quantité de flux radiatif quittant une surface par unité de surface. Elle est la somme de l'émission propre de la surface et de la réflexion d'une partie de l'éclairement reçu par la surface (Equation 2.15).

$$J = \varepsilon(T)\sigma T^4 + \rho(T)E \quad (2.15)$$

Le flux de chaleur net Q (W m^{-2}) reçu par une surface est donné par l'équation 2.16.

$$Q = E - J \quad (2.16)$$

L'éclairement reçu par une surface peut être calculé à partir de considérations purement géométriques. Le facteur de forme dF_{ij} entre deux surfaces élémentaires dA_i et dA_j est la fraction du flux émis par la surface dA_i , qui est reçu par la surface dA_j . Il est calculé à partir de l'angle solide entre ces deux surfaces (Équation 2.17).

$$dF_{ij} = \frac{\cos\theta_i \cos\theta_j}{\pi r^2} dA_j \quad (2.17)$$

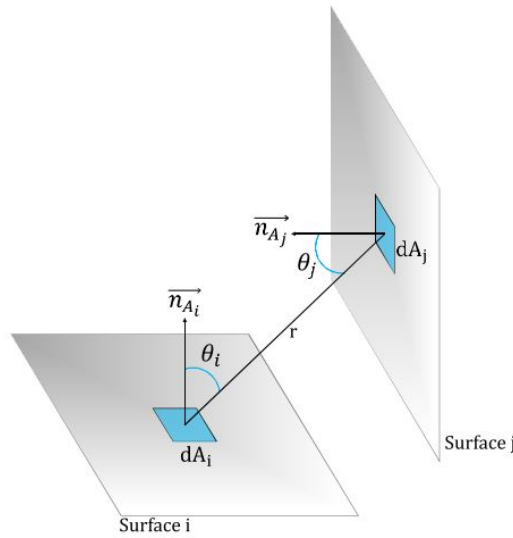


Figure 2.4 – Facteur de forme entre deux surfaces [8]

Cette valeur du facteur de forme ne dépend pas de la surface émettrice. Dans le cas de deux surfaces finies, le facteur de forme F_{ij} est donné par l'équation 2.18.

$$F_{ij} = \frac{1}{A_i} \int_{A_i} \int_{A_j} \frac{\cos\theta_i \cos\theta_j}{\pi r^2} dA_j dA_i \quad (2.18)$$

Si toutes les surfaces d'échanges considérées sont isothermes, opaques et Lambertiennes, les relations suivantes sont applicables :

- *Surface convexe* : $F_{ii} = 0$
- *Surface concave* : $F_{ii} > 0$
- *Réciprocité* : $A_i F_{ij} = A_j F_{ji}$
- *Additivité* : $F_{i(j+k)} = F_{ij} + F_{ik}$

L'éclairement de la surface i sur la surface j est alors donnée par l'équation 2.19.

$$E_{ij} = F_{ij} \varepsilon_i \sigma T_i^4 \quad (2.19)$$

Différentes méthodes de résolution peuvent être utilisées pour calculer ces facteurs de forme. Dans le cas de certaines configurations géométriques particulières et simples, des solutions analytiques existent. Howell et ses co-auteurs présentent un catalogue détaillé des différents facteurs de forme analytiques [48, 49]. Ces expressions analytiques sont obtenues par intégration directe de l'équation 2.18 par le calcul analytique de l'intégrale de surface, ou par la transformation des intégrales de surface en intégrales de contour à l'aide du théorème de Stokes [78]. Deux principales méthodes de résolution sont utilisées pour déterminer ces facteurs de vue : la méthode de projection et la méthode de Monte-Carlo.

Méthodes de projection

1. **Sphère unité** Cette méthode, initialement développée par Nusselt [34], permet le calcul de la première intégrale de surface de l'équation 2.18 [88]. Elle consiste à placer une demi-sphère de rayon unité centrée sur la surface élémentaire dA_i . La projection conique de la surface A sur l'hémisphère est projetée orthogonalement sur la base de la sphère contenant la surface élémentaire (Figure 2.5). Le facteur de forme est la fraction du cercle occupée par la projection.

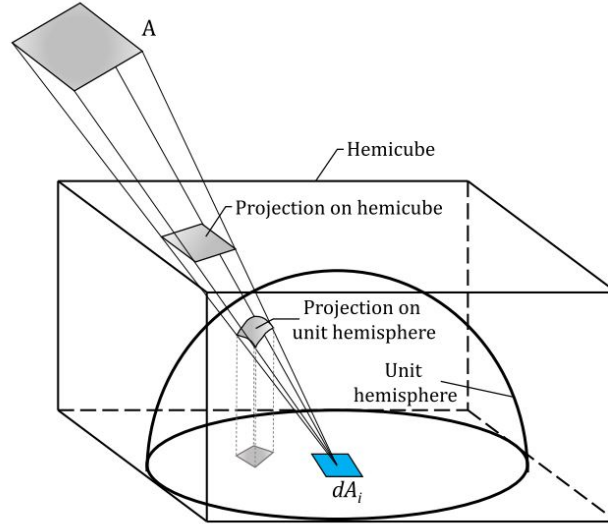


Figure 2.5 – Comparaison entre la méthode de la sphère unité et l'hémicycle. [8]

2. **Hémicube** La méthode de l'hémicube [19] est une modification de la méthode de la sphère unité où la surface A est projetée sur un cube centré sur la surface élémentaire. La surface du cube est divisée en pixels dont les facteurs de forme sont souvent pré-calculés. Cette méthode est utilisable dans le cas de surfaces masquées, c'est-à-dire lorsque une autre surface bloque une partie du rayonnement provenant de la surface A vers la surface dA_i à cause de la profondeur.

Méthode de Monte Carlo Cette méthode propose une approche statistique du calcul des facteurs de forme. Une fonction de densité définit un nombre de rayons émis par une surface, et l'angle d'émission de ceux-ci. Le facteur de forme est défini par la fraction de rayons émis ayant atteint la surface éclairée [72].

2.4 Description d'un émetteur IR

2.4.1 Description d'une lampe halogène tubulaire

Dans cette étude, le cas des lampes halogènes tubulaires électriques à courte longueur d'ondes est traité. Deux types de lampe sont présentées : la lampe dite claire et la lampe dite à réflecteur intégré. Les différents éléments de ces lampes sont schématisées sur la Figure 2.6.

- Un filament spiralé de tungstène : Celui-ci constitue la source du rayonnement. Il se comporte comme un élément résistif au travers duquel le passage de courant se manifeste par une dissipation de la chaleur par effet joule. La température d'équilibre du filament, et par conséquent le rayonnement émis par celui-ci, est fonction du courant électrique qui le traverse, des dimensions du filament et de l'environnement au sein duquel il est plongé. Le filament est doublement spiralé, afin d'augmenter l'efficacité lumineuse par réflexion multiple et pour limiter les pertes par conduction et convection avec son environnement.
- Tube en quartz : Ce tube étanche, centré sur le filament de tungstène joue plusieurs rôles. D'une part, il permet d'isoler d'un point de vue thermique le filament du milieu extérieur. D'autre part, il permet de protéger le filament des effets de l'oxygène, au contact duquel le tungstène s'oxyde. En correspondance avec la bande spectrale d'émission du filament, le tube est transparent aux courtes longueurs d'ondes.
- Un gaz neutre : Ce gaz, souvent de l'argon, est présent à l'intérieur du tube afin de limiter l'évaporation du tungstène qui se produit lorsqu'il est porté à une température nominale de 2450K.
- Un gaz halogène : Une trace de gaz halogène est présente à l'intérieur du tube en quartz. Celui-ci favorise, par activation d'une réaction chimique, la formation d'un dépôt à partir de la sublimation du tungstène, sur les parties les plus chaudes du filament. Peterson [66] présente une description détaillée du cycle halogène mis en œuvre au sein de ces lampes.
- Réflecteur intégré : Dans le cas d'une lampe à réflecteur intégré, une couche de peinture céramique est déposée sur la face arrière du tube de quartz.

Ces lampes sont également équipées d’anneaux de maintien, disposés régulièrement le long du filament. Ils permettent de maintenir le filament au centre du tube en quartz. Les pertes par conduction au niveau de ces anneaux ont été négligées dans ces travaux [61, 84].

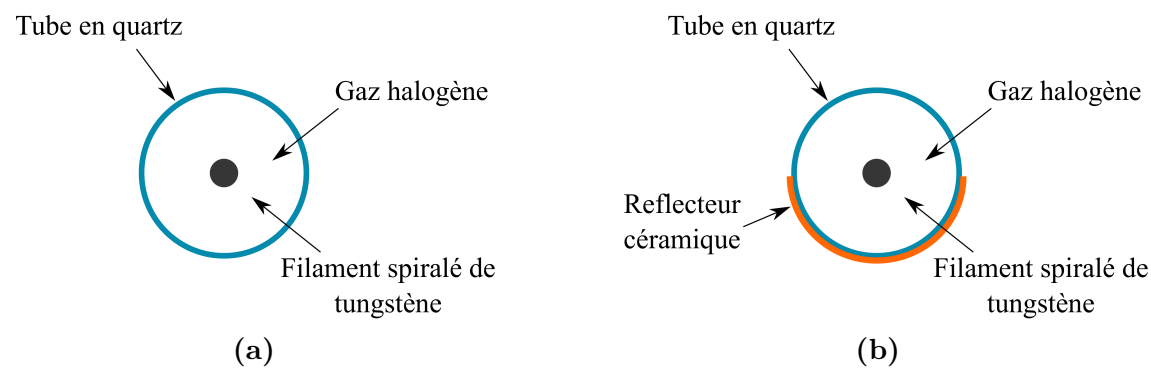


Figure 2.6 – Représentation schématique en coupe transverse d’une lampe halogène tubulaire (a) Claire et (b) à réflecteur intégré

Sur les dispositifs industriels, dont fait partie le four IR étudié dans ces travaux, un système aéraulique est présent. Ce système permet d’assurer une durée de vie moyenne de 5000h des lampes IR[30]. Son rôle est de maintenir les éléments de fixation et de connexion électrique en molybdène du filament à une température inférieure à 350°C, car au-delà de cette température, la dilation thermique des matériaux provoque des fissures et finalement l’oxydation du filament. Ce système aéraulique doit toutefois permettre de maintenir la température du tube en quartz dans la plage [250 – 900]°C afin d’activer le cycle halogène permettant le nettoyage de la lampe.

Cette étude se focalise plus précisément sur deux lampes halogènes tubulaires. Chaque lampe a une puissance nominale de 2000W pour une tension nominale de 400V. La seule différence de construction entre ces deux lampes est la présence ou non d’un réflecteur intégré (Figure 2.7). Leurs caractéristiques sont résumées dans le Table 2.1.

Table 2.1 – Caractéristiques techniques de la lampe claire et de la lampe à réflecteur intégré [30]

	Claire	Réflecteur
Température de couleur	2450K ± 100K	2350K
Puissance	2000W ± 6%	
Tension	400V	
Longueur de filament	411mm ± 5mm	
Diamètre tube en quartz	11mm	

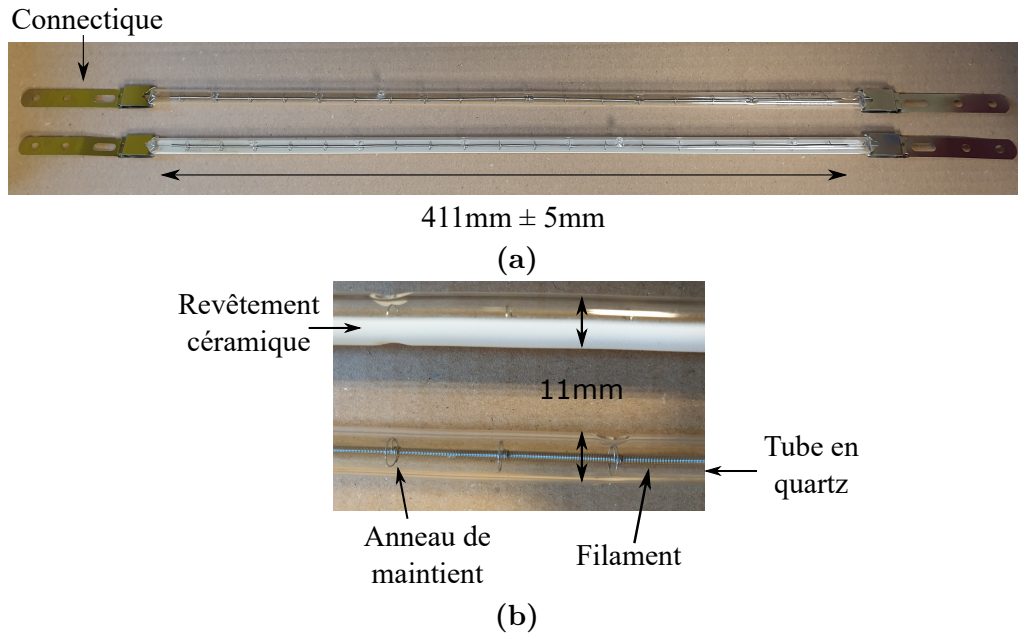


Figure 2.7 – Lampe claire (haut) et lampe à réflecteur de l'étude. (a) Vue d'ensemble et (b) Vue rapprochée mettant en avant le filament de tungstène et le réflecteur

La Figure 2.8 montre l'éclairement d'une surface située à 50cm du centre de la lampe en fonction de l'angle. Ces données sont fournies à titre indicatif, car elles correspondent à des lampes de 1000W et nous n'avons pas d'information sur la façon dont elles ont été obtenues. Toutefois, elles permettent de mettre en valeur l'impact du réflecteur sur l'émission spatiale du rayonnement de la lampe. En effet, l'émission d'une lampe claire est indépendante de l'angle : son émission est isotrope. Lorsque un réflecteur est rajouté sur la face arrière de la lampe ($[90 - 270]^\circ$) une partie de l'énergie initialement dirigée vers l'arrière de la lampe est redirigée vers l'avant. Il en résulte une forte dépendance angulaire de l'éclairement.

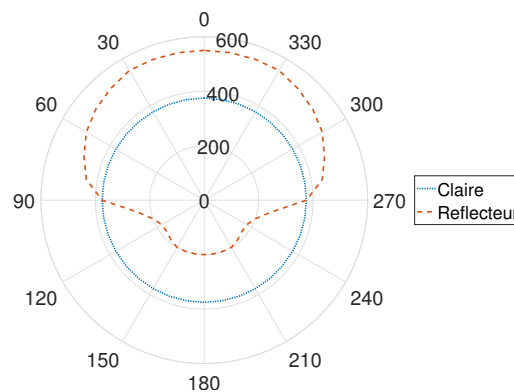


Figure 2.8 – Flux à 50cm du centre d'une lampe claire et d'une lampe à réflecteur intégré en fonction de l'angle [30]

Pour comparer l'énergie totale émise par ces deux lampes, la puissance de chacune est calculée en intégrant les flux correspondants sur une surface égale à celle d'un

cylindre de rayon 50cm et de hauteur 1cm. Le rapport entre la puissance de la lampe à réflecteur et la puissance de la lampe claire est de 0.98. Cette différence semble très faible et pourrait avoir plusieurs origines : des pertes d'énergie provoquées par la présence du réflecteur, des erreurs de mesure ou bien des erreurs de calcul provenant de la récupération des données à partir de la fiche technique. Au vu de l'écart très faible, la conservation de l'énergie entre la lampe claire et la lampe à réflecteur intégré a été supposée dans le cadre de ces travaux.

2.4.2 Étude bibliographique

2.4.2.1 Propriétés physiques des composants de la lampe

Filament tungstène La composition précise des filaments de tungstène n'est pas connue mais leur composant principal est évidemment le tungstène. Les propriétés du tungstène pur ont donc servi de référence dans ces travaux.

L'émissivité spectrale du tungstène est issue de deux sources de données distinctes dans la littérature en fonction de la bande spectrale d'intérêt. L'émissivité spectrale du tungstène peut être décrite par le modèle de Hagen-Rubens (Équation 2.20) [50] établi pour les métaux purs, en fonction de la résistivité électrique r_w et de la longueur d'onde λ .

$$\varepsilon_\lambda(T) = 36.5 \left(\frac{r_w(T)}{\lambda} \right)^{0.5} - 464 \frac{r_w(T)}{\lambda} \quad (2.20)$$

Toutefois, les valeurs d'émissivité données par ce modèle théorique divergent par rapport aux résultats numériques sur la bande de longueur d'ondes $[0.24 - 2.60]\mu\text{m}$ aux températures équivalentes. Pour les longueurs d'ondes dans la bande $[0.24 - 2.60]\mu\text{m}$ les résultats issus de travaux expérimentaux [35] ont donc été pris comme référence. Ainsi, en superposant les deux sources, l'émissivité spectrale du tungstène peut être définie sur la bande $[0.24 - 15]\mu\text{m}$ (Figure 2.9) [12].

L'émissivité totale du tungstène en fonction de la température est obtenue par l'intégration de l'émissivité spectrale à différentes températures. Cette dépendance en température peut être décrite par un polynôme d'ordre 2 (Équation 2.21). L'évolution de l'émissivité intégrée du tungstène avec la température est illustrée sur la Figure 2.10).

$$\varepsilon = -2.85e^{-8}T^2 + 2.2143e^{-4}T - 9.2555e^{-2} \quad (2.21)$$

Tube en quartz Les propriétés optiques du tube en quartz ont été étudiées dans les travaux de Monteix [61]. Dans ses travaux, Monteix a identifié les propriétés spectrales du quartz à partir de données de la littérature et de mesures expérimentales réalisées par spectrométrie IRTF sur des embouts plats et des demis tubes de lampes (1000W, 235V) (Voir Chapitre 6). Les résultats sont présentés sur la Figure 2.11.

Ces résultats montrent que le tube en quartz est opaque au rayonnement IR pour des longueurs d'ondes supérieures à $5\mu\text{m}$. La température nominale des lampes de cette

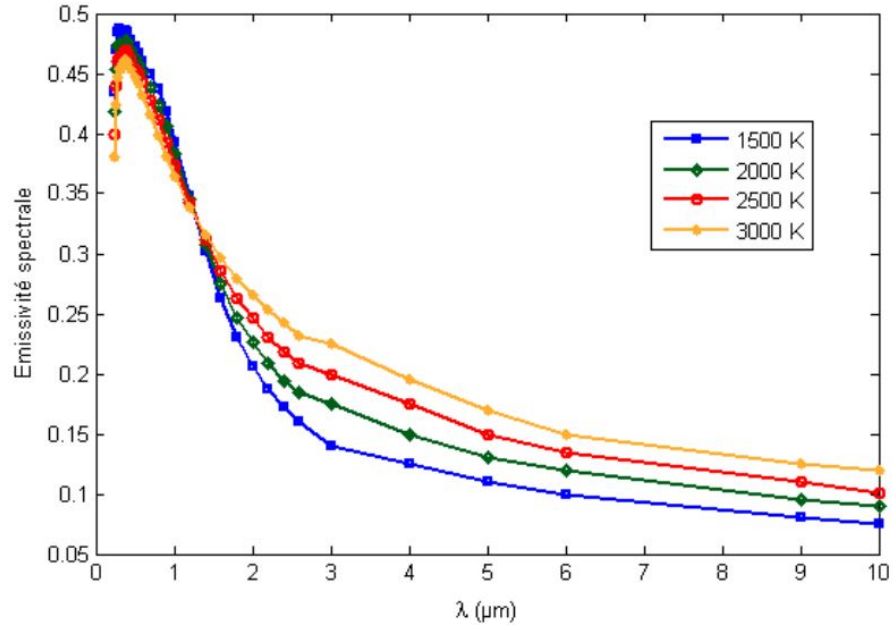


Figure 2.9 – Emissivité spectrale du tungstène pour différentes températures [63].

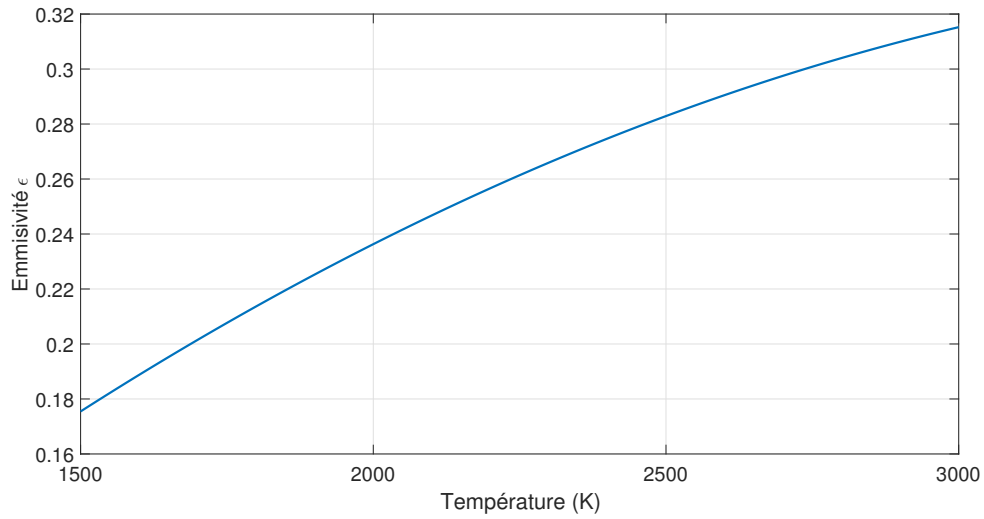


Figure 2.10 – Emissivité intégrée du tungstène en fonction de la température [61]

étude est de 2450K, ce qui correspond à une longueur d'onde d'émission maximale $\lambda_{max} = 1.18\mu\text{m}$ (Équation 2.7). A température nominale, 95% de l'énergie est émise pour des longueurs d'onde dans la gamme $[0.59; 5.91]\mu\text{m}$. Une partie du rayonnement est donc absorbée par le tube. Néanmoins, la caractérisation des propriétés de la lampe étant effectuée en présence du tube, l'effet de celui-ci est directement pris en compte dans le modèle de la lampe et il n'est pas nécessaire de prendre en compte de façon explicite les interactions du tube avec le filament.

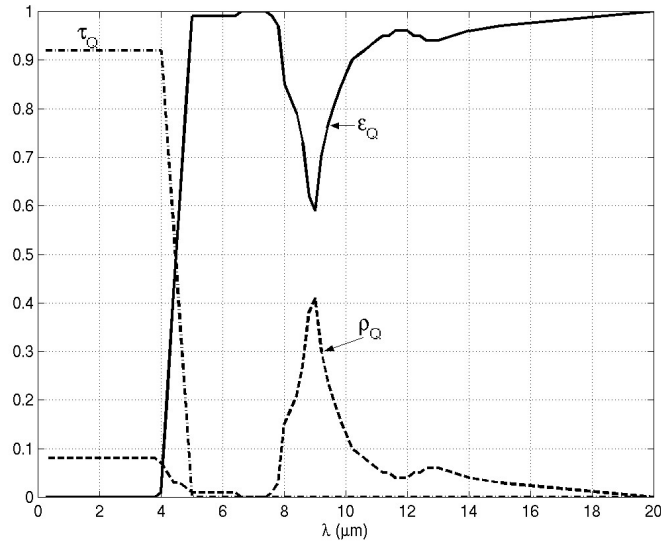


Figure 2.11 – Propriétés spectrales du quartz [61]

2.4.2.2 Modélisation d'une lampe halogène

L'ensemble des résultats présentés dans cette section font référence à des lampes d'une puissance nominale de 1000W et de tension nominale 235V dont le fonctionnement général est identique à celui des lampes installées sur le four IR. La modélisation d'une lampe claire est tout d'abord discutée avant d'évoquer la modélisation d'une lampe avec réflecteur intégré.

Diamètre équivalent

Dans de nombreux travaux, les lampes claires sont modélisées uniquement par un cylindre équivalent représentatif de la surface émettrice du filament de tungstène. L'Équation 3.1 correspond au modèle utilisé pour déterminer le diamètre équivalent d_{weq} du cylindre. Ce diamètre équivalent est déterminé à partir du diamètre du filament spiralé d_w et de l'épaisseur d'une spire e_w représentés sur la Figure 2.12.

$$d_{weq} = \frac{d_w}{2} \left[\pi + \frac{e_w}{d_w} \right] (2 - \pi) \quad (2.22)$$

Température du filament

Plusieurs techniques ont été développées pour déterminer la température du filament de tungstène en fonction de la tension d'alimentation. Cette température est essentielle car elle est affectée au cylindre équivalent représentant la lampe afin de modéliser l'émission d'une lampe. Le choix de la méthode dépend notamment des données à disposition de l'utilisateur (émissivité, propriétés électriques, température nominale..).

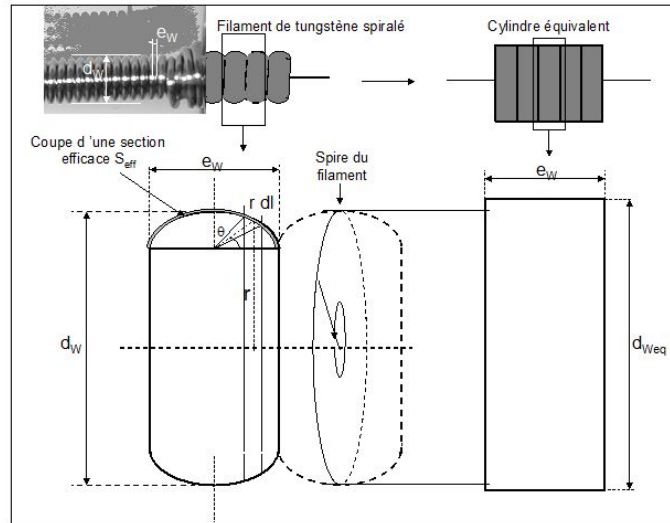


Figure 2.12 – Diamètre équivalent d'un filament spiralé [61]

- *Température de couleur :*

Cette méthode est utilisée par les constructeurs de lampes pour garantir leur qualité. Il s'agit de la température apparente corps noir. C'est-à-dire la couleur du filament chaud est comparé à celle d'un corps noir, et la température de corps noir permettant d'obtenir la même couleur d'émission est la température de couleur de l'objet.

- *Calcul :*

- La première méthode de calcul identifiée prend en compte l'ensemble des échanges des transfert de chaleurs du premier ordre de la lampe : filament, convection dans l'Argon, quartz. Un bilan des puissances au sein de la lampe permet de déterminer la température de la lampe[61].

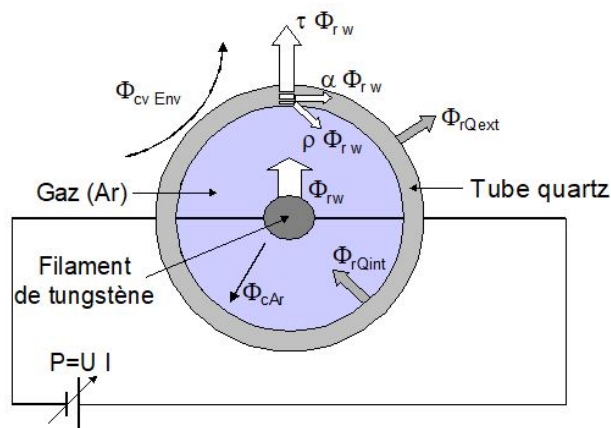


Figure 2.13 – Transferts thermiques au sein d'une lampe halogène [61]

- La deuxième méthode [8, 63, 80] lie la température du filament T_f à la tension nominale U_0 de la lampe et à la tension de fonctionnement U . Cette méthode nécessite la connaissance de la température nominale T_N .

$$\frac{T_f}{T_N} = \left(\frac{U}{U_0} \right)^{0.42} \quad (2.23)$$

- *Méthode des résistivités*

Cette méthode consiste à identifier la température du filament à partir de la mesure des caractéristiques tension-intensité des lampes [52, 61, 64, 69].

$$T_f = f(r_w) \quad ; \quad r_w(T) = \beta_w \frac{\frac{U(T)}{I(T)}}{R(T_{amb})} r_w(T_{amb}) \quad (2.24)$$

Avec r_w la résistivité du tungstène pur [36], β_w la dilatation thermique du filament, $U(T)$ et $I(T)$ la tension et intensité de la lampe et $R(T_{amb})$ la résistance des lampes à température ambiante. La relation entre la résistivité et la température du filament est disponible dans la littérature [61]. Cependant, la précision de cette méthode dépend fortement de la précision des mesures et des valeurs de la résistivité en fonction de la température [12]. En effet, ces valeurs sont souvent connues pour du tungstène pur, mais les filaments des lampes subissent des traitements thermiques et mécaniques qui peuvent induire des changements de la valeur des propriétés.

- *Méthodes optiques*

Différentes méthodes optiques existent dans la littérature : la pyrométrie monochromatique ou bichromatique reposent sur la mesure de la luminance et a priori la connaissance de l'émissivité du matériau [43], la spectrométrie [5] et la thermoréfectométrie 2D [38, 39]. Pour mettre en œuvre ces méthodes, l'utilisation de corps noir, fonctionnant dans la gamme de température étudiée, est nécessaire.

- *Méthode inverse*

La dernière méthode trouvée dans la littérature est le calcul de la température du filament à partir d'une méthode inverse [8, 27]. La lampe est utilisée à différentes tensions pour chauffer une plaque opaque aux rayonnements IR, de propriétés thermiques et optiques connues. La température sur la face arrière de la plaque est relevée avec une caméra IR. La température du filament est alors obtenue en minimisant l'écart entre les résultats expérimentaux et numériques. Cette méthode est facile à mettre en œuvre mais nécessite une maîtrise des conditions expérimentales pour la mise en place du modèle numérique.

La Figure 2.14 montre la comparaison entre la température de couleur, le calcul tenant compte des échanges dans la lampe et la mesure de résistivité effectuée durant les travaux de Monteix [61]. La dispersion des résultats met en évidence la difficulté d'obtenir une mesure de température fiable.

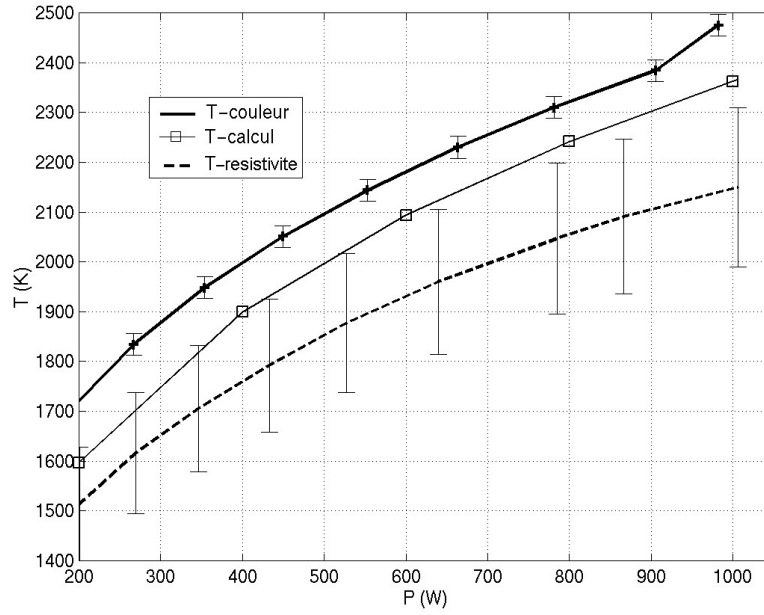


Figure 2.14 – Comparaison de différentes méthodes pour le calcul de température du filament de tungstène [61]

Lampe à réflecteur intégré

Dans le cas d'une lampe ayant un réflecteur intégré sur sa surface arrière, la distribution spatiale du rayonnement est affectée (Figure 2.8). Dans ses travaux, Monteix a étudié cette distribution à l'aide d'un montage expérimental utilisant une thermopile [61]. Il émet les hypothèses suivantes :

- Pour des lampes de même dimension soumises à des puissances égales, le flux radiatif total émis par la lampe à réflecteur est égal à celui établi pour une lampe claire.
- Compte tenu de la rugosité du dépôt, le réflecteur est supposé diffus.

La différence de signal reçu par la thermopile dans le cas d'une lampe claire $\Phi_c(\theta)$ et dans le cas d'une lampe à réflecteur intégré $\Phi_r(\theta)$ permet de définir un coefficient d'efficacité K_{eff} fonction de l'angle θ défini sur la Figure 2.15 (Équation 2.25). La variation du coefficient K_{eff} avec l'angle θ représente la distribution du flux émis par une lampe avec réflecteur intégré.

$$K_{eff} = \frac{\Phi(\theta)_r}{\Phi(\theta)_c} \quad (2.25)$$

La Figure 2.16 représente le coefficient d'efficacité pour trois puissances d'alimentation. Ce coefficient est défini uniquement pour la partie claire de la lampe. Ces résultats montrent que la température du filament a une influence négligeable sur l'efficacité du réflecteur et donc sur la distribution du rayonnement, mais que l'éclairement angulaire est notablement influencé par l'angle.

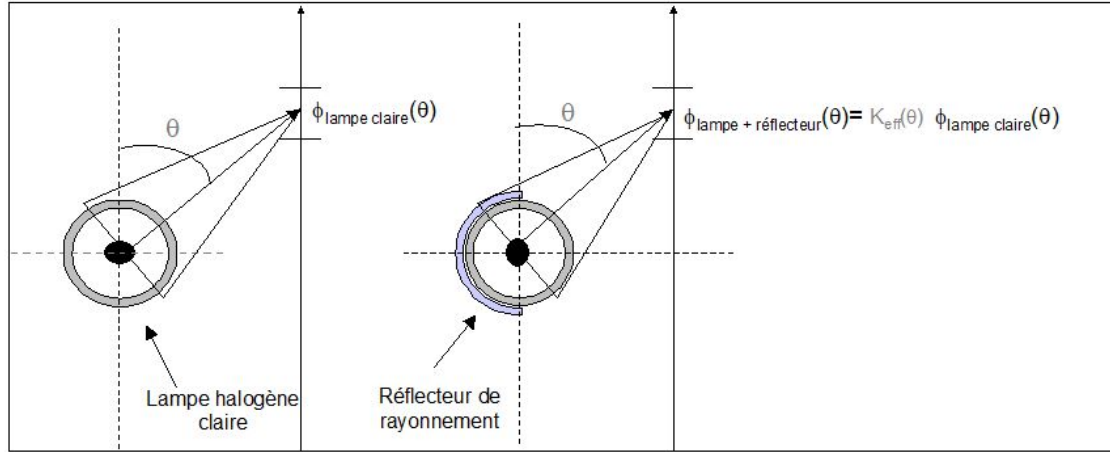


Figure 2.15 – Schématisation de l'efficacité angulaire des réflecteurs [61]

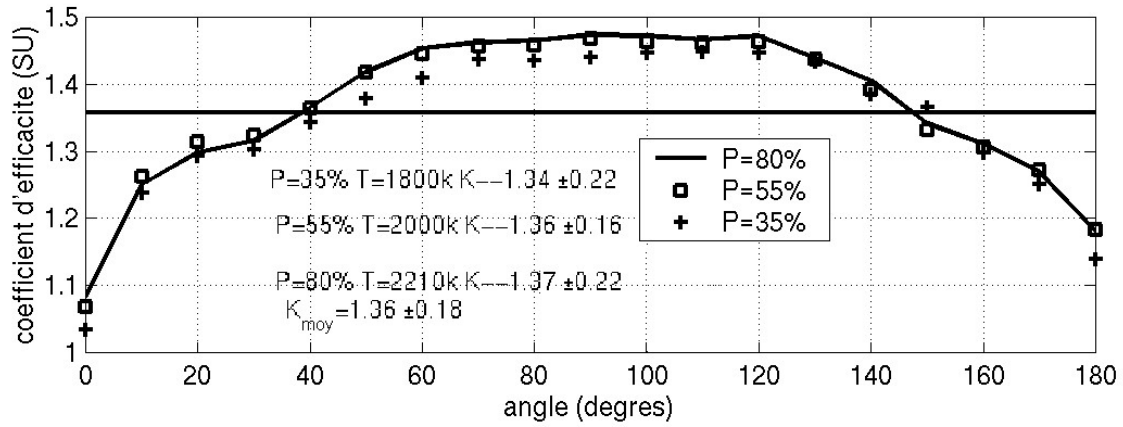


Figure 2.16 – Coefficient d'efficacité directionnelle du réflecteur diffus [61]

Éclairage

Dès lors que la géométrie de la lampe a été définie et la température de celui-ci déterminée en fonction de la puissance d'alimentation, il est nécessaire de choisir la méthode qui sera utilisée pour calculer les échanges dans notre système. Le calcul de l'éclairage peut se faire de plusieurs manières. Dans cette section, les méthodes utilisées pour le chauffage IR de manière générale, indépendamment de la forme de la lampe est présenté.

- *Solution analytique* Lorsque la géométrie étudiée est simple, il est nécessaire de se demander si une solution analytique existe. C'est le cas pour une lampe tubulaire chauffant une plaque rectangulaire. L'Équation 2.26 définit le facteur de forme F_{d1-2} pour une surface élémentaire dA_1 sur un cylindre droit A_2 de hauteur h , de rayon r à une distance s de la plaque (Figure 2.17)[57].

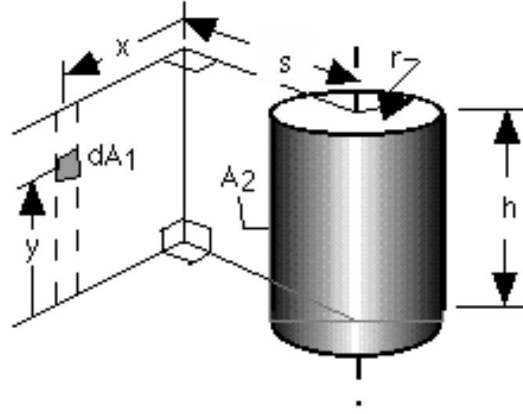


Figure 2.17 – Configuration géométrique pour le calcul de l'éclairement d'une lampe tubulaire sur une plaque [57]

$$F_{d1-2} = \frac{S}{B} - \frac{S}{2B\pi} \left[\begin{aligned} & \cos^{-1} \left(\frac{Y^2 - B + 1}{A - 1} \right) + \cos^{-1} \left(\frac{C - B + 1}{C + B - 1} \right) \\ & - Y \frac{A + 1}{\sqrt{(A + 1)^2 + 4Y^2}} \cos^{-1} \left(\frac{Y^2 - B + 1}{\sqrt{B}(A - 1)} \right) \\ & - \sqrt{C} \frac{C + B + 1}{\sqrt{(C + B + 1)^2 + 4C}} \cos^{-1} \left(\frac{C - B + 1}{\sqrt{B}(C + B - 1)} \right) \\ & + H \cos^{-1} \left(\frac{1}{\sqrt{B}} \right) \end{aligned} \right] \quad (2.26)$$

$$\begin{aligned} S &= \frac{s}{r}; & X &= \frac{x}{r}; & Y &= \frac{y}{r}; & H &= \frac{h}{r} \\ A &= X^2 + Y^2 + S^2; & B &= S^2 + X^2; & C &= (H_Y)^2 \end{aligned} \quad (2.27)$$

Pour déterminer le facteur de forme de la lampe vers la plaque, il est nécessaire d'utiliser la relation de symétrie :

$$F_{2-d1} = \frac{dA1}{A2} F_{da-2} \quad (2.28)$$

Enfin l'éclairement sur chaque surface élémentaire de la plaque peut être calculé :

$$E_{2-d1} = JF2 - d1 = \varepsilon\sigma T^4 F2 - d1 \quad (2.29)$$

Dans un cadre pratique, il existe très peu de cas industriel avec une géométrie aussi simple. Cependant, la solution analytique peut être utilisée pour valider le calcul de l'éclairement par une méthode numérique [25, 58, 63].

- *Hémicube*

Dans le cadre d'études de surfaces opaques, la méthode des hémicubes est très souvent utilisée pour les calculs d'éclairement. Cette méthode est implémentée

dans le logiciel de calcul élément fini COMSOL Multiphysics®. Elle a été utilisée pour simuler un large panel de procédés liés au chauffage IR : le thermoformage [8, 32], la polymérisation d'un composite dans un four IR [62, 63], la modélisation de lampes IR par méthode inverse [27], le soufflage de bouteilles [25], le soudage laser [7] ou encore le placement de fibres automatisé (AFP) [54].

- *Lancer de rayons*

La méthode de lancers de rayon est également employée, notamment dans le cas où des matériaux semi-transparentes sont présents. Cette méthode a été utilisée pour simuler le thermoformage[4] et le procédé de soufflage de bouteille [9, 14]. Un logiciel basé sur la méthode de lancer de rayons a été développé à l'Institut Clément Ader, Ray-heat [11, 25, 63]. Il a également été utilisé dans l'étude du procédé d'ATP (Automatic tape placement) où les surfaces sont opaques mais où des réflexions spéculaires multiples ont lieux entre la bande en cours de dépose et le substrat justifiant une approche par lancer de rayon [82].

- *Monte Carlo* La dernière méthode trouvée dans la littérature est la méthode de Monte Carlo [33, 42, 47, 72]. Cette méthode a été utilisée par exemple dans les travaux de Dauphin [28] pour l'étude d'échanges radiatifs d'un système d'éclairage automobile et par Dausseins [29] pour modéliser les propriétés optiques d'un pré-imprégné.

Le choix de la méthode à utiliser dépend alors de la disposition géométrique du système et des matériaux qui le composent. Pour des géométries simples, la solution analytique est à privilégier. Bien que les méthodes de lancer de rayons et de Monte Carlo sont utilisables pour des matériaux opaques, leur utilisation est très coûteuse en temps de calcul puisqu'il faut un nombre élevé de rayons pour une bonne représentation des échanges radiatifs. Dans cette étude, une méthode basée sur les facteurs de forme par hémicube a été préférée.

2.4.2.3 Conclusion partielle

Dans ce chapitre, les lois fondamentales des échanges radiatifs ont été introduites ainsi que les principales méthodes utilisées pour modéliser les échanges radiatifs entre plusieurs surfaces. Après une présentation des émetteurs IR utilisés dans cette étude, une étude bibliographique a été menée pour déterminer les propriétés caractéristiques des éléments principaux des émetteurs, ainsi que les méthodes utilisées pour les modéliser.

L'ensemble de ces éléments permettront de mener à bien la modélisation des émetteurs IR (Chapitre 3) et du four IR (Chapitre 4) ainsi que la modélisation des échanges entre le four IR et les pré-imprégnés (Chapitre 7).

CHAPITRE 3

Caractérisation et modélisation des émetteurs IR avec réflecteur intégré

3.1	Introduction	55
3.2	Stratégie de modélisation d'une lampe à réflecteur intégré	55
3.2.1	Modélisation lampe claire	55
3.2.2	Modélisation du réflecteur intégré	56
3.2.2.1	Conservation de la puissance	56
3.2.2.2	Distribution spatiale du rayonnement	57
3.2.2.3	Cas spécifiques	58
3.3	Caractérisation expérimentale de la distribution de chauffage	58
3.3.1	Présentation du banc expérimental	58
3.3.2	Conditions d'essai	59
3.4	Modèle numérique du banc expérimental	62
3.4.1	Géométrie	62
3.4.2	Propriétés matériaux	62
3.4.3	Conditions aux limites	63
3.4.4	Maillage	64
3.5	Prise en compte de la convection	64
3.5.1	Corrélations Plaque plane verticale	64
3.5.2	Coefficient d'échange calculé à partir du refroidissement	65
3.5.2.1	Valeurs locales du coefficient d'échange	65
3.5.2.2	Dépendance spatiale	66
3.5.2.3	Lien entre température maximale et le coefficient d'échange	70
3.5.2.4	Évolution du coefficient d'échange maximale	70
3.5.2.5	Modèle complet du coefficient d'échange	71
3.6	Étapes d'identification	71
3.6.1	Démarche globale	71
3.6.2	Température en fonction de la tension d'alimentation	73
3.6.2.1	Objectif	73
3.6.2.2	Configurations	73
3.6.2.3	Température filament identifiée par optimisation	76
3.6.3	Détermination de la fonction de pondération	77
3.6.3.1	Objectif	77

3.6.3.2	Configurations expérimentales	78
3.6.3.3	Tests préliminaires	82
3.6.3.4	Résultats d'optimisation	83
3.6.3.5	Application à d'autres puissances	85
3.7	Conclusion partielle	89

3.1 Introduction

Ce chapitre propose une modélisation des émetteurs infrarouges du four de la ligne d'imprégnation dont la particularité est d'intégrer un revêtement réfléchissant. Ce réflecteur intégré modifie la distribution spatiale du flux radiatif et la stratégie de modélisation des émetteurs IR avec réflecteur intégré est donc décrite dans un premier temps. Le banc expérimental utilisé pour la caractérisation des émetteurs est ensuite présenté ainsi que le modèle numérique associé. Enfin, la démarche de caractérisation inverse utilisée pour l'identification des paramètres des émetteurs avec réflecteur intégré est présentée et les résultats discutés.

3.2 Stratégie de modélisation d'une lampe à réflecteur intégré

La description des lampes claires et des lampes avec réflecteur intégré a fait l'objet de la Section 2.4 du Chapitre 2. Les principales caractéristiques de ces émetteurs sont rappelées dans la Table 3.1.

Table 3.1 – Caractéristiques techniques de la lampe claire et de la lampe à réflecteur intégré [30]

	Claire	Réflecteur
Température de couleur	2450K $\pm$ 100K	2350K
Puissance	2000W $\pm$ 6%	
Tension	400V	
Longueur de filament	411mm $\pm$ 5mm	
Diamètre tube en quartz	11mm	

3.2.1 Modélisation lampe claire

Une lampe claire peut être modélisée par un cylindre équivalent de longueur L et de diamètre d affecté d'une température T_{lampe} . La longueur L est définie par la longueur du filament de tungstène dans son tube de quartz donnée dans la fiche technique de la lampe (Table 3.1). Le diamètre d est obtenu à partir du diamètre équivalente $d_{W,eq}$ calculé à partir de l'équation 3.1 [61].

$$d_{W,eq} = \frac{d_W}{2} \left[\pi + \frac{e_W}{d_W} \right] (2 - \pi) \quad (3.1)$$

La Figure 3.1 montre une image du filament spiralé de la lampe claire. Les valeurs mesurées du diamètre du filament d_W et de son pas d'hélice e_W sont regroupées dans le Table 3.2.

La température du filament de tungstène T_{lampe} dépend de la tension d'alimentation de la lampe. Cette relation entre T_{lampe} et la tension d'alimentation est parfois

donnée dans les fiches techniques des lampes halogènes, mais dans le cadre de cette étude, cette information n'était pas fournie et cette relation a dû être déterminée expérimentalement.

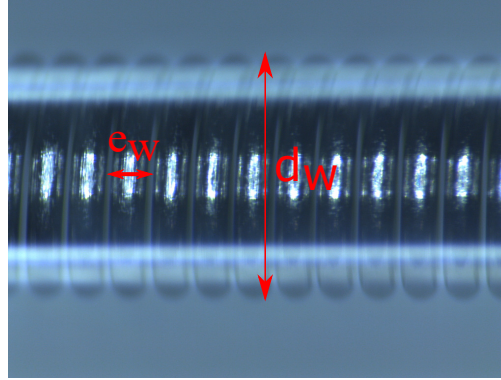


Figure 3.1 – Filament spiralé en tungstène des lampes de l'étude avec son diamètre d_W et son pas d'hélice e_W

Table 3.2 – Caractéristiques du filament spiralé des lampes de l'étude

	Nombre de pixels	Longueur
Pas d'hélice e_W	78	288 μ m
Diamètre du filament d_W	497	1.83mm
Diamètre équivalent $d_{W,eq}$	-	2.71mm

3.2.2 Modélisation du réflecteur intégré

La comparaison des polaires de flux reçu à 50cm (Figure 2.8) a permis de montrer que le flux émis par une lampe avec réflecteur intégré de 1000W émet 98% du flux d'une lampe claire de même puissance. Cet écart étant très faible nous avons fait l'hypothèse qu'il y a conservation de l'énergie émise entre la lampe claire et la lampe à réflecteur intégré, c'est-à-dire que le réflecteur n'influe pas sur la quantité de rayonnement émis. Nous pouvons également supposer que cette relation reste valable quelle que soit la puissance de la lampe émettrice.

3.2.2.1 Conservation de la puissance

La puissance émise P par une surface S d'émissivité ε à la température T est défini par l'équation 7.4 où J est la radiosité de la surface en $[\text{W m}^{-2}]$.

$$P = S * J = S * \varepsilon \sigma T^4 \quad (3.2)$$

Dans le cas des lampes claires, l'émissivité est celle du tungstène ε_f et la surface émettrice est la surface apparente du filament de tungstène. La surface émettrice est définie comme la surface d'un cylindre de rayon équivalent r , rayon déterminé

par l'équation 3.1. Dans le cas de la lampe à réflecteur intégré, le choix du rayon équivalent, noté R , est moins évident puisque le réflecteur sur la face arrière de la lampe intervient également dans les échanges radiatifs. Le choix du rayon équivalent R est présenté à la section 3.6.3.3, en même temps que autres paramètres du modèle.

Dans la mesure où les rayons équivalents des deux lampes ne sont pas égaux, il a été choisi d'ajuster l'émissivité du tungstène afin de prendre en compte la différence de rayon. Une émissivité équivalente ε_e a été intégrée dans la modélisation de la lampe à réflecteur de façon à conserver la quantité d'énergie émise par ce dernier par rapport à la lampe claire. La conservation de la puissance entre la lampe claire P_c et la lampe à réflecteur intégré (P_r) peut être exprimée par l'équation 3.3, dans laquelle S_w et S_r désignent la surface du cylindre équivalent de la lampe claire et de la lampes à réflecteur intégré.

$$\begin{aligned} P_c &= P_r \\ S_w * J_c &= S_r * J_r \\ 2\pi r L * \varepsilon_f \sigma T^4 &= 2\pi R L * \varepsilon_e \sigma T^4 \end{aligned} \quad (3.3)$$

$$\varepsilon_e = \frac{r}{R} \varepsilon_f \quad (3.4)$$

3.2.2.2 Distribution spatiale du rayonnement

Le modèle choisi pour représenter la lampe à réflecteur intégré doit permettre de redistribuer le rayonnement de la lampe dans l'espace. Pour ce faire, la surface du cylindre équivalent a été divisée en $2N$ segments d'angle θ_i . La lampe présentant un plan de symétrie, N zones suffisent pour décrire la surface de la lampe. La Figure 3.2 montre l'exemple d'un modèle à 12 segments et $N = 6$ zones.

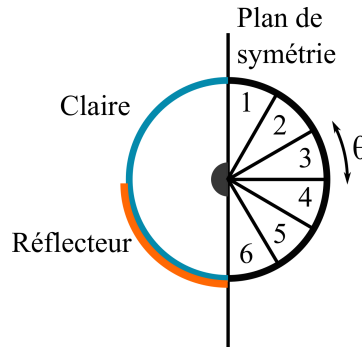


Figure 3.2 – Modélisation par zones d'une lampe à réflecteur intégré. $N = 6$, $\theta = 30^\circ$

Afin de distribuer le rayonnement, la radiosité J_i , sur chaque segment S_i , a été modulée en conservant la puissance totale de la lampe égale à celle d'une lampe claire (Équation 3.5). L'émissivité ε_i de chaque segment est le produit de l'émissivité

équivalente ε_e (Equation 3.3) et d'un coefficient de pondération k_i . En combinant ces éléments, il en résulte un lien entre l'angle des segments d'une part et le coefficient de pondération de l'autre, défini par l'équation 3.7.

$$P_i = \sum_{i=1}^{2N} P_i = \sum_{i=1}^{2N} S_i J_i = \sum_{i=1}^{2N} \theta_i RL * \varepsilon_i \sigma T^4 \quad (3.5)$$

$$\varepsilon_i = k_i \varepsilon_e = \frac{r}{R} k_i \varepsilon_f \quad (3.6)$$

$$\sum_{i=1}^N \theta_i k_i = \pi \quad (3.7)$$

3.2.2.3 Cas spécifiques

- **Discrétisation en surfaces égales** ($\theta_i = \theta$) . Lorsque la surface de la lampe est découpée en segments de longueurs égales, c'est-à-dire pour $\theta_i = \theta$, il en résulte $\theta = \pi/N$. On obtient alors l'équation 3.8.

$$\sum_{i=1}^N k_i = \frac{\pi}{\theta} = N \quad (3.8)$$

- **Lampe claire** Une émission isotrope pour un nombre N de segments identiques ($\theta = \pi/N$) est obtenue en spécifiant $k_i = k$. Il vient alors $k = 1$ et le modèle est alors identique à celui de la lampe claire.

3.3 Caractérisation expérimentale de la distribution de chauffage

3.3.1 Présentation du banc expérimental

Le montage expérimental utilisé pour caractériser les lampes halogènes est présenté sur la Figure 3.3. Le principe de ce banc de mesure consiste à chauffer une plaque sur sa face avant avec une lampe et à enregistrer le champ de température obtenu sur la face arrière à l'aide d'une caméra IR. Le banc est composé des éléments suivants :

- Une lampe halogène pilotée en tension. Cette lampe peut être inclinée autour de son axe afin de modifier la direction d'émission de la lampe à réflecteur intégré par rapport aux autres éléments du banc expérimental. Cette orientation n'a évidemment pas d'effet dans le cas de la lampe claire.
- Une plaque d'ABS-N dont les dimensions et caractéristiques thermo-physiques et optiques sont données dans les Tables 3.3 et 3.4.
- Une caméra IR (FLIR SC325 [7.5 – 13]µm).

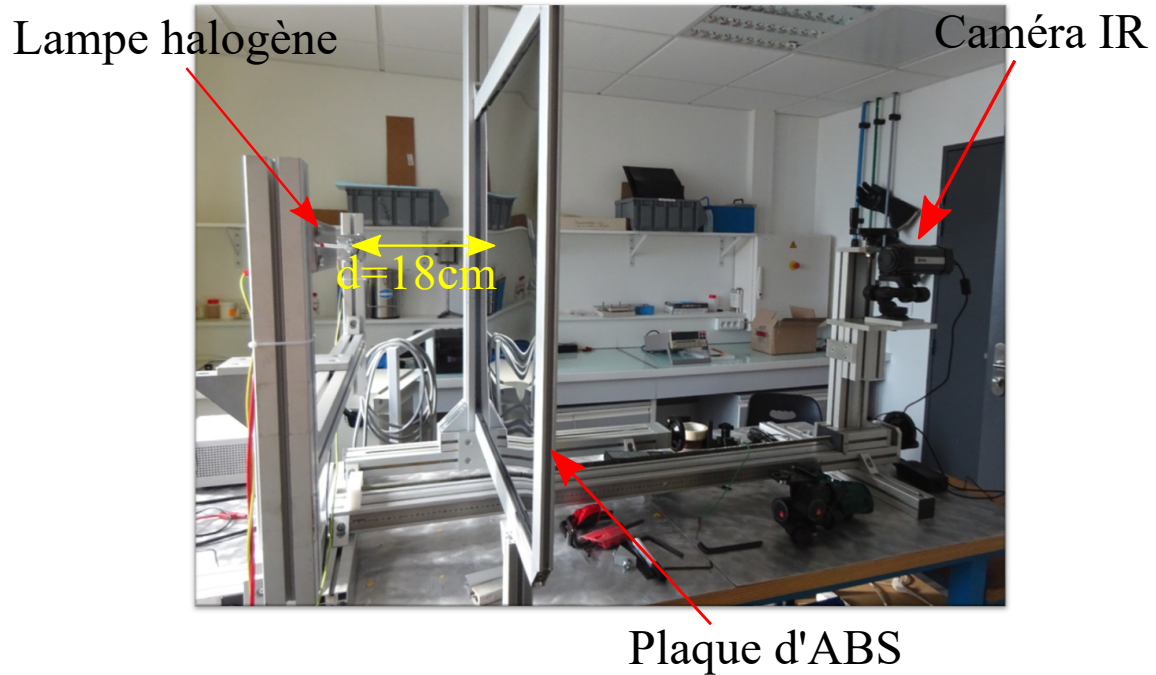


Figure 3.3 – Montage expérimental utilisé pour caractériser les propriétés d'émission d'une lampe halogène tubulaire

Table 3.3 – Dimensions de la plaque d'ABS-N utilisée sur le banc d'identification inverse

Propriété	Unité	Valeur
Hauteur h de la plaque	mm	670
Largeur w de la plaque	mm	680
Épaisseur e de la plaque	mm	1.5

Table 3.4 – Propriétés physiques [4, 27] de la plaque d'ABS-N utilisée sur le banc d'identification inverse

Propriété	Unité	Valeur
ε	-	0.94
	-	0.96
ρ	kg m^{-3}	1050
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0.19
C_p à T_{amb}	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	1300

3.3.2 Conditions d'essai

Pour l'ensemble des essais réalisés dans cette étude, la lampe a été placée à une distance $d = 18\text{cm}$ de la plaque à chauffer. Cette distance a été choisie compte tenu des contraintes géométriques de l'expérience et pour permettre d'appliquer plusieurs puissances sans déplacer la plaque. Une distance trop proche aurait chauffé la plaque

trop rapidement dans le cas d'une haute tension d'alimentation, et une distance trop importante n'aurait pas permis de faire des mesures à basse puissance.

La caméra infrarouge a été placée à une distance de 2.4m. Cette distance est supérieure à la distance présentée sur la Figure 3.3. Durant les campagnes d'essais, la caméra a été éloigné afin d'avoir une vue de l'ensemble de la face arrière de la plaque dans le champ de la caméra. Pour chaque couple lampe/position, différentes tensions d'alimentation ont été utilisées (Table 3.5).

Chaque essai se composait de deux phases :

- Une première phase durant laquelle la lampe est allumée pendant une durée t_a afin de chauffer la plaque jusqu'à une température cible.
- Une seconde phase de refroidissement durant laquelle la plaque est refroidie par convection naturelle avec l'air ambiante de la pièce.

Table 3.5 – Conditions d'essais

Tension (%)	20	30	40	50	60	80	100
Lampe claire	X	X	X	X	X	X	X
Réflecteur Position 1	X			X			X
Réflecteur Position 2	X			X			X

Trois configurations de chauffages ont été retenues dans cette étude. La Figure 3.4 décrit ces configurations ainsi que la signature thermique obtenue après 39s de chauffage à 100% de puissance (400V) pour chaque cas.

1. **Lampe claire (Figure 3.4a, 3.4b)** : La distribution de chauffage induit par la lampe claire est elliptique et apparaît symétrique, par rapport aux axes horizontal et vertical passant par son centre, le centre étant défini comme le point où la température est maximale. Cette température maximale est de 65°C.
2. **Lampe à réflecteur intégré : Est (Figure 3.4c, 3.4d)** : Cette position est représentative du chauffage du pré-imprégné dans le four IR de la ligne d'imprégnation. Il permet d'obtenir la même forme de distribution que la lampe claire mais avec un chauffage plus rapide, la température maximale atteinte est de 75°C.
3. **Lampe à réflecteur intégré : Nord (Figure 3.4e, 3.4f)** : Cette position engendre une distribution de température très différente des autres configurations. En effet, la majorité du rayonnement est dirigée vers le haut de la plaque. La distribution n'est plus symétrique dans la hauteur : la zone chauffée est décalée vers le haut et la partie inférieure de la plaque est très peu chauffée. La température maximale atteinte dans cette configuration est de 70°C.

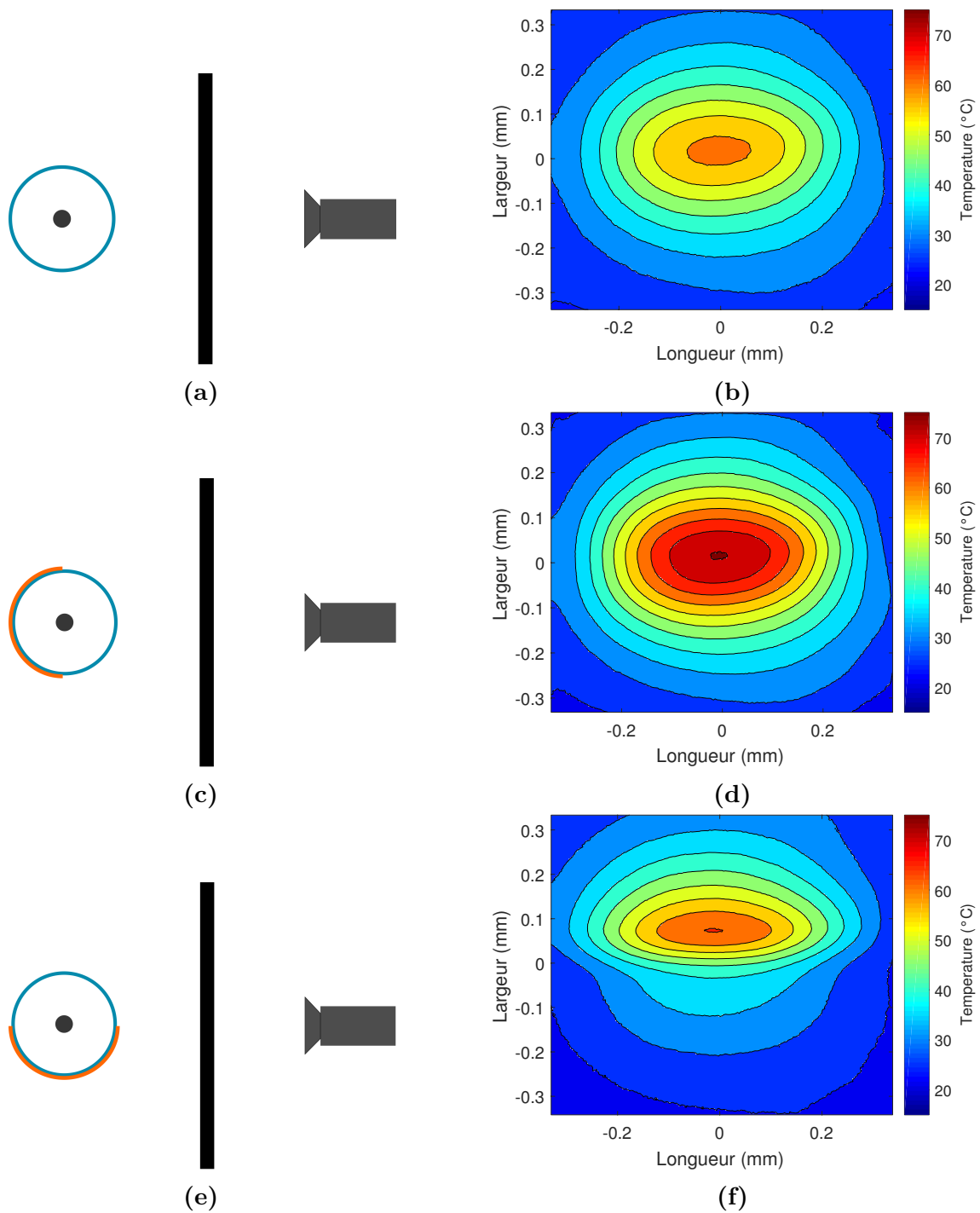


Figure 3.4 – Schématisation des différentes configurations de chauffage et champs de température expérimentaux correspondants obtenus pour une puissance de 100% (400V) après 39s. (a-b) Lampe claire, (c-d) Lampe à réflecteur intégré, position est, (e-f) Lampe à réflecteur intégré, position nord

3.4 Modèle numérique du banc expérimental

La détermination des paramètres de modélisation des deux lampes a été effectuée en utilisant une méthode d'identification inverse. La simulation numérique est effectuée avec le logiciel commercial de calcul par éléments finis COMSOL Multiphysics®.

3.4.1 Géométrie

La représentation numérique de l'expérience réalisée sur la banc expérimental se compose de deux éléments :

1. La plaque : dans le cas présent, il s'agit d'une plaque rectangulaire de dimensions $670\text{mm} \times 680\text{mm} \times 1.5\text{mm}$ (Figure 3.5a)
2. La lampe :
 - Dans le cas de la lampe claire, l'émetteur est modélisé par un cylindre de rayon $r = 1.355\text{mm}$ et de longueur $L = 411\text{mm}$.
 - Dans le cas de la lampe à réflecteur intégré, l'émetteur est modélisé par un cylindre de rayon R et de longueur $L = 411\text{mm}$, dont la surface est divisée en N zones (Figure 3.5b).

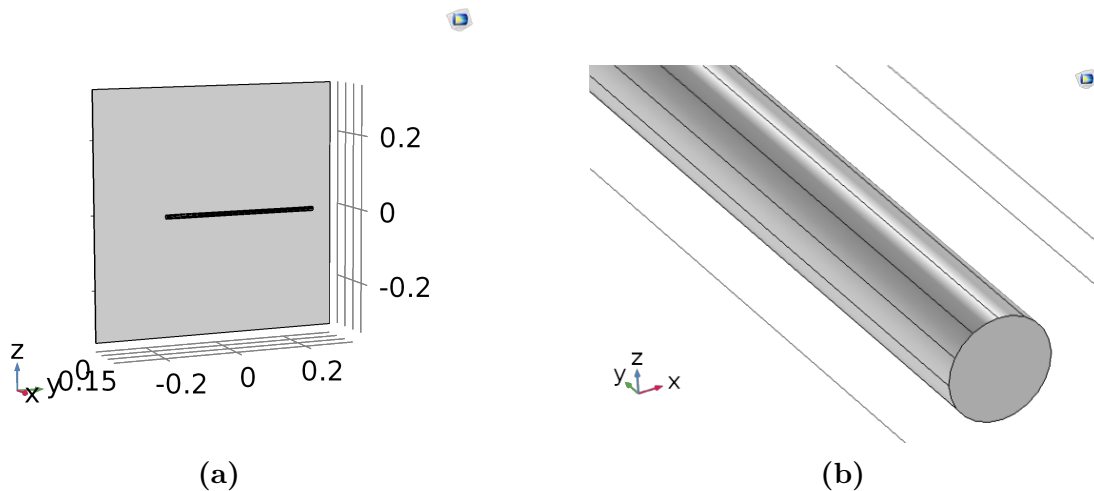


Figure 3.5 – (a) Représentation géométrique de l'expérience de chauffage, (b) Représentation du cylindre équivalent montrant le découpage de la surface de l'émetteur en $N = 6$ zones

3.4.2 Propriétés matériaux

Les propriétés thermo-physiques et optiques de l'ABS-N (Table 3.4) sont affectées à la plaque. Les propriétés thermo-physiques de l'ABS ont été considérées constantes car la température maximale sur la plaque a été limitée à 75°C durant les essais. La variation des propriétés thermiques est faible entre la température ambiante et cette température.

Les propriétés du tungstène ont été affectées au cylindre à partir de la bibliothèque matériaux de COMSOL Multiphysics®. L'émissivité du tungstène est considérée comme une fonction de la température telle que définie à la Figure 3.6 [61].

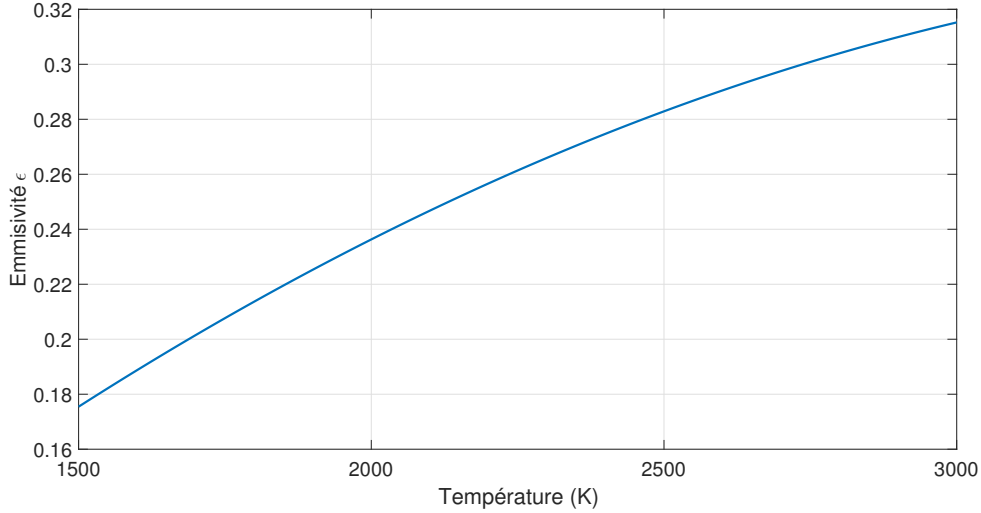


Figure 3.6 – Emissivité du tungstène en fonction de la température [61]

3.4.3 Conditions aux limites

Afin de reproduire les conditions physiques de l'expérience, le module de "transfert de chaleur avec échanges radiatifs entre surfaces" a été utilisé. Plusieurs conditions aux limites sont implémentées :

Lampe claire

- Température constante T_{lampe} sur le cylindre équivalent
- Radiosité imposée sur l'ensemble de la surface de la lampe

$$\varepsilon = \varepsilon_f(T_{lampe}) \quad (3.9)$$

Lampe à réflecteur intégré

- Température constante T_{lampe} sur le cylindre équivalent
- Radiosité imposée sur chacune des N surfaces de la lampe

$$\varepsilon_i = \frac{r}{R_r} k_i \varepsilon_f(T_{lampe}) \quad (3.10)$$

Plaque d'ABS-N

- Isolation thermique sur les contours de la plaque
- Surfaces diffuses avant et arrière
- Flux de chaleur sur les surfaces avant et arrière, caractérisé par un coefficient d'échange h_{ech} [$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$]. La valeur de ce coefficient d'échange fera l'objet de la section 3.5

3.4.4 Maillage

- **Plaque** Un maillage à deux distributions a été imposé sur la face arrière de la plaque (Figure 3.7a). Dans la direction y un total de 10 éléments ont été utilisés et 50 dans la direction z . Afin de raffiner le maillage dans les zones de fort gradient de température, c'est-à-dire au centre de la plaque, la distribution a été effectuée suivant une suite arithmétique d'ordre 3, symétriquement par rapport au centre de la plaque. Un nombre d'éléments plus élevé a été utilisé dans la hauteur car c'est la direction qui sera exploitée pour comparer les résultats numériques et expérimentaux.

Cette distribution surfacique est propagée depuis la face arrière, à travers l'épaisseur de la plaque jusqu'à la surface avant. Un seul élément est utilisé dans l'épaisseur.

- **Cylindre** Un maillage quadrilatère est imposé sur une des surfaces extrêmes du cylindre avec un total de 5 éléments pour chacun des $2N$ segments sur la surface latérale (Figure 3.7). Ce maillage, de même que pour la plaque, est propagé jusqu'à l'autre extrémité avec un seul élément dans la longueur du cylindre.

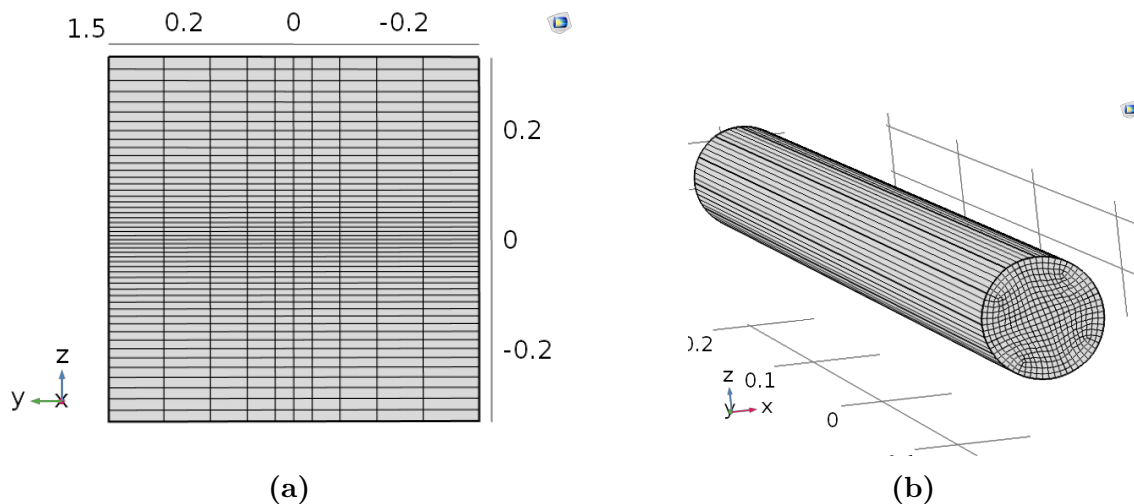


Figure 3.7 – Maillage éléments finis (a) Plaque, (b) Cylindre équivalent

3.5 Prise en compte de la convection

3.5.1 Corrélations Plaque plane verticale

Pour prendre en compte la convection, dans de nombreux cas, il est possible d'utiliser des corrélations disponibles dans la littérature. Ces corrélations sont exprimées à l'aide de nombres adimensionnels communément utilisés en mécanique des fluides (voir Annexe C).

La géométrie de notre cas correspond à une plaque plane verticale. Il existe différentes corrélations pour ce cas. L'exemple donné par l'équation 3.11 peut être appliqué à la

fois à des régimes laminaires et turbulents [65].

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0.825 + \frac{0.387 Ra_L^{1/6}}{\left[1 + (0.492/Pr)^{9/16} \right]} \right\}^{8/27} \quad (3.11)$$

Cependant, ces corrélations sont obtenues pour un écoulement stationnaire avec une plaque isotherme (température de surface constante). Ils peuvent être adaptés dans le cas d'un flux constant, mais toujours dans le cas stationnaire. La comparaison des résultats donnés par ces corrélations avec les coefficients d'échange calculés au refroidissement montre que les valeurs obtenues en utilisant les corrélations donnent des valeurs trop faibles dans notre cas.

Récemment, Schaub et al. [73, 74] se sont intéressés à la convection transitoire pour une plaque plane verticale dans l'air. Ils ont étudié des conditions aux limites de type cyclique ou de type créneau, également pour une plaque isotherme ou un flux uniforme. Ces travaux ont mis en évidence une évolution temporelle des échanges convectifs, induite par des perturbations de la couche limite lors du chauffage. Pour prendre en compte l'écart provoqué par ces perturbations par rapport au régime quasi-stationnaire, ils proposent de modéliser la quantité additionnelle par une augmentation linéaire au cours du temps de chauffage. Une décroissance linéaire est proposée pour représenter le retour à la valeur d'échange quasi-stationnaire.

3.5.2 Coefficient d'échange calculé à partir du refroidissement

Dans ces travaux un gradient de température sur la surface de la plaque permet l'identification des paramètres de la lampe à réflecteur qui n'émet pas un flux isotrope. De ce fait, les hypothèses d'application des corrélations du paragraphe précédent ne sont pas réunies. Une approche basée sur le calcul du coefficient d'échange lors du refroidissement de la plaque sera alors appliqué. Le but est de déterminer une fonction définissant le coefficient d'échange pour chaque configuration de chauffage. Celui-ci dépendra à la fois de la température maximale atteinte par la plaque et de sa position suivant la hauteur.

Dans un premier temps, un coefficient d'échange associé à chaque pixel a été calculé. Ensuite, une dépendance spatiale a été établie pour chaque configuration. Puis une relation entre la valeur d'échange maximale et la température maximale de la plaque a été déterminée. Pour finir, ces différents éléments ont été combinés pour définir le coefficient d'échange h_{ech} .

3.5.2.1 Valeurs locales du coefficient d'échange

Lors du refroidissement, les échanges thermiques agissant sur la plaque sont connus : il y a d'une part les échanges convectifs entre la plaque et l'air environnant et d'autre part l'émission propre de la plaque. L'utilisation du modèle de petit corps, applicable

en raison d'un nombre de Biot proche de 0.1 pour les coefficients d'échange étudiés, permet de négliger la conduction dans le plan de la plaque. La température au cours du refroidissement est alors calculée grâce à l'équation 3.12 en chaque pixel.

$$\rho c_p V \frac{\partial T}{\partial t} = -h(T - T_{amb})S - \epsilon_{ABS}\sigma(T^4 - T_{amb}^4)S \quad (3.12)$$

Pour chaque cas expérimental, une routine d'optimisation dans Matlab® utilisant l'algorithme d'optimisation "fmincon" a été utilisé pour déterminer le coefficient d'échange le mieux adapté à chaque pixel. Cette fonction permet de trouver le minimum d'une fonction à plusieurs variables sous contraintes non linéaires. L'algorithme de "point intérieur" [20, 21] a été utilisé pour les problématiques de ce chapitre.

Un exemple du résultat issu de cette optimisation effectuée en un pixel est montré sur la Figure 3.8. Un bon accord est trouvé entre les données expérimentales et les valeurs numériques avec un coefficient d'échange constant. L'itération de cette optimisation sur chaque pixel permet d'obtenir un champ 2D du coefficient d'échange h .

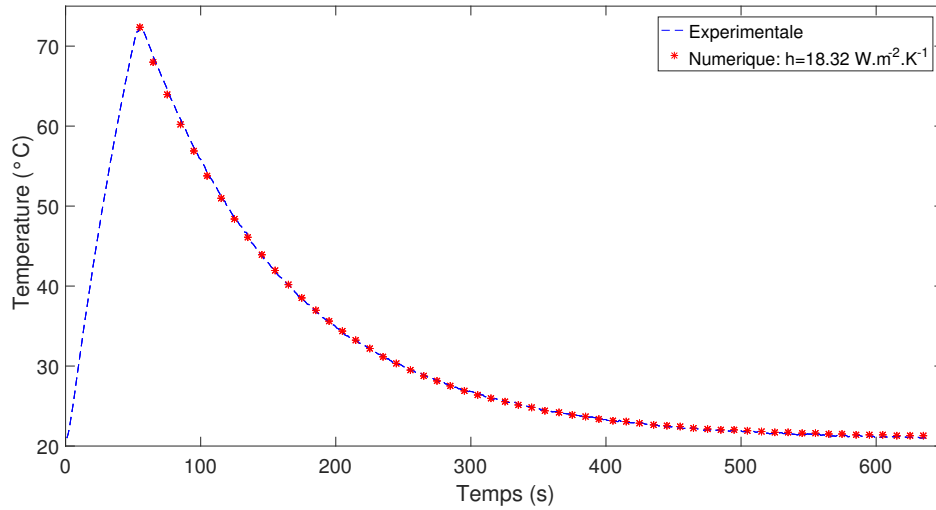


Figure 3.8 – Comparaison entre les données expérimentales de température en un pixel (Lampe claire, 100% de puissance), et la température calculée après optimisation du coefficient d'échange convectif h

La Figure 3.9 montre un exemple de champ obtenu pour un chauffage à 100% de puissance avec la lampe claire, ayant atteint 74°C au centre de la distribution de chauffage (voir Figure 3.4).

3.5.2.2 Dépendance spatiale

Le calcul des distributions du coefficient d'échange lors du refroidissement a permis de mettre en évidence une dépendance spatiale du coefficient d'échange (voir exemple Figure 3.9). Cinq cas différents en fonction du type de lampe et de la gamme de puissance de la lampe ont été identifiés :

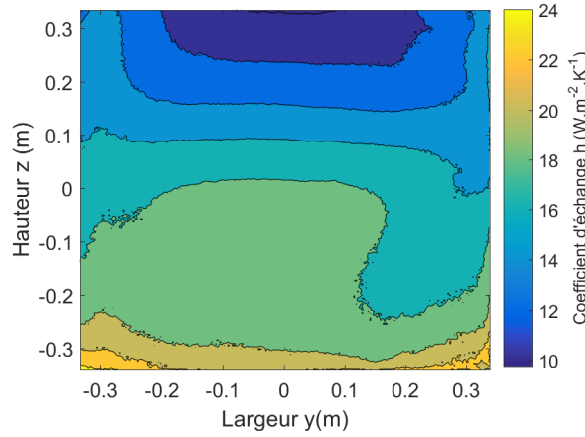


Figure 3.9 – Coefficient d’échange h sur la plaque d’ABS-N après un chauffage jusqu’à 74°C avec une lampe claire à 100% de puissance

- Lampe claire [40 – 100]%
- Lampe claire [20 – 30]%
- Lampe réflecteur : Est [50 – 100]%
- Lampe réflecteur : Nord [50 – 100]%
- Puissances inférieures à 20%

Ces différents cas ne sont pas directement liés à la puissance elle-même, mais au gradient de température provoqué par celui-ci dans un temps plus ou moins long. En dessous de 20% de puissance, le gradient de température est faible les distributions de h ne font pas apparaître de gradient particulier. Entre 20 et 40% de puissance, des gradients apparaissent mais les températures maximales atteintes sont faibles et les gradients de h sont donc faibles. Ces gradients se distinguent par ailleurs de ceux obtenus pour des puissances supérieures à 40%.

Les distributions du coefficient d’échange font également apparaître des gradients essentiellement marqués verticalement. Des premières analyses préliminaires ont ainsi permis de montrer qu’en appliquant une valeur moyenne de h variant avec la hauteur de la plaque, les champs de température étaient correctement prédits. A partir de cette observation, et du fait que la convection naturelle est un phénomène essentiellement régit par des forces verticales, la dépendance spatiale a été recherchée uniquement dans la direction Z, c’est à dire dans la hauteur de la plaque.

Pour représenter cette dépendance, des fonctions polynomiales d’ordre 3 ou 4 (Équation 3.13) ont été utilisées car leur versatilité permet plus facilement de représenter les distributions verticales du coefficient d’échange.

$$h(z) = a_4 z^4 + a_3 z^3 + a_2 z^2 + a_1 z + a_0 \quad (3.13)$$

Afin de limiter le nombre de paramètres et de faciliter l’implémentation, il a été choisi d’identifier un unique jeu de paramètres $[a_4 - a_1]$ et d’utiliser le paramètre a_0 pour décaler le profil du coefficient d’échange en fonction de la température maximale. La

démarche suivante a été appliquée pour chaque configuration de chauffage afin de déterminer les coefficients du polynôme $h(z)$ correspondant :

1. Choix du degré du polynôme.
2. Détermination de la zone d'application (Table 3.6). Cette limite est représentée par des traits pointillés noirs sur l'exemple donné à la Figure 3.10a.

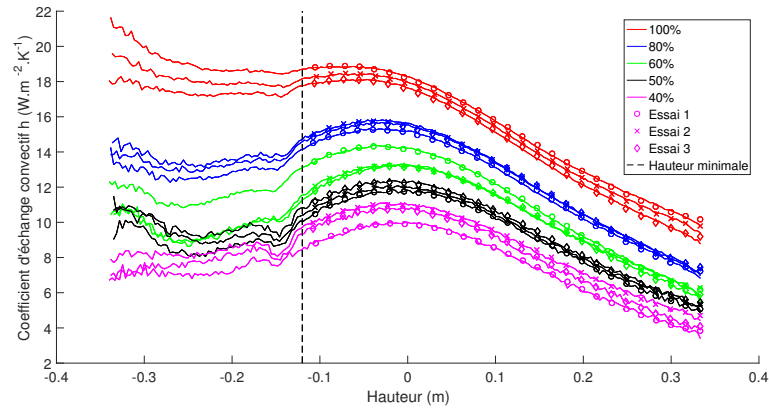
Table 3.6 – Hauteur limite dans la détermination de la fonction $h(z)$

	Claire		Réf. Est	Réf. Nord
	[40 – 100]%	[20 – 30]%	[50 – 100]%	[50 – 100]%
Hauteur limite Z_l (m)	-0.12	-0.12	-0.11	-0.015

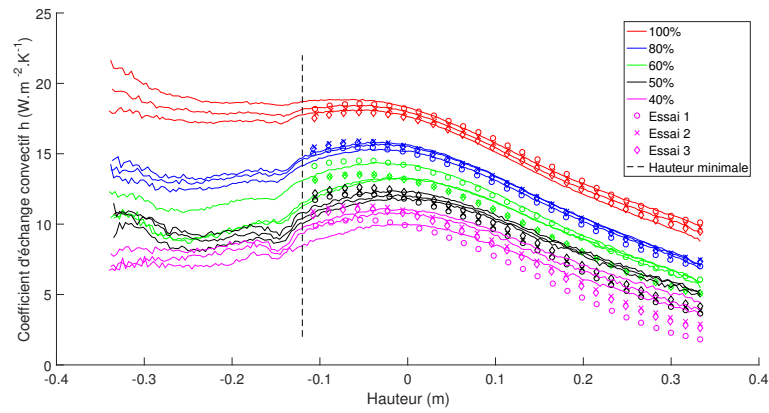
3. Détermination des coefficients $a_i = f(\text{puissance}, \text{essai})$, pour chaque puissance d'alimentation, avec 3 essais par puissance. L'interpolation effectuée pour chaque essai est illustrée sur la Figure 3.10a.
4. Calcul d'un polynôme moyen, permettant d'approcher l'ensemble des résultats obtenus dans la configuration étudiée avec un jeu de paramètres (Figure 3.10b). Les valeurs moyennes des paramètres $[a_4 - a_1]$ identifiés pour les principaux cas de chauffage sont présentés dans la Table 3.7.
5. Calcul de l'écart entre les coefficients d'échange expérimental et numérique dans la hauteur de la plaque (Figure 3.10c). Cette dernière étape permet la validation du modèle et l'identification des zones à plus fort écart, comme la partie haute de la plaque. Cette information peut être utilisée pour interpréter les résultats issus du chauffage de la plaque.

Table 3.7 – Coefficients de la fonction $h(z)$

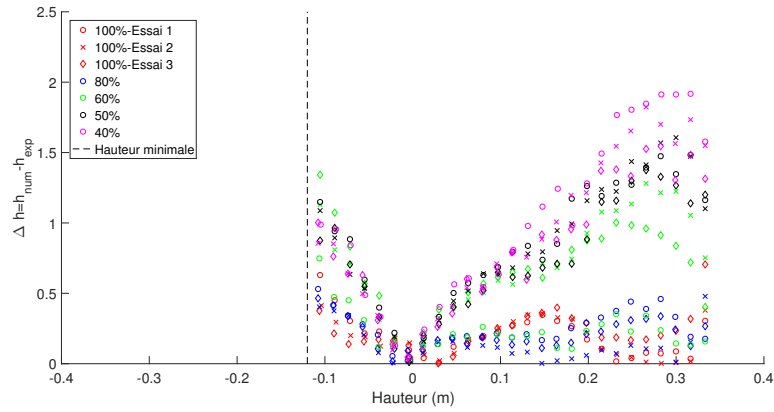
		a_4	a_3	a_2	a_1
Claire [40 – 100]%	Moyenne	-	220.1	-105.6	-13.5
	Ecart-Type	-	15.5	14.6	3.4
Claire [20 – 30]%	Moyenne	-	122.1	-40.6	-14.5
	Ecart-Type	-	30.2	16.8	2.9
Réflecteur Est [50 – 100]%	Moyenne	-	184.3	-79.7	19.0
	Ecart-Type	-	23.1	12.3	2.5
Réflecteur Nord [50 – 100]%	Moyenne	-4522.7	3573.3	-943.1	64.8
	Ecart-Type	612.9	448.0	104.4	6.5



(a)



(b)



(c)

Figure 3.10 – Détermination de la dépendance spatiale du coefficient de convection. Lampe claire [40 – 100]% de puissance. (a) Approximation polynômiale du coefficient d'échange indépendamment pour chaque essai, (b) Approximation du coefficient d'échange par un polynôme moyen, (c) Différence entre le coefficient d'échange expérimental et l'approximation polynomiale moyenne en fonction de la hauteur

3.5.2.3 Lien entre température maximale et le coefficient d'échange

Afin de pouvoir adapter le coefficient a_0 de l'équation 3.13 à chaque puissance de chauffage et configuration de lampe, une relation entre le coefficient d'échange maximal et la température maximale atteinte par la plaque au cours du chauffage a été déterminée. La Figure 3.11 montre les couples (T_{max}, h_{max}) relevés pour l'ensemble des essais. Au vu de ces résultats une fonction linéaire a été choisie (Équation 3.14).

$$T_{max} = ah_{max} + b \quad (3.14)$$

Pour chaque configuration de chauffage les coefficients (a, b) ont été déterminés en effectuant une régression linéaire. Les résultats sont regroupés dans la Table 3.8.

Dans le cas de la lampe à réflecteur, les coefficients d'échanges sont plus élevés que dans le cas de la lampe claire pour les mêmes températures maximales atteintes. En effet, il a été montré que les temps de chauffage pour atteindre une même température diffèrent d'une configuration à une autre et que le profil thermique induit est également différent. Ces éléments influencent les échanges avec l'air environnant et donc les échanges convectifs.

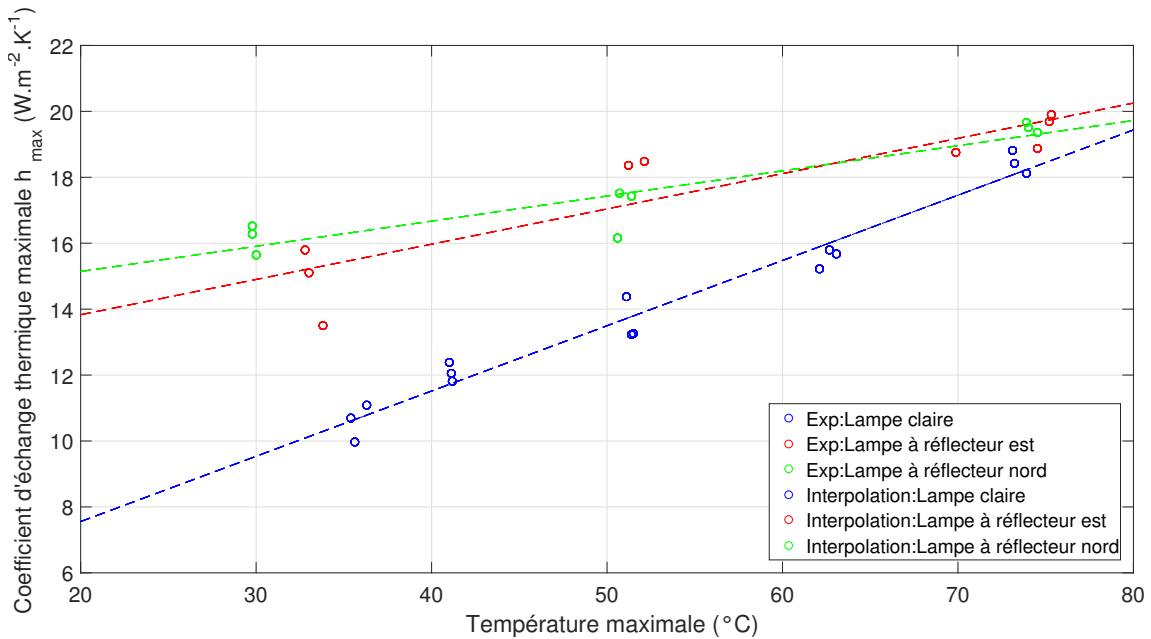


Figure 3.11 – Relation entre la température maximale T_{max} atteinte par la plaque lors du chauffage et le coefficient d'échange convectif maximal h_{max} mesuré au cours du refroidissement

3.5.2.4 Évolution du coefficient d'échange maximale

Dans les paragraphes précédents, nous avons identifié la relation entre la température maximale sur la surface arrière de la plaque et le coefficient d'échange ainsi qu'une

Table 3.8 – Coefficients de la fonction $h(z)$ (Équation 3.13)

Configuration	a	b
Claire	0.198	3.5968
Est	0.107	11.691
Nord	0.0763	13.618

dépendance spatiale (coefficients $[a_1; a_n]$ de l'équation 3.13). Afin de lier ces deux éléments, l'ordonnée à l'origine a_0 de l'équation 3.13 reste à déterminer.

Pour déterminer a_0 la démarche est la suivante :

1. Calcul de la hauteur z_{max} pour laquelle le coefficient d'échange est maximal à l'aide de la fonction dérivée de l'équation 3.13.
2. Calcul de la température maximale sur la surface de la plaque T_{max}
3. A partir des relations liant la température maximale et le coefficient d'échange maximale (Table 3.8) le coefficient à l'origine peut être déterminé.

$$h(z_{max}) = h_{max}(T_{max}) \rightarrow a_0 \quad (3.15)$$

3.5.2.5 Modèle complet du coefficient d'échange

Pour conclure cette section sur la modélisation de la convection dans le cadre des essais plaque/lampe effectuée dans ces travaux, l'équation 3.16 résume les différentes équations mise en place dans le modèle numérique.

$$\left\{ \begin{array}{l} h_{max}(T_{max}) = aT_{max} + b \\ h(z) = a_4z^4 + a_3z^3 + a_2z^2 + a_1z + a_0 \\ h'(z_{max}) = 0 \\ a_0 = h(z_{max}) - a_4z_{max}^4 - a_3z_{max}^3 - a_2z_{max}^2 - a_1z_{max} \end{array} \right. \quad (3.16)$$

3.6 Étapes d'identification

3.6.1 Démarche globale

Pour identifier les paramètres de nos deux modèles (lampe claire/lampe réflecteur) une approche par identification inverse a été utilisée. Le problème d'optimisation permettant d'identifier les paramètres peut être décrit par la formulation suivante :

- **Lampe claire**

Variables de contrôle	$X = T_{lampe}$
Fonction objective	$Res_{GC} = \sqrt{\sum_{j=0}^n (T_{num}(z_j, t_a) - T_{exp}(z_j, t_a))^2} \quad (3.17)$
Valeurs initiales	X_0
Contraintes	$T_{min} \leq X \leq T_{max} \quad (3.18)$

- **Lampe à réflecteur**

Variables de contrôle	$X = [k_i], i \in \llbracket 1 : N - 1 \rrbracket$
Fonction objective	$Res_{GR} = \sqrt{Res_E^2 + Res_N^2} \quad (3.19)$
	$Res_{GR} = \sqrt{\sum_{j=0}^{n_E} (T_{num,E}(z_j, t_a) - T_{exp,E}(z_j, t_a))^2 + \sum_{j=0}^{n_N} (T_{num,N}(z_j, t_a) - T_{exp,N}(z_j, t_a))^2} \quad (3.20)$
Valeurs initiales	X_0
Contraintes	$x_{min} \leq X \leq x_{max} \quad (3.21)$
	$k_{i+1} \leq k_i, i \in \llbracket 1 : N - 1 \rrbracket \quad (3.22)$
	$\sum_{i=1}^N k_i = N \quad (3.23)$

Il s'agit donc d'un problème de minimisation avec des variables de contrôle bornées et des contraintes linéaires. Pour résoudre ce problème, un calcul de température utilisant COMSOL Multiphysics® a été couplé à un algorithme d'optimisation *fmincon* dans Matlab®. La Figure 3.12 montre les différents échanges entre ces logiciels au cours de l'optimisation. La définition des paramètres initiaux se fait dans Matlab®,

ces valeurs sont fournies à COMSOL Multiphysics® pour effectuer un calcul de transfert thermique suivant le modèle présenté dans les sections précédentes. La température sur la face arrière de la plaque étant calculée, les données $T_{num}(x, y, z, t)$ sont fournies cette fois-ci à Matlab®, qui calcule la fonction objectif à l'aide des données expérimentales $T_{num}(x, y, z, t)$. A l'issue de ce calcul, si un minimum local est obtenu, le sous-programme fournit la valeur optimisée des paramètres recherchés, sinon il propose un nouvel ensemble de paramètres et un nouveau calcul du champ thermique est effectué.

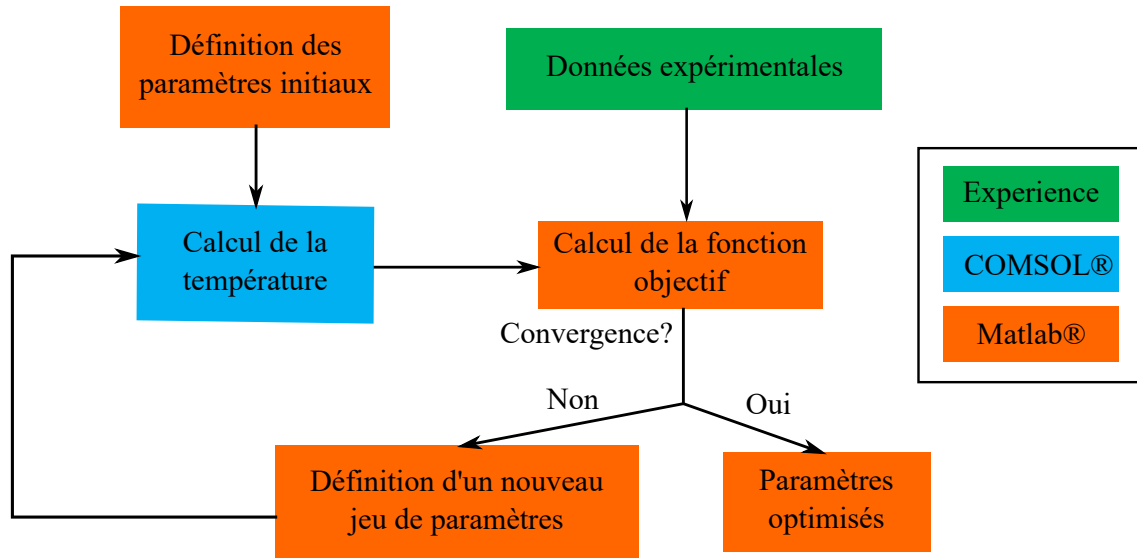


Figure 3.12 – Démarche d’identification par caractérisation inverse des paramètres du modèle de lampe claire ou de lampe à réflecteur intégré.

3.6.2 Température en fonction de la tension d’alimentation

3.6.2.1 Objectif

La configuration de la lampe claire a été utilisée pour établir le lien entre la température du filament et la tension d’alimentation de la lampe. Les configurations expérimentales utilisées dans le sous-programme d’optimisation sont présentées et les résultats de l’identification sont discutés.

3.6.2.2 Configurations

La Table 3.9 présente les essais réalisés pour déterminer la relation entre la tension d’alimentation et la température du filament. Sept niveaux de tension, entre 20% et 100%, ont été appliqués et pour chaque tension, trois essais ont été effectués. Le temps de chauffage a été défini lors du premier essai de chaque configuration. Pour les puissances élevées, le temps a été choisi de manière à limiter la température maximale atteinte par la plaque au regard de la température de transition vitreuse

de l'ABS-N (100 – 120°C, Table 1.1). Pour les puissances les plus faibles, le temps d'essai a été défini de façon à faire apparaître un gradient de température suffisant pour l'identification inverse, en limitant les essais à quelques minutes (jusqu'à 5 minutes). Ainsi, la température maximale de la plaque varie de 30°C pour les essais à 20% de puissance à 74°C pour les essais à puissance nominale.

Table 3.9 – Configurations d'essais avec la lampe claire utilisées pour la détermination de la température du filament en fonction de la tension d'alimentation

Puissance (%)	Tension d'alimentation V	Essai	Temps de chauffage t_a (s)	Température maximale atteinte T_{max} (°C)
100	400	1	55	73.1
		2	55	73.2
		3	55	73.9
80	320	1	60	62.1
		2	60	62.7
		3	60	63.1
60	240	1	69	51.1
		2	69	51.4
		3	69	51.5
50	200	1	56	41.2
		2	56	41.1
		3	56	41.0
40	160	1	58	35.5
		2	64	36.3
		3	58	35.3
30	120	1	93	30.4
		2	93	30.6
		3	93	30.7
20	80	1	300	29.9
		2	300	30.0
		3	310	30.2

Dans cette partie, l'exemple de l'essai 1 à 100% de puissance sera utilisé pour illustrer, sur la Figure 3.13, les données expérimentales qui seront exploitées pour l'optimisation :

- 3.13a : Champ de température sur la face arrière de la plaque d'ABS-N en fin de chauffage ($t = t_a = 55s$). Le point de température maximale sera appelé T_{max} . Deux coupes passent par ce point, la première perpendiculaire à l'axe de la lampe et la seconde parallèle à celle-ci.

- 3.13b Évolution de la température au cours du chauffage et du refroidissement au point T_{max}
- 3.13c Coupe perpendiculaire passant par T_{max} à $t = t_a = 55s$. Ce graphique trace la température en fonction de la hauteur de la plaque.
- 3.13d Coupe parallèle passant par T_{max} à $t = t_a = 55s$. Ce graphique trace la température en fonction de la largeur de la plaque.

Comme évoqué dans la section liée à la convection, des observations effectuées au cours de l'étude ont montré que lorsque le profil de température vertical est bien estimé, alors la distribution horizontale de la température est également bien estimée. De même, si la prédiction de température est correcte en fin de chauffage alors son évolution au cours du chauffage est également bien modélisée. Partant de ce constant, seuls les profils de températures verticaux obtenus expérimentalement ont été utilisés dans la routine d'optimisation pour identifier la température du filament de tungstène.

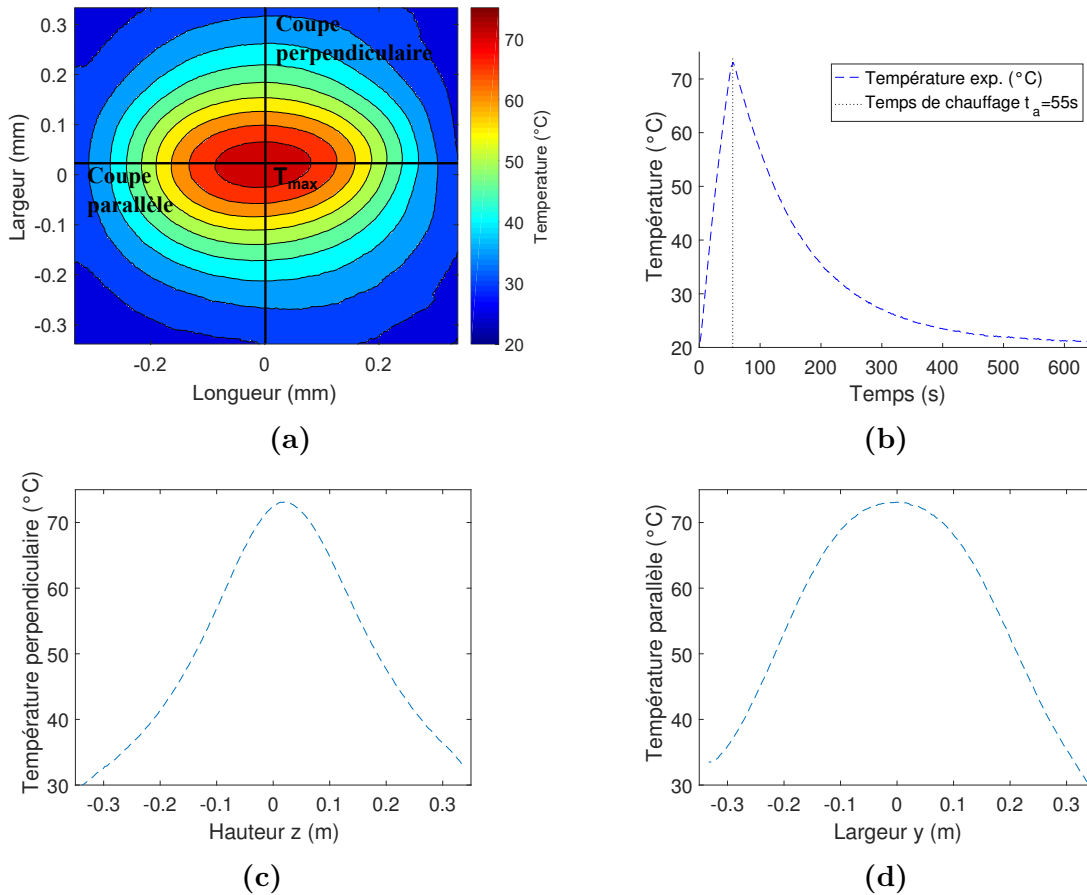


Figure 3.13 – Températures mesurées expérimentalement lors de l’essai 1 à 100% de puissance (400V), (a) Champ thermique sur la face arrière de la plaque après 55s de chauffage (b) Température en fonction du temps au point T_{max} , (c) Coupe perpendiculaire : Profil de température vertical en fonction de la hauteur, (d) Coupe parallèle : Profil de température horizontal en fonction de la largeur ($t = 55s$)

3.6.2.3 Température filament identifiée par optimisation

La Figure 3.14 compare la température mesurée expérimentalement et la température calculée numériquement à l'issue de la routine d'optimisation dans le cas de l'essai 1 avec 100% de puissance. Dans cet exemple, l'écart maximal observé est de 2°C en fin de chauffage pour une température de lampe $T_{lampe} = 2415K$.

Sur la hauteur, des écarts sont présents autour du pique de température et sur les bords de la plaque (Figure 3.14a). Ces écarts peuvent être attribués principalement à la modélisation de la convection. En effet, la Figure 3.10 montre que le coefficient d'échange modélisé dans cette approche est sous-estimé par rapport aux résultats expérimentaux au centre de la plaque et surestimé au bords de celle-ci. Ces écarts se répercutent sur la température calculée numériquement, elle est surestimée au centre de la plaque et sous-estimée aux bords.

La forme de la distribution de température pour la coupe parallèle (Figure 3.14b) est la même expérimentalement et numériquement. Cependant la température numérique est plus élevée que la température expérimentale, car celle-ci est sur estimée en T_{max} .

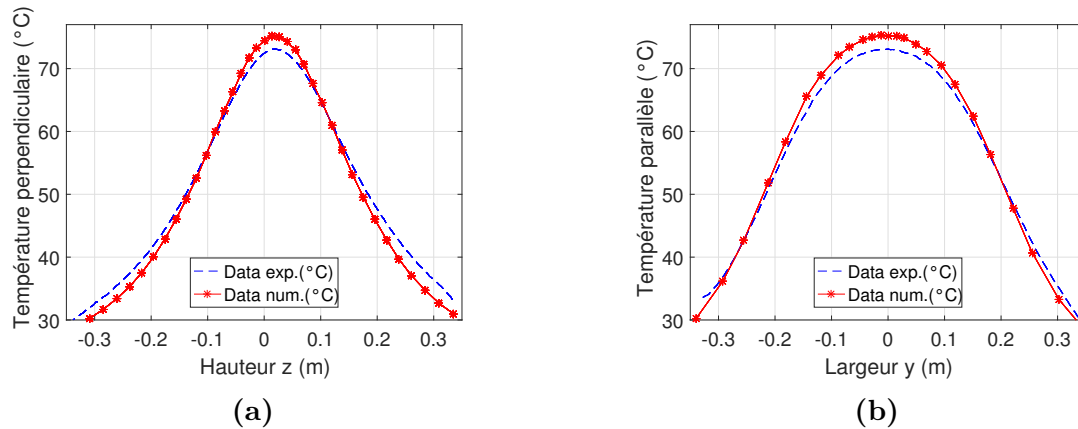


Figure 3.14 – Chauffage lampe claire Essai 1 à 100% de puissance (400V), comparaison entre données numériques et expérimentales (a) Coupe perpendiculaire, (b) Coupe parallèle

Pour finir, la Figure 3.15 montre l'évolution de la température du filament en fonction de la tension d'alimentation. Pour chaque puissance, la moyenne de la température identifiée par optimisation sur les trois expériences a été calculée. L'écart-type varie entre 1,3K et 5.2K en fonction de la puissance, un écart négligeable comparé à l'ordre de grandeur de la température de la lampe.

Sur cette même Figure 3.15, deux autres résultats, issus de la littérature, ont été tracés pour permettre la comparaison des résultats obtenus : les températures fournies par le fabricant de la lampe pour des puissances supérieures à 40%, et la température obtenue à partir de l'Équation 2.23 en considérant une température nominale de 2450K. Ces résultats n'ont pas été utilisés dans ces travaux pour plusieurs raisons. Dans le cas des données de la fiche technique, le moyen de caractérisation n'est pas donné et les résultats sont données pour une lampe de 1000W. L'Équation 2.23, est déterminée analytiquement à partir de la résistivité du tungstène et a été utilisée

pour des lampes de 1000W. Il n'avait pas été déterminée si cette équation devait être modifiée pour tenir compte des dimensions du filament ou si elle dépendait uniquement de la tension d'alimentation.

Les résultats obtenus dans le cadre de ces travaux par identification inverse montrent que les trois méthodes semblent être représentatives de la température du filament en fonction de la puissance pour une lampe de 2000W. L'écart observé entre les trois résultats est représentatif des difficultés liées à la mesure de la température du filament qui ont déjà été documentés, par exemple dans les travaux de Monteix [61].

Les trois résultats sont comparables pour des puissances supérieures à 80% mais pour des puissance d'alimentation inférieures à 80% l'écart augmente avec la diminution de la puissance. La température obtenue par caractérisation inverse est encadrée par les résultats de la fiche technique (borne supérieure) et les données analytiques (borne inférieure). Ces observation permettent de valider l'utilisation des résultats obtenues ici par identification inverse, dans la suite des travaux.

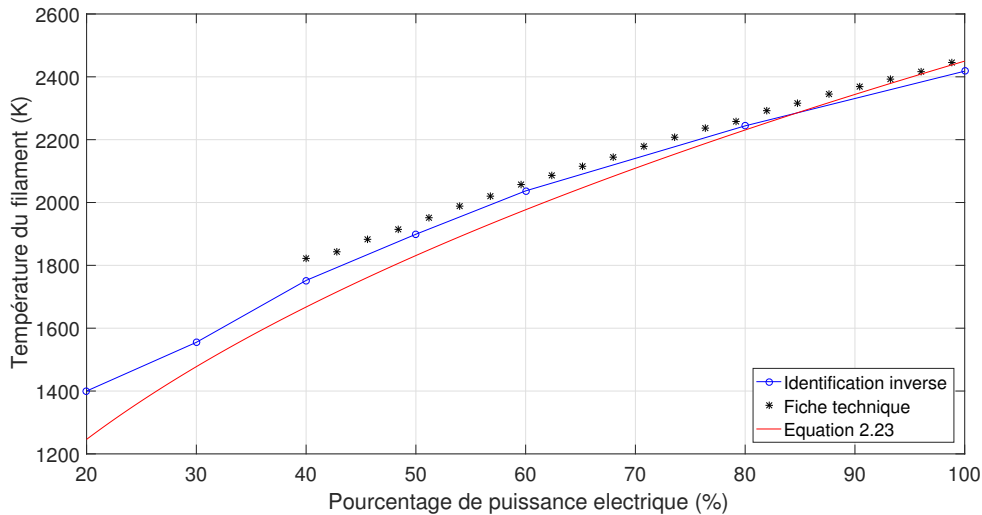


Figure 3.15 – Température du filament de tungstène en fonction de la tension d'alimentation

3.6.3 Détermination de la fonction de pondération

3.6.3.1 Objectif

La température du filament identifiée par analyse inverse a été implémentée dans la modélisation de la lampe avec réflecteur intégré afin de déterminer la fonction de distribution du flux radiatif de la lampe. Pour identifier cette distribution, la surface de la lampe a été discrétisée en surfaces de taille identique, c'est-à-dire avec un angle θ_i constant (équation 3.8). Les essais expérimentaux utilisés dans le sous-programme d'optimisation sont dans un premier temps présentés. Les tests préliminaires permettant de définir les configurations d'optimisation et le rayon du cylindre équivalent sont ensuite détaillés. Les résultats d'optimisation des coefficients de pondération sont alors présentés. Le choix du nombre de zones est enfin discuté ainsi que la validité des coefficients pour d'autres tensions d'alimentation.

3.6.3.2 Configurations expérimentales

Pour déterminer la fonction de pondération, deux positions expérimentales sont disponibles (Figure 3.16) avec un choix de tension d'alimentation. Cette démarche ayant été établie avant d'effectuer les essais avec la lampe claire, et donc avant de connaître le lien entre tension et puissance, l'optimisation a été faite à puissance nominale. D'autres tensions ont néanmoins été utilisées pour valider le modèle. Les données expérimentales décrivant les essais sont données dans la Table 3.10.

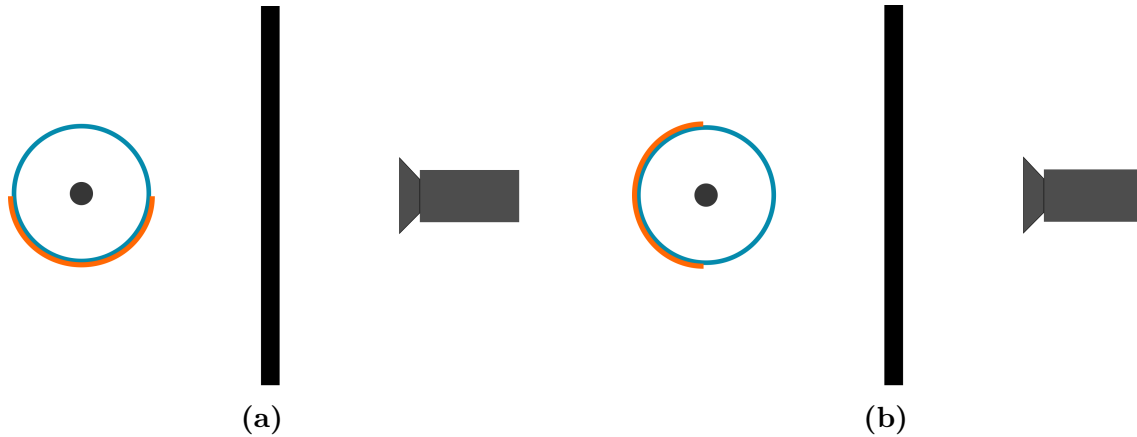


Figure 3.16 – Configurations expérimentales utilisées avec la lampes à réflecteur intégré : (a) Position Nord et (b) Position Est

Pour les deux positions, le premier essai à 100% de puissance sera utilisé pour effectuer l'optimisation. La Figure 3.17 et 3.18 montrent les résultats expérimentaux en lien avec ces expériences. Comme dans le cas de la lampe claire, le profil de température perpendiculaire à la lampe passant par le point de température maximale sera utilisé dans l'optimisation (Figures 3.17c, 3.18c). De plus, seulement les données comprises dans la zone de modélisation de la convection (Figure 3.10) seront utilisées.

Table 3.10 – Configurations d’essai dans le cas de la lampe avec réflecteur, utilisées pour la détermination et la validation de la fonction de pondération

Puissance (%)	Tension d'alimenta- tion V	Essai	Temps de chauffage (s)	Température maximale atteinte T_{max} (°C)
Position Est				
100	400	1	39	75.13
		2	39	75.25
		3	39	74.46
50	200	1	191	69.83
		2	81	51.2
		3	86	52.11
20	80	1	365	32.75
		2	365	32.96
		3	365	33.72
Position Nord				
100	400	1	50	73.85
		2	50	74.0
		3	50	74.43
50	200	1	106	50.58
		2	112	51.34
		3	106	50.62
20	80	1	275	29.95
		2	282	29.77
		3	275	29.75

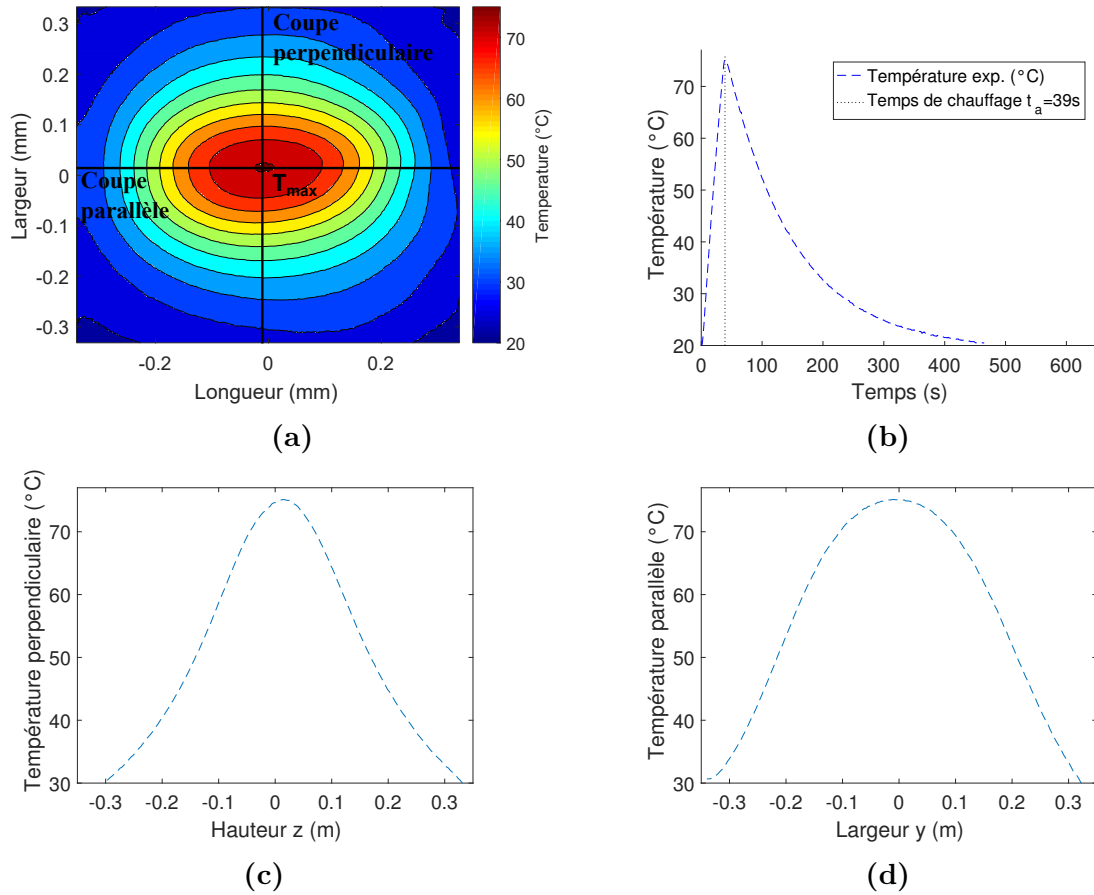


Figure 3.17 – Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré en position Est et à 100% de puissance (400V) (Essai 1). (a) Champ thermique sur la face arrière de la plaque après 39s de chauffage montrant les coupes perpendiculaire et parallèle à la lampe passant par le point de température maximale. (b) Température en fonction du temps au point T_{max} , (c) Profil de température vertical en fonction de la hauteur z , (d) Profil de température horizontal en fonction de la largeur ($t = 39s$)

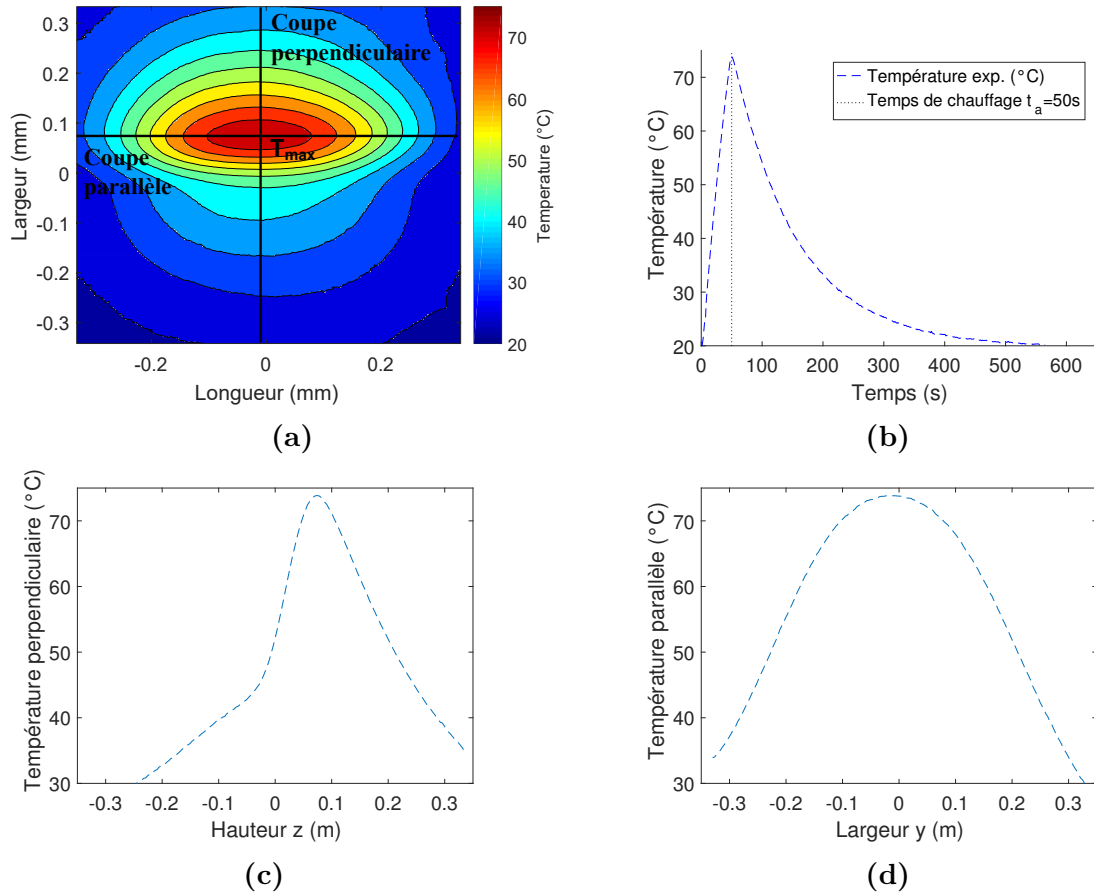


Figure 3.18 – Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré en position Nord et à 100% de puissance (400V) (Essai 1). (a) Champ thermique sur la face arrière de la plaque après 50s de chauffage montrant les coupes perpendiculaire et parallèle à la lampe passant par le point de température maximale. (b) Température en fonction du temps au point T_{max} , (c) Profil de température vertical en fonction de la hauteur, (d) Profil de température horizontal en fonction de la largeur ($t = 50s$)

3.6.3.3 Tests préliminaires

Avant de pouvoir déterminer le nombre de zones nécessaires pour donner la meilleure modélisation de la lampe à réflecteur, il est d'abord nécessaire de choisir les configurations de lampes à utiliser dans le sous-programme d'optimisation (voir Section 3.6.1) et le rayon du cylindre équivalent donnant la meilleure prédiction.

Configurations d'optimisation La position Est est essentielle à la modélisation, car c'est la position qui représente le chauffage du produit dans le four de la ligne d'imprégnation. Le chauffage Nord est également importante car il permet de mettre toutes les zones de chauffage de la lampe dans une position où elles sont vues par la plaque. L'utilisation de Matlab® dans la routine d'optimisation permet l'utilisation d'une seule position lors de l'optimisation ou bien de deux positions simultanément. Cependant, l'utilisation de deux positions a un coût de temps de calcul non négligeable. Afin de comparer l'effet de la position de la lampe sur le résultat d'optimisation, une première analyse a été réalisée en maintenant le rayon du tube et le nombre de zones constants. La Table 3.11 regroupe l'écart modèle/mesure, appelé résidu dans la suite, calculé dans le cas d'une optimisation avec chaque position. Lorsque une seule position est utilisée, le résidu est faible, mais les mêmes coefficients appliqués à l'autre position donnent un résidu très élevée. L'utilisation de deux positions permet d'obtenir un compromis : le résidu de chaque position est légèrement plus élevée que celle obtenue pour la position seule, mais le résidu des positions combinées est beaucoup plus faible. La minimisation du résidu dans le cas de l'utilisation de deux positions est telle qu'il contrebalance l'augmentation de temps, il sera donc utilisé dans la suite.

Table 3.11 – Écart modèle/mesure calculé pour chaque position, en fonction de la position utilisée lors de l'optimisation pour déterminer les coefficients de pondération

Configuration d'optimisation	Res_E	Res_N	Res_{GR}
Position Est	164.35	33.16	167.66
Position Nord	17.53	159.84	160.80
Positions Est et Nord	20.98	43.1	47.93

Rayon du cylindre équivalent Le deuxième paramètre qui a été étudié est le rayon de la lampe. Deux possibilités existent : l'utilisation du rayon équivalent du filament de tungstène r ou le rayon du tube en quartz R . Le nombre de zones a été fixé et le résidu pour chaque position calculée en fonction du rayon appliqué (Table 3.12). L'écart reste faible entre ces deux modèles, l'utilisation du rayon du tube en quartz donne cependant le résidu le plus faible. Ceci semble pertinent puisque la redistribution du rayonnement s'effectue au niveau du tube en quartz et non au niveau du filament.

Table 3.12 – Écart modèle/mesure calculé pour chaque position, en fonction du rayon du cylindre équivalent

Rayon	Res_E	Res_N	Res_{GR}
r	21.16	44.75	49.5
R	20.98	43.1	47.93

3.6.3.4 Résultats d'optimisation

Le rayon du cylindre et les positions d'optimisations étant identifiés, l'étude du nombre de zones nécessaires à la modélisation est la prochaine et dernière étape pour définir la modélisation de la lampe à réflecteur intégré. La partie réflecteur de la lampe couvrant la moitié de la circonférence de la lampe, N sera un nombre pair, afin de ne pas avoir une zone qui représente à la fois la partie claire et la partie réflectrice.

La Figure 3.19 montre l'évolution du résidu globale Res_R et du résidu de chaque position Res_E et Res_N , en fonction du nombre de zones. Le résidu globale diminue avec l'augmentation du nombre de zones jusqu'à 6 zones. La diminution de Res_R continue, mais de façon peu marquée jusqu'à $N = 10$ et augmente de nouveau pour $N = 12$. Cette augmentation pourrait s'expliquer par les contraintes imposées par l'algorithme d'optimisation. En théorie, la modélisation à 12 zones devrait permettre à minima d'obtenir le même résidu que la modélisation à 6 zones avec deux zones de la modélisation à 12 zones égales à la valeur d'une zone de la modélisation à 6 zones ($N_{12,i} = N_{12,i+1} = N_{6,1}$ par exemples). Cependant, l'algorithme utilise des inégalités strictes imposant une décroissance stricte aux k_i , contrairement au modèle proposé par l'Équation 3.22 pour laquelle la décroissance des k_i n'est pas stricte. Ainsi le résidu obtenu avec 12 zones sera inférieur au résidu obtenu pour 6 zones, uniquement si une modélisation avec 12 zones présente une amélioration par rapport à 6 zones.

La différence observé entre $N=6, 8$ et 10 étant très faible pour le résidu global, l'étude des écarts obtenus sur chaque position peut être détaillée. Lorsque le nombre de zones augmente le résidu de la position nord diminue alors que le résidu de la position Est est minimale pour $N=6$. Cette dernière position étant celle utilisée dans l'application industrielle, la minimisation de son résidu est à privilégier. Aussi, la modélisation de la lampe à réflecteur a été faite avec $N = 6$ zones.

La figure 3.20 permet de comparer les résultats numériques aux données expérimentales obtenues lors de l'optimisation. Les figures 3.20a et 3.20b montrent les profils de température perpendiculaire et parallèle à la lampe. Un très bon accord entre les résultats numériques et expérimentaux peut être observé. Le profil de température numérique est légèrement décalé vers le haut par rapport au modèle numérique. Cette différence pourrait venir de plusieurs éléments du modèle numérique qui diffèrent des conditions expérimentales, par exemple :

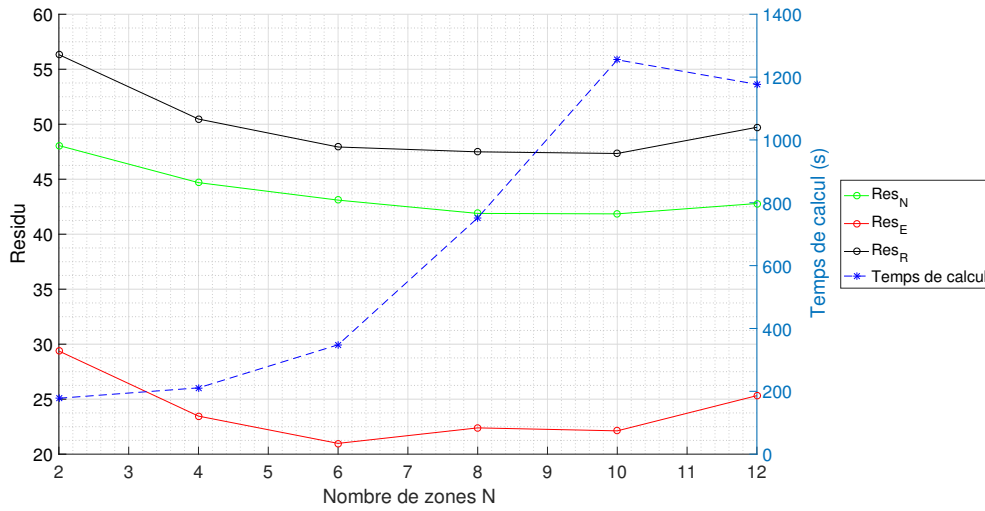


Figure 3.19 – Évolution de l'écart modèle/mesure sur le profil perpendiculaire en fonction du nombre de zones N du modèle lampe à réflecteur intégré.

- **Convection** : Le modèle établi pour la convection naturelle dans ce problème permet la modélisation de la partie haute de la plaque et a été obtenu sur la partie haute du profil vertical en tenant compte d'une température maximale atteinte dans la plaque à un instant t donnée. En réalité, ce coefficient d'échange pourrait également dépendre d'autres facteurs tel que la température de l'air ambiante et la vitesse de chauffage. Un aspect temporel pourrait également exister, puisque les essais ont été réalisés en régime transitoire.
- **Plaque ABS-N** : Dans le modèle numérique, la plaque est parfaitement plane, alors qu'en pratique, elle est légèrement bombée en plusieurs endroits. L'impact de ce défaut sur des calculs de transferts thermiques a été étudié dans les travaux de Baumard [8]. Il a montré que l'affaissement de la plaque provoque une augmentation de la température au point chaud, par rapport aux simulations avec une plaque plane et une diminution de la température dans les coins. Ce défaut pourrait expliquer les écarts observés avec le profil parallèle.

Comme le montre le calcul du résidu, la prédiction de la température dans la position Nord est moins précise que dans la position Est. En effet, sur le profil vertical en configuration Nord, au-dessus de $z = -0.015$ (limite du modèle convectif), un écart prononcé entre les deux profils peut être observé. Le modèle numérique ne réussit pas à reproduire le pic de température mesuré expérimentalement. En effet, les problématiques évoquées ci-dessous sont amplifiées dans le cas du chauffage en position Nord car la zone de chauffage est plus concentrée et le gradient de température dans la hauteur plus complexe.

Pour terminer, les valeurs des coefficients du modèle sont données dans la Table 3.13. Lors de l'optimisation, les coefficients k_i sont obtenus avec dix chiffres significatifs. Cependant la convergence du résidu a lieu à partir de deux chiffres significatifs donc les coefficients ont été simplifiés. Ces coefficients montrent une émission homogène

sur la partie claire, supérieure à celle d'une lampe claire, une émission inférieure à celle de la lampe claire sur la première zone de la partie réfléchrice k_4 , et une émission nulle sur la face arrière.

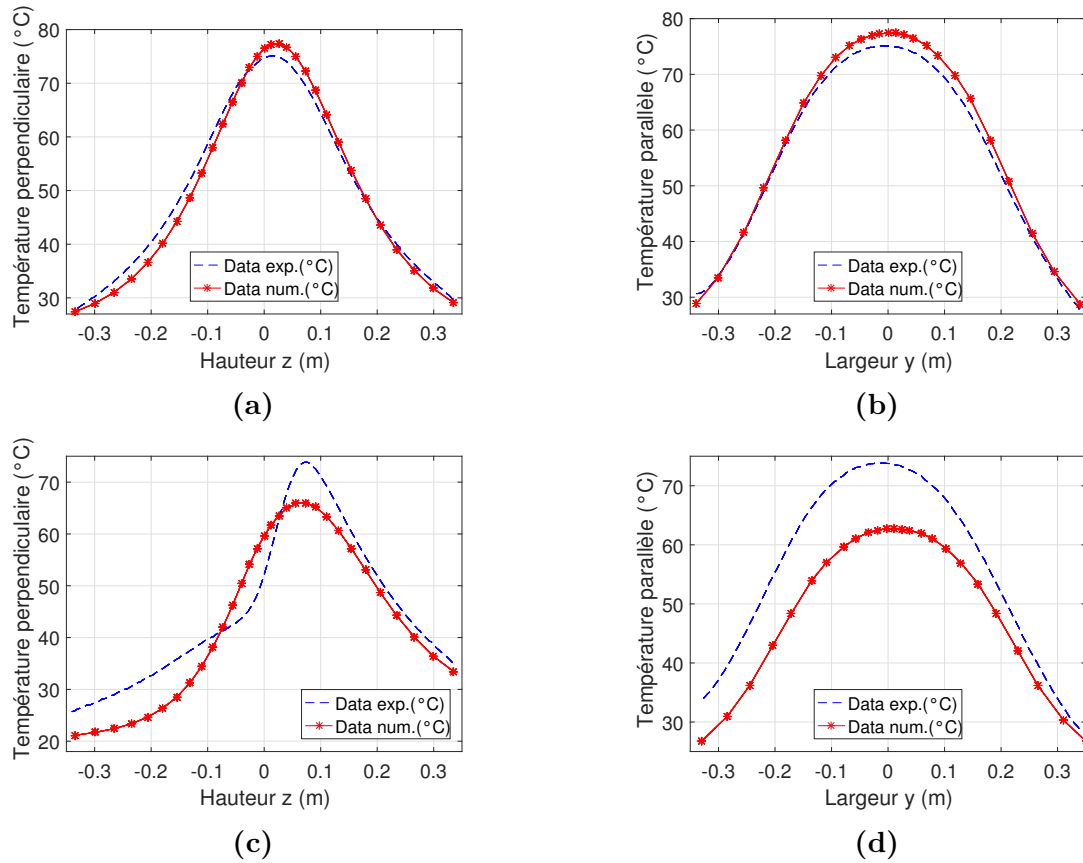


Figure 3.20 – Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré à 100% de puissance. Comparaison entre données numériques et expérimentales. Est (a) Profil de température vertical, (b) Profil de température horizontal. Nord (c) Profil de température vertical, (d) Profil de température horizontal

Table 3.13 – Coefficients de la fonction de pondération du modèle de la lampe à réflecteur intégré pour $N=6$

	k_1	k_2	k_3	k_4	k_5	k_6
Valeur	1.74	1.74	1.74	0.78	0	0

3.6.3.5 Application à d'autres puissances

La fonction de pondération ainsi définie, elle a été appliquée aux autres cas (Table 3.10) dans un calcul direct afin de valider son utilisation à toutes les puissances d'utilisation de la lampe à réflecteur intégré. La Figure 3.21 présente le résidu moyen pour chaque puissance étudiée. Pour les deux puissances, une augmentation du résidu peut être observée.

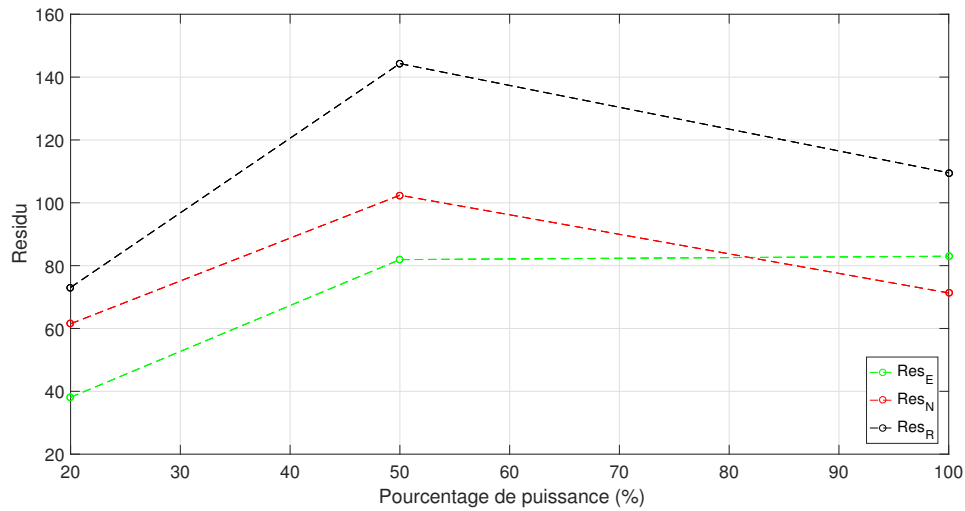
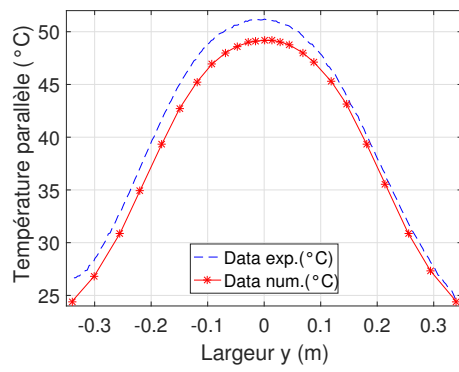


Figure 3.21 – Écart entre la température numérique et expérimentale par calcul direct avec le modèle de lampe à réflecteur

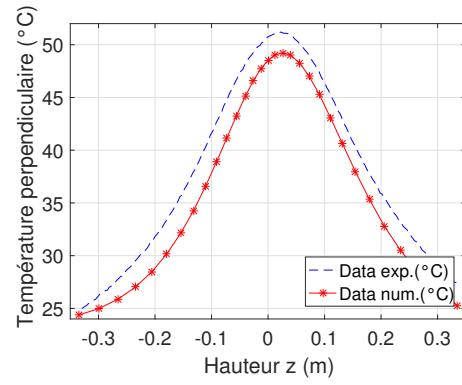
En regardant de plus près les profils de température à 50% de puissance sur la Figure 3.22 et à 20% de puissance sur la Figure 3.23, la température calculée est sous-estimée dans tous les cas par rapport aux températures mesurées. L'origine de cet écart peut être attribuée à différents facteurs :

- Dépendance en température des propriétés optiques du réflecteur,
- Le modèle convectif dans le cas de la lampe à réflecteur sur-estime les échanges convectifs à la paroi. Ceci est particulièrement vrai pour les expériences effectuées à 20% de puissance, car un modèle convectif dédié n'a pas pu être déterminé.
- Erreur sur la température du filament.

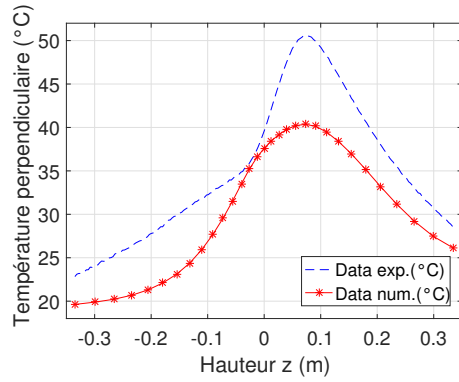
Cependant, l'écart de température maximal entre les données numériques et expérimentales est de 3°C pour la configuration Est et de 5°C pour la configuration Nord, cet écart reste acceptable et le modèle de la lampe à réflecteur intégré établi pour 100% de puissance pourra être utilisé pour l'ensemble de puissances de la lampe.



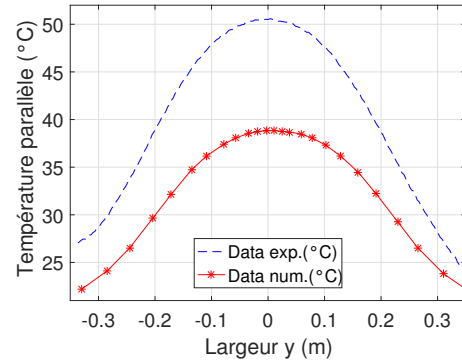
(a)



(b)

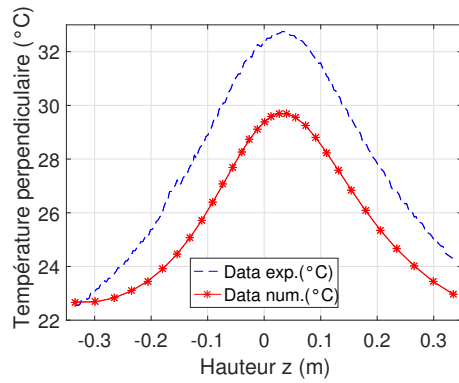


(c)

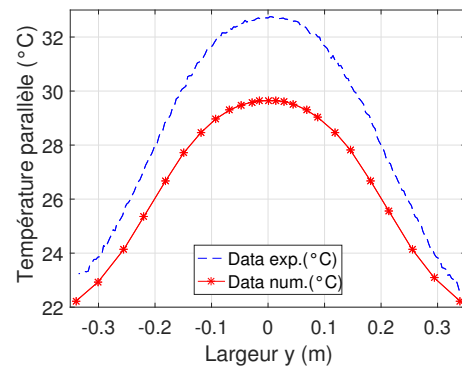


(d)

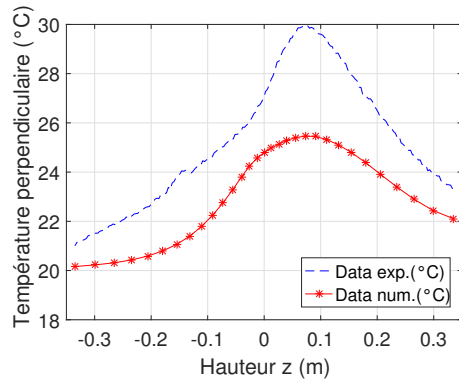
Figure 3.22 – Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré à 50% de puissance. Comparaison entre données numériques et expérimentales. Est (a) Profil de température vertical, (b) Profil de température horizontal. Nord (c) Profil de température vertical, (d) Profil de température horizontal



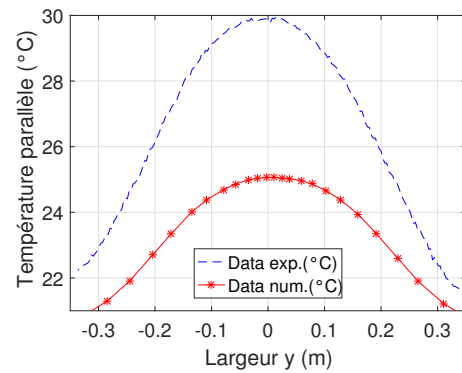
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 3.23 – Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré à 20% de puissance. Comparaison entre données numériques et expérimentales. Est (a) Coupe perpendiculaire, (b) Coupe parallèle. Nord (c) Coupe perpendiculaire, (d) Coupe parallèle

3.7 Conclusion partielle

Une modélisation des lampes IR de la ligne d'imprégnation est proposée dans ce chapitre. Basée sur une adaptation du modèle existant pour les lampes claires, la modélisation des lampes à réflecteur intégré permet de conserver la puissance émise par le filament de tungstène, tout en effectuant une distribution spatiale représentative de l'effet du réflecteur céramique.

Une approche par identification inverse couplant les mesures expérimentales à un module d'optimisation a été mise en place. Les données expérimentales sont issues de mesures réalisées sur un banc de mesure composé d'une lampe IR, d'une plaque d'ABS-N et d'une caméra IR. L'identification numérique des paramètres de distribution de l'émission des lampes a été réalisée en couplant Matlab® et COMSOL Multiphysics®. Pour mener à bien cette identification, les échanges convectifs ont été modélisés. Un modèle phénoménologique a été établi pour prendre en compte la convection naturelle induite par le chauffage de la plaque par la lampe. Ce modèle est adapté pour chaque configuration de chauffage (lampe/position) et tient compte de la température maximale atteinte par la plaque au cours du chauffage.

Enfin, les paramètres du modèle ont été déterminés. La température en fonction de la tension d'alimentation a été déterminée grâce à l'utilisation d'une lampe claire. Ensuite, le nombre de zones utilisées dans la fonction de pondération permettant la redistribution spatiale du rayonnement, et la valeur des coefficients de celle-ci ont été déterminés en utilisant la lampe à réflecteur intégré.

Le modèle de la lampe IR avec réflecteur intégré peut être résumé par les éléments ci-dessous :

- **Rayon du cylindre équivalent** : Rayon du tube de quartz R
- **Longueur du cylindre équivalent** : Longueur utile du filament
- **Température du filament** : Fonction de la tension (Figure 3.15)
- **Nombre de zones** : $N = 6$
- **Coefficients de la fonction de pondération** : Table 3.13

La connaissance de la température de fonctionnement des lampes IR permet de définir le domaine spectral de rayonnement IR dans lequel elles sont utilisées. A partir de la loi de Wien, il vient $\lambda_{four} = [0.58; 10.6]\mu\text{m}$. Dans le chapitre suivant, la modélisation globale du four IR, dans laquelle la modélisation des lampes établie dans ce chapitre est implémentée, sera présentée.

CHAPITRE 4

Modélisation du four IR

4.1	Introduction	92
4.2	Propriétés optiques des composants du four	92
4.2.1	Spectroscopie IRTF	92
4.2.2	Emissivité spectrale et totale	94
4.2.3	Réflecteurs céramiques	94
4.2.4	Plaque PEI	96
4.2.5	Plaques protectrices en verre	99
4.3	Influence de la plaque protectrice en verre sur le rayonnement de la lampe	103
4.3.1	Problématique	103
4.3.2	Montage expérimental et conditions d'essai	103
4.3.3	Résultats	104
4.3.4	Modélisation de la plaque protectrice	107
4.4	Modélisation d'un module chauffant	109
4.4.1	Stratégie de modélisation	109
4.4.2	Échanges convectifs	109
4.4.2.1	Paramètres d'influence	109
4.4.2.2	Mode convectif	110
4.4.3	Modélisation COMSOL	111
4.4.3.1	Géométrie	111
4.4.3.2	Matériaux	111
4.4.3.3	Conditions aux limites	111
4.4.3.4	Maillage	113
4.5	Validation expérimentale	114
4.5.1	Configurations expérimentales	114
4.5.2	Influence de la puissance d'alimentation	115
4.5.3	Influence de la zone de chauffage	119
4.5.4	Chauffage à plusieurs zones	123
4.6	Conclusion partielle	127

4.1 Introduction

Ce chapitre présente la modélisation d'un module chauffant du four IR de la ligne d'imprégnation effectuées dans COMSOL[®]. Les propriétés optiques des différents composants du four sont tout d'abord exposées. L'influence des plaques de verres protectrices présentes dans le four est ensuite analysée. Les étapes de modélisation du module de four alors détaillées, et les résultats du modèle sont confrontés aux résultats expérimentaux de chauffage de la plaque instrumentée de PEI.

4.2 Propriétés optiques des composants du four

Dans cette partie les propriétés optiques des réflecteurs en céramique du four, des plaques de verre protectrices et de la plaque instrumentée de PEI sont présentées. Dans un premier temps, le moyen expérimental et les configurations utilisées pour déterminer les propriétés optiques sont présentés ainsi que le traitement des données issues de ces essais. Pour finir, les résultats pour chaque matériau sont discutés.

4.2.1 Spectroscopie IRTF

Le spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) (Brukers Optics, Vertex 70) est le moyen expérimental utilisé dans ces travaux pour déterminer la transmissivité τ_λ et la réflectance ρ_λ du matériau. Pour l'ensemble des matériaux les mesures sont effectuées dans le proche IR (détecteur InGaAs) et dans le moyen IR (détecteur DLATGS). De plus, l'ensemble des mesures ont été effectuées à température ambiante.

La Figure 4.1 montre deux configurations de mesures possibles avec un spectromètre IRTF :

- **Transmission normale-normale spectrale** (Figure 4.1a). Un flux radiatif Φ_λ^i est envoyé sur un échantillon, le rayonnement transmis par l'échantillon Φ_λ^t est récupéré par un détecteur. Ces deux flux se propagent perpendiculairement à l'échantillon et leur rapport définit le facteur de transmission ou transmission apparente T_λ (Équation 4.1).

$$T_\lambda = \frac{\Phi_\lambda^t}{\Phi_\lambda^i} \quad (4.1)$$

- **Réflexion normale-hémisphérique spectrale** (Figure 4.1b). Un flux radiatif Φ_λ^i est envoyé sur un échantillon, perpendiculairement à celui-ci. Une partie de ce rayonnement est réfléchi Φ_λ^r à la surface de l'échantillon vers l'intérieur de la sphère. Après un certain nombre de réflexions à l'intérieur de celle-ci, l'ensemble du rayonnement réfléchi est reçu par le détecteur. Le rapport de ces flux définit le facteur de réflexion ou réflexion apparente R_λ (Équation 4.1).

$$R_\lambda = \frac{\Phi_\lambda^r}{\Phi_\lambda^i} \quad (4.2)$$

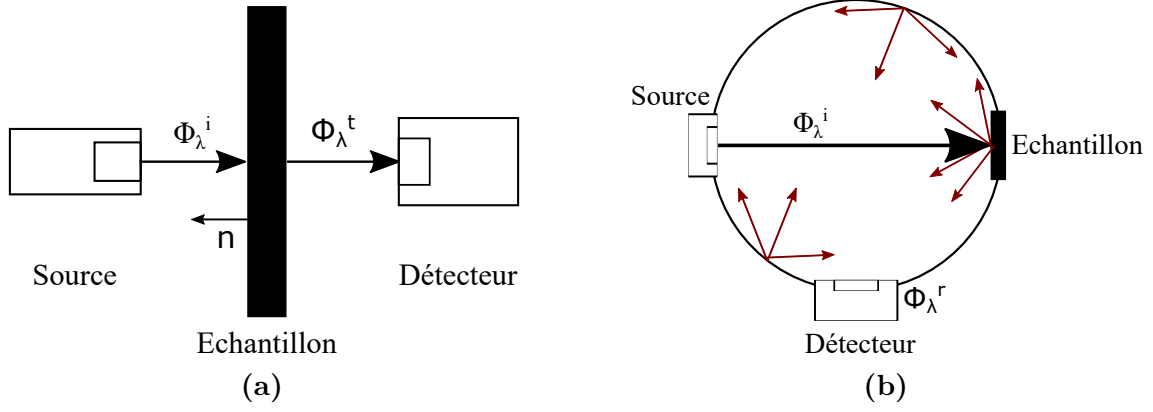


Figure 4.1 – Spectromètre IRTF : Configurations de mesures (a) Mesure de transmission normale-normale, (b) Mesure de la réflexion normale-hémisphérique

Le lien entre les facteurs de transmission/réflexion et les coefficients de transmissivité et de réflectance est donné par l'équation 4.3 [50].

$$\begin{cases} T_\lambda = \frac{(1 - \rho_\lambda)^2 \tau_\lambda}{1 - (\rho_\lambda \tau_\lambda)^2} \\ R_\lambda = \rho_\lambda \left[1 + \tau_\lambda^2 \frac{(1 - \rho_\lambda)^2 \tau_\lambda^2}{1 - (\rho_\lambda \tau_\lambda)^2} \right] \end{cases} \quad (4.3)$$

Dans le cas où le matériau est opaque ($\tau_\lambda = 0$) la relation se réduit à l'équation 4.4.

$$\begin{cases} T_\lambda = 0 \\ R_\lambda = \rho_\lambda \end{cases} \quad (4.4)$$

La résolution numérique des équations 4.3 est basée sur une approche par méthode inverse [7]. Les coefficients τ_λ et ρ_λ sont identifiés avec un algorithme SQP (optimisation quadratique successive). Le système donné par l'équation 4.5 est résolu avec la fonction *fmincon* dans Matlab®.

$$\begin{cases} x_0 &= [\tau_0, \rho_0] \\ 1 &\geq \tau_\lambda + \rho_\lambda \\ 0 &\leq \tau_\lambda, \rho_\lambda \leq 1 \\ T_\lambda &= \frac{(1 - \rho_\lambda)^2 \tau_\lambda^2}{1 - (\rho_\lambda \tau_\lambda)^2} \\ R_\lambda &= \rho_\lambda \left[1 + \tau_\lambda^2 \frac{(1 - \rho_\lambda)^2 \tau_\lambda}{1 - (\rho_\lambda \tau_\lambda)^2} \right] \end{cases} \quad (4.5)$$

La double fonction objectif *Res* utilisée est donnée par l'équation 4.6 :

$$Res = \left| \frac{T_{\lambda,exp} - T_{\lambda,num}}{T_{\lambda,exp}} \right| + \left| \frac{R_{\lambda,exp} - R_{\lambda,num}}{R_{\lambda,exp}} \right| \quad (4.6)$$

Avec $T_{\lambda,exp}$ et $R_{\lambda,exp}$ les facteurs de transmission et réflexion mesurés. $T_{\lambda,num}$ et $R_{\lambda,num}$ sont les estimations des facteurs de transmission et de réflexion à chaque itération.

4.2.2 Emissivité spectrale et totale

Pour la modélisation du four IR, la connaissance de l'émissivité de chaque matériau est nécessaire. Le calcul de la réflectance ρ_λ et de la transmission τ_λ a tout d'abord été réalisé afin de calculer l'absorption α_λ du matériaux à partir de la première loi de Kirchhoff à l'équilibre thermodynamique (Equation 4.7).

$$\begin{cases} \alpha_\lambda = 1 - \rho_\lambda - \tau_\lambda & \text{Matériau semi-transparent} \\ \alpha_\lambda = 1 - \rho_\lambda & \text{Matériau opaque} \end{cases} \quad (4.7)$$

L'émissivité spectrale ε_λ est alors obtenue à partir de la deuxième loi de Kirchhoff ($\varepsilon_\lambda = \alpha_\lambda$).

Pour effectuer la modélisation du four, le module "Transfert de chaleur avec échanges radiatifs entre surfaces" de COMSOL® a été utilisé. Il ne permet pas de prendre en compte une dépendance spectrale du rayonnement. Il est alors nécessaire de calculer l'émissivité totale (ou intégrée) ε de chaque matériau (Equation 4.8).

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_{0.9}^{20} \varepsilon_\lambda M_\lambda^0(T) d\lambda}{\int_{0.9}^{20} M_\lambda^0(T) d\lambda} \quad (4.8)$$

Avec $M_\lambda^0(T)$ l'émittance d'un corps noir [W m^{-2}] de température T [K].

Lors du chauffage IR dans le four, l'élément prépondérant est l'absorption de l'énergie provenant des lampes par les différents éléments. Dans le chapitre précédent, il a été établi que la température des lampes IR à réflecteur intégré varie sur la plage [1400; 2450]K en fonction de la puissance choisie par l'utilisateur. La dépendance en température de l'émissivité intégrée (absorptivité intégrée) a donc été prise en compte dans notre modèle.

4.2.3 Réflecteurs céramiques

De nombreux réflecteurs sont présents dans le four IR (voir Figures 1.1 et 1.2). Leur but est de rediriger le rayonnement vers l'intérieur du four réduisant ainsi les pertes d'énergie vers l'extérieur.

Les réflecteurs étant opaques, seule la mesure de la réflectance spectrale ρ_λ est nécessaire pour définir le comportement du matériau. La Figure 4.2 montre cette mesure en fonction de la longueur d'onde λ . Une forte diminution de la réflectance peut être observée entre 0.9 μm et 6 μm . En effet, pour les longueurs d'onde dans le proche IR, les réflecteurs réfléchissent entre 75% et 80% du rayonnement. Dans le moyen IR une baisse de la réflectivité spectrale peut être observée, au-delà de 6 μm le matériau est très peu réfléchissant et absorbe la majorité du rayonnement.

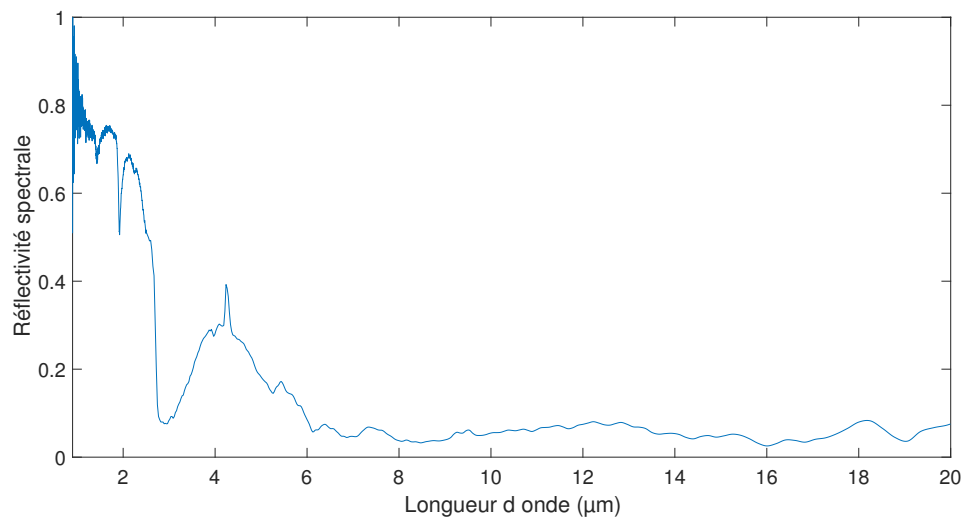


Figure 4.2 – Réflectance spectrale des réflecteurs céramiques du four IR de la ligne d'imprégnation en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident

La Figure 4.3 montre la réflectivité et l'émissivité totale des réflecteurs en fonction de la température de la source. Ces courbes montrent que l'efficacité des réflecteurs augmente avec la température des lampes. En effet, plus un corps est chaud plus sa longueur d'onde d'émission maximale est décalée vers les faibles longueurs d'ondes (voir Figure 2.3). Ce sont alors les propriétés réflectives de ce domaine spectral qui sont prépondérantes.

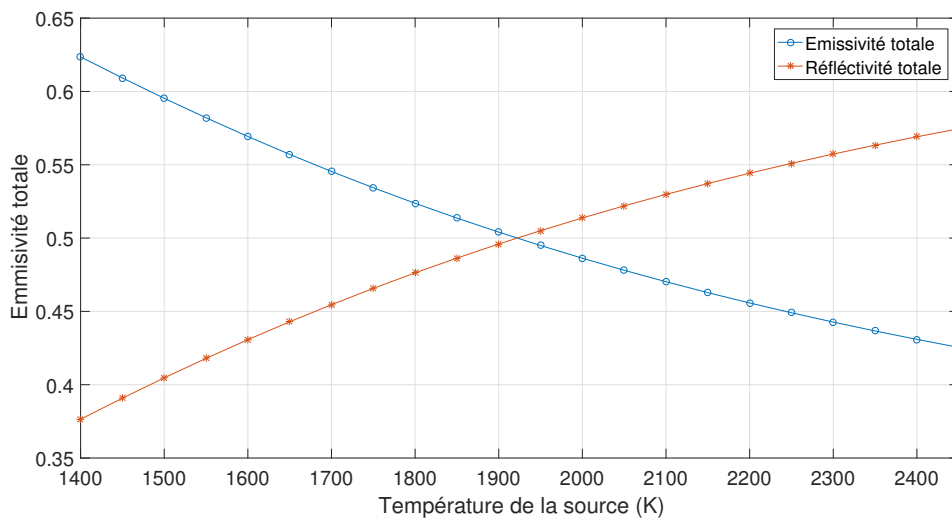


Figure 4.3 – Emissivité et réflectivité totale des réflecteurs céramiques en fonction de la température des lampes IR

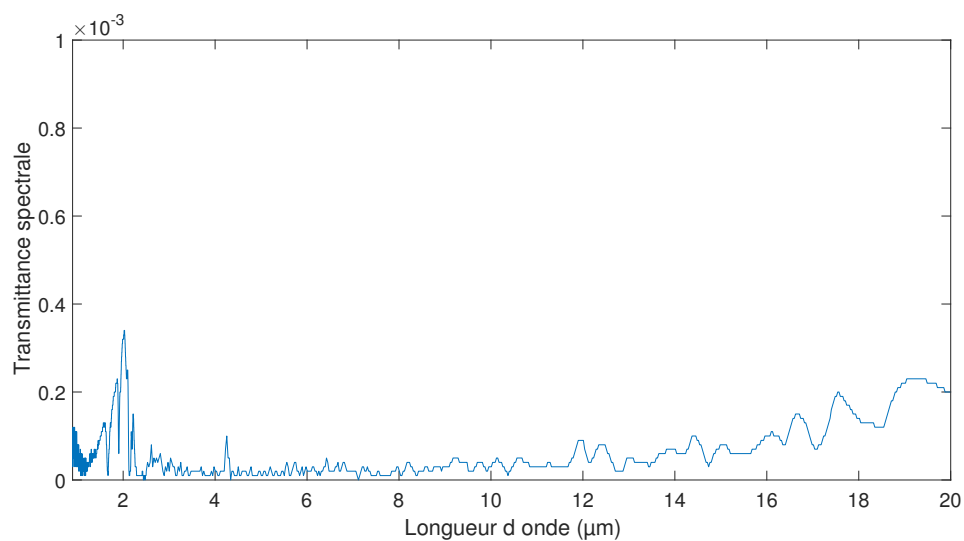
4.2.4 Plaque PEI

La plaque instrumentée de PEI est un matériau de référence qui sert, d'une part à illustrer le fonctionnement du four (voir Chapitre 1), et d'autre part à valider la modélisation de celui-ci. En effet, de part sa position statique et ses propriétés thermo-physiques connues, l'utilisation de cette plaque instrumentée permet de s'affranchir, dans un premier temps, des difficultés de modélisation du pré-imprégné liées aux changements de phases et à l'évolution de sa microstructure au cours du chauffage.

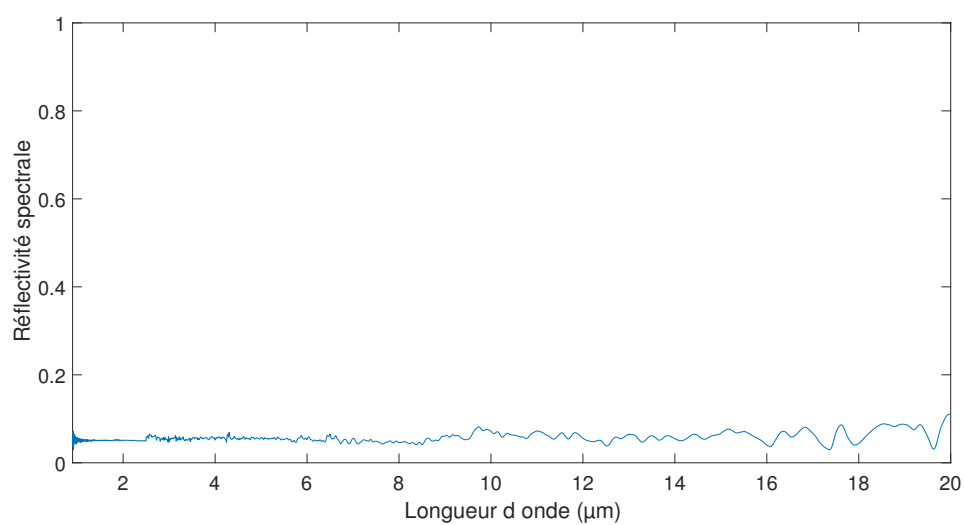
Pour faciliter sa modélisation, la plaque a été peinte avec une peinture noire habituellement utilisée pour faire des mouchetis afin de la rendre opaque au rayonnement et peu réfléchissante. Après peinture de la plaque de PEI, les propriétés optiques ont été mesurées. La Figure 4.4a montre les valeurs de la transmission normale spectrale τ_λ mesurée dans les domaines du proche et du moyen infrarouge. Cette valeur est très faible ($\tau_\lambda < 0.04\%$) sur l'ensemble de la plage mesurée. La plaque a pu donc être considérée comme opaque au rayonnement IR.

La Figure 4.4b montre la réflectance hémisphérique spectrale en fonction de la longueur d'onde. Ces mesures confirment la faible réflectivité de la peinture vis-à-vis du rayonnement. En effet, sur l'ensemble du spectre étudié la réflectance est inférieure 0.1 et reste relativement constante.

La Figure 4.5 montre l'évolution de l'émissivité totale en fonction de la température de la source. L'évolution est très faible sur l'ensemble du spectre. De ce fait, la dépendance en température de la plaque peut être négligée dans la modélisation et la valeur moyenne $\varepsilon = 0.947$ a pu être utilisée. Cette valeur est très élevée, proche de celle d'un corps noir, et la plaque absorbait donc la majorité du rayonnement incident quelle que soit la température des lampes IR.



(a)



(b)

Figure 4.4 – Propriétés optiques de la plaque instrumentée PEI (a) Transmission normale spectrale, (b) Réflectivité hémisphérique spectrale

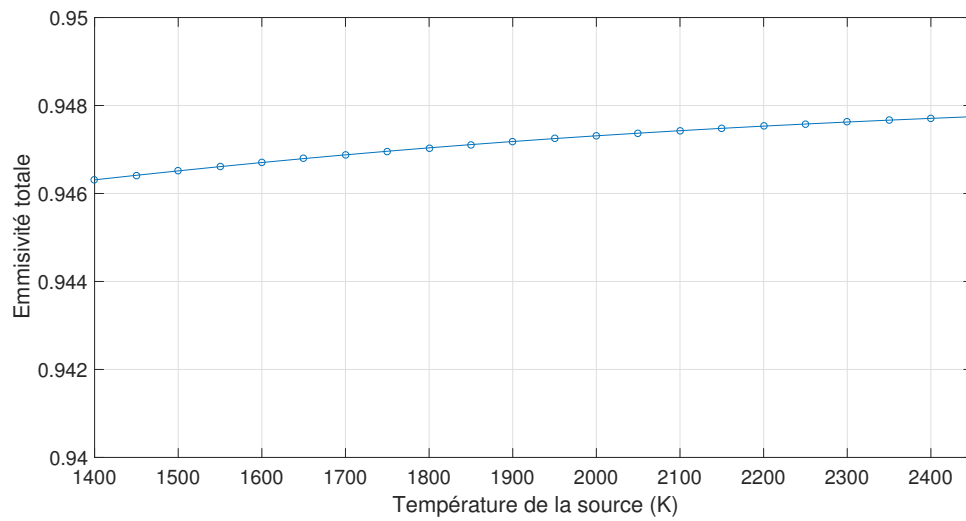


Figure 4.5 – Emissivité totale ε de la plaque instrumentée de PEI en fonction de la température T de la source

4.2.5 Plaques protectrices en verre

Dans le four IR, des plaques en verre sont positionnées entre les lampes et le produit à chauffer. Les plaques utilisées ont une épaisseur de 3mm. Leur but est de protéger les lampes du produit, notamment des fibrilles de carbone qui peuvent générer des contacts électriques indésirables et endommager les lampes. Les facteurs de transmission et de réflexion sont présentés sur la Figure 4.6.

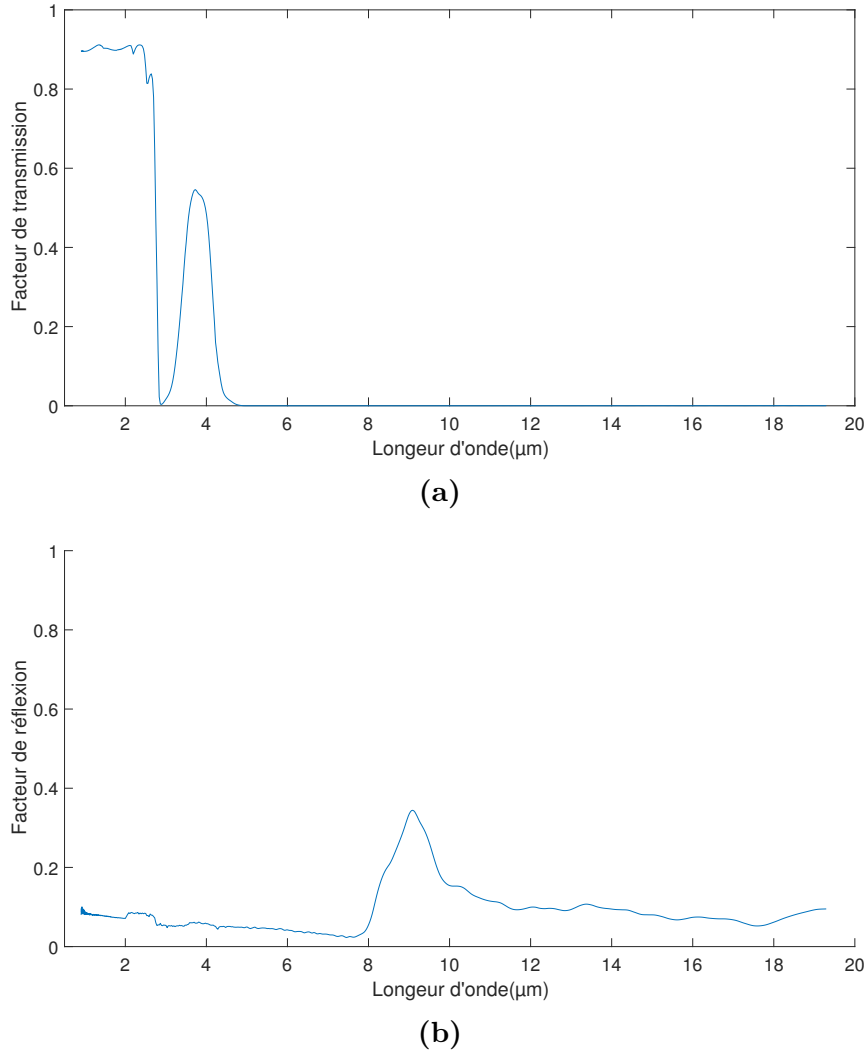


Figure 4.6 – (a)Facteur de transmission T_λ et (b) Facteur de réflexion R_λ , de la plaque protectrice de verre

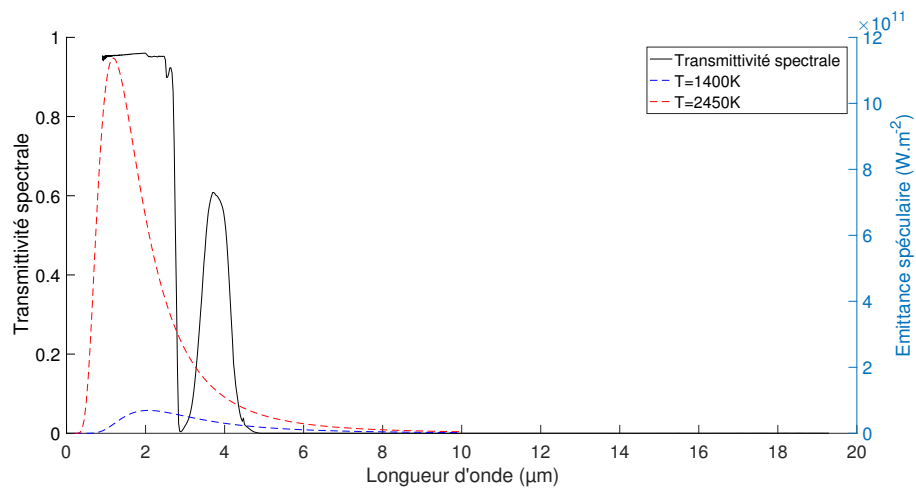
Pour être efficaces, ces plaques de verre doivent être transparentes dans la plage d'émission des lampes, c'est-à-dire $\lambda_{four} = [0.58; 10.6]\mu\text{m}$. Pour faciliter cette analyse, la Figure 4.7 regroupe les éléments suivants :

- L'émittance spectrale M_λ^0 d'un corps noir à 1400K et 2450K, les deux températures extrêmes de la lampe IR à réflecteur intégré,
- La transmittance spectrale τ_λ de la plaque de verre (Figure 4.7a),
- La réflectivité spectrale ρ_λ de la plaque de verre (Figure 4.7b),

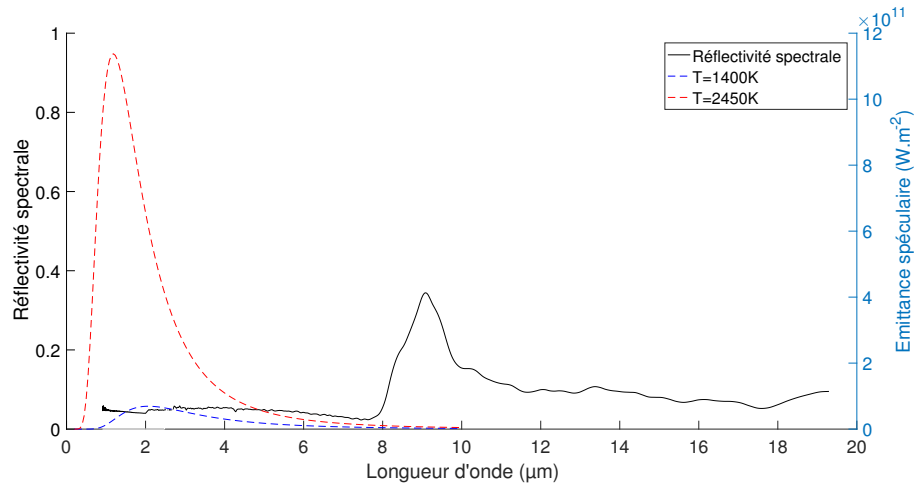
- L'absorption spectrale α_λ de la plaque de verre (Figure 4.7c).

Dans le proche IR, jusqu'à $2.5\mu\text{m}$, $\tau_\lambda \approx 0.95$ et le reste de l'énergie est réfléchi à la surface du verre. Ainsi, pour une utilisation à haute température des lampes, les verres permettent une bonne transmission du rayonnement. Cependant, à partir de $2.5\mu\text{m}$, l'absorption du verre augmente alors que la transmissivité chute jusqu'à devenir nulle pour des longueurs d'onde supérieures à $4.9\mu\text{m}$. L'efficacité du verre diminue donc avec la baisse de la température de la lampe IR, et l'utilisation des lampes IR à basse puissance, en présence des plaques de verre, n'est pas recommandé car cette configuration engendre des pertes énergétiques.

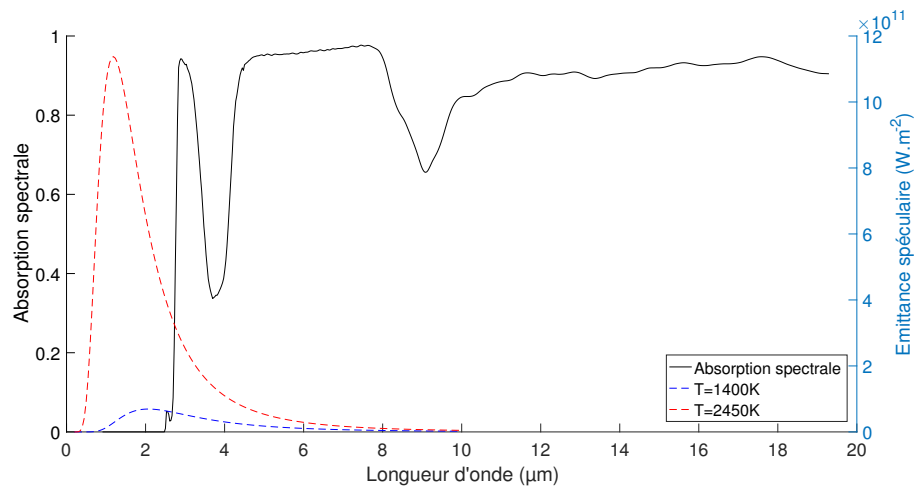
Le calcul de l'émissivité totale en fonction de la température (Figure 4.8) montre que sa valeur est très faible et qu'il y a très peu d'évolution en fonction de la température. De même que pour la plaque instrumentée, une valeur moyenne, indépendante de la température, peut être utilisée pour représenter l'émissivité de la plaque de verre : $\varepsilon = 0.0349$.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.7 – Propriétés optiques de la plaque protectrice de verre (a) Transmission normale spectrale, (b) Réflectivité hémisphérique spectrale (c) Absorption spectrale

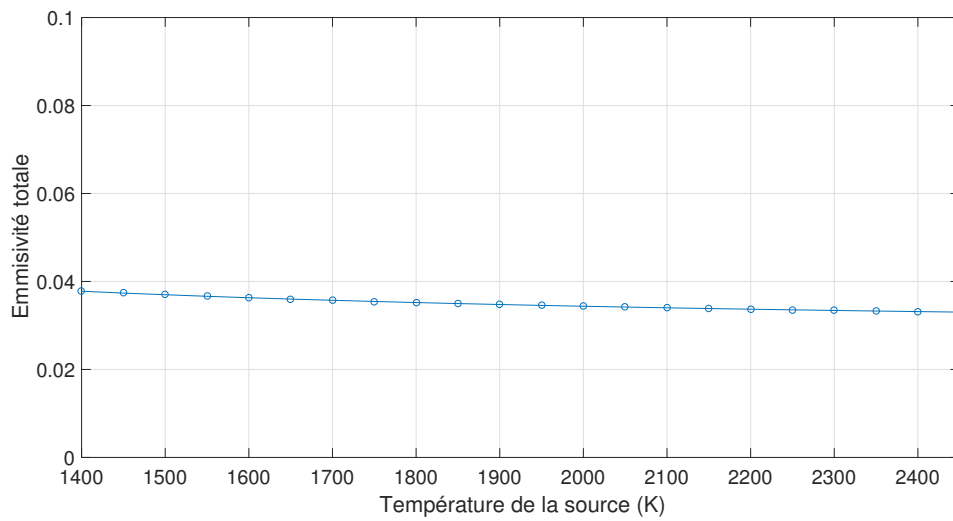


Figure 4.8 – Emissivité totale ε de la plaque de verre en fonction de la température de la source

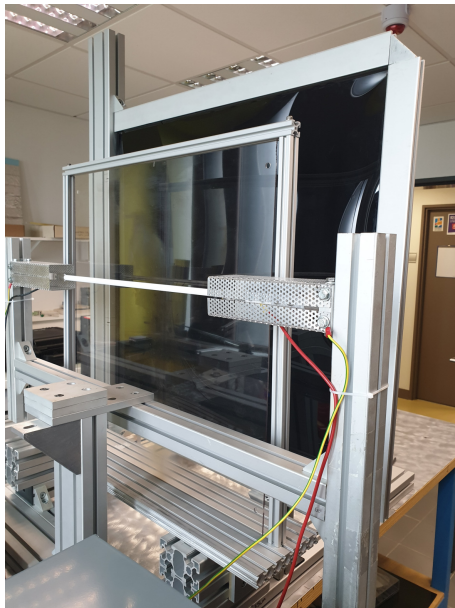
4.3 Influence de la plaque protectrice en verre sur le rayonnement de la lampe

4.3.1 Problématique

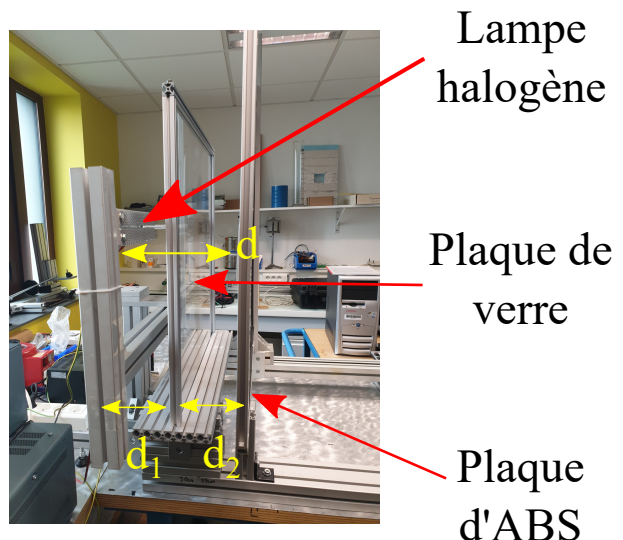
Comme évoqué précédemment, il n'est pas possible de prendre en compte une dépendance spectrale dans le module COMSOL[®] utilisé pour effectuer la modélisation du four. De plus, ce modèle ne permet pas une prise en compte des matériaux semi-transparents. L'effet des plaques de verre sur le chauffage à différentes températures a donc été évalué.

4.3.2 Montage expérimental et conditions d'essai

Afin d'évaluer l'effet de la plaque de verre sur le chauffage d'un échantillon, la plaque protectrice a été rajoutée au montage expérimental de caractérisation inverse utilisé pour caractériser les lampes IR (Figure 4.9). La distance entre la plaque d'ABS-N et la lampe d a été conservée afin de permettre la comparaison des essais avec ceux effectués sans la plaque de verre. La plaque de verre a été positionnée à une distance d_1 de la lampe et d_2 de la plaque d'ABS-N (Table 4.1). Les caractéristiques thermo-physiques et optiques de la plaque d'ABS-N ont été données dans la Table 3.4.



(a)



(b)

Figure 4.9 – Montage expérimental utilisé pour caractériser la plaque de verre protectrice

La lampe IR à réflecteur intégré a été utilisée en position Est (Figure 3.4c) afin de se rapprocher de la configuration de chauffage dans le four IR. Les essais de chauffage ont été réalisés en utilisant les mêmes trois puissances que celles utilisées pour les essais sans la plaque de verre en position Est : $P = [20, 50, 100]\%$.

Table 4.1 – Dimensions de la plaque de verre et positionnement des éléments

Propriété	Unité	Valeur
d	mm	180
d_1	mm	55
d_2	mm	125
Hauteur h de la plaque	cm	58
Largeur w de la plaque	cm	55
Épaisseur e de la plaque	mm	3

4.3.3 Résultats

L'ajout de la plaque de verre sur le montage expérimental pourrait modifier deux aspects de la distribution de température : la forme et l'intensité. La Figure 4.10 montre l'erreur relative entre la température mesurée sur la face arrière de la plaque pour un chauffage avec et sans le verre pour les configurations suivantes :

- 100% de puissance après 39s,
- 50% de puissance après 81s,
- 20% de puissance après 365s.

Pour chaque configuration, le chauffage avec la plaque de verre induit la même forme de distribution que lors du chauffage avec uniquement la lampe, c'est à dire un profil centré elliptique. Dans le cas d'un chauffage à 20% de puissance, l'erreur relative ne représente pas la forme de chauffage, cet écart provient d'un artefact de mesure présent dans la partie inférieure droite de la plaque.

La Figure 4.11 compare l'évolution de la température sur la face arrière de la plaque d'ABS-N. Pour les trois puissances de chauffage, la température est évaluée pour un chauffage sans la plaque de verre et avec la plaque de verre à différents instants. Ce problème présente deux axes de symétrie d'un point de vue géométrique : verticalement et horizontalement par rapport au centre de la lampe (pour l'utilisation d'une lampe claire). Cependant, le phénomène de convection, lié à la masse volumique du fluide, dépend de la hauteur considérée sur la plaque. Pour ces raisons, les observations ici sont réduites au profil perpendiculaire passant par le point chaud.

L'écart de température $\Delta T(t)$ entre les configurations avec et sans la plaque de verre augmente en fonction de la durée du chauffage. En effet, comme établi dans la section 4.2.5, la transmission de la plaque n'est pas totale. Cependant, il est intéressant de noter que le temps de séjour d'un produit dans le four, lorsque celui-ci est en configuration de production, varie entre 19s et 95s, avec une durée courante de 31s. D'après la Figure 4.11 les écarts suivants peuvent être observés :

- 100% : $\Delta T_{max}(30s) = 7^\circ\text{C}$
- 50% : $\Delta T_{max}(41s) = 4^\circ\text{C}$
- 20% : $\Delta T_{max}(92s) = 2^\circ\text{C}$

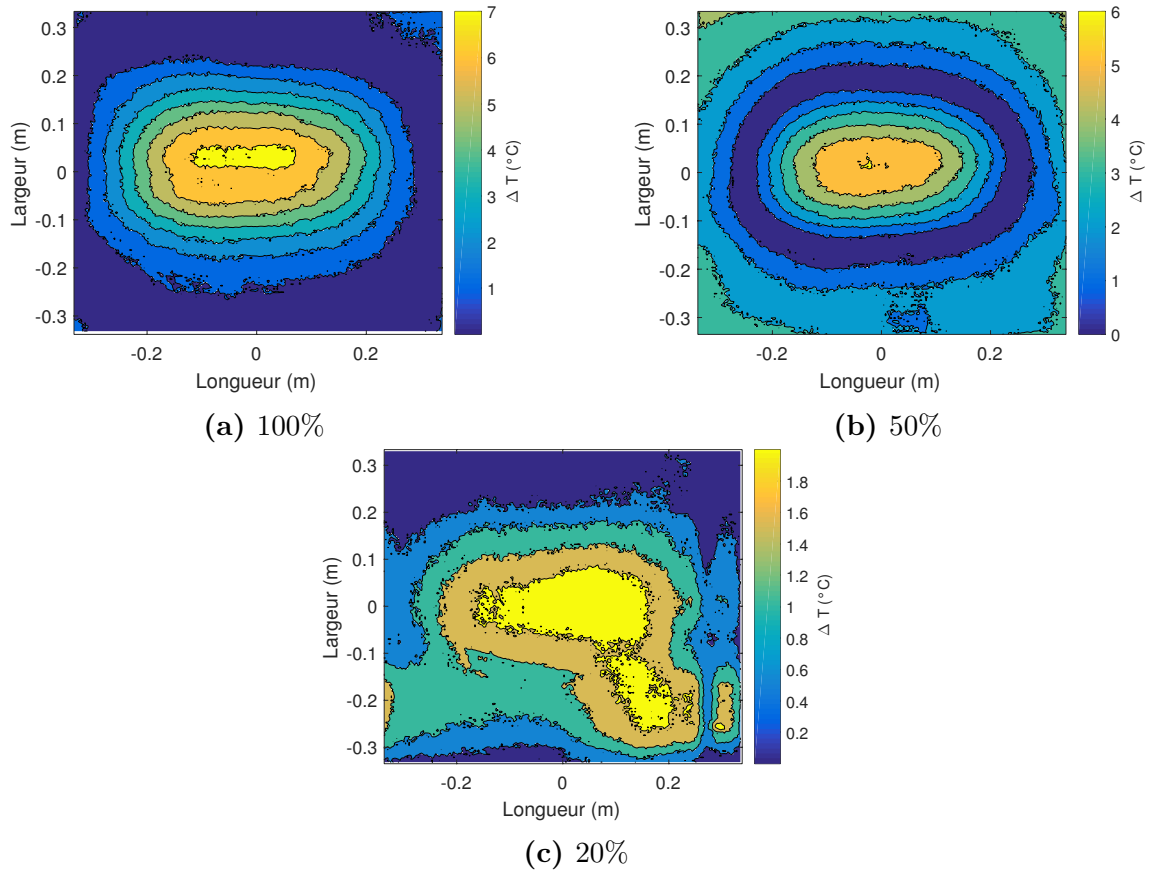
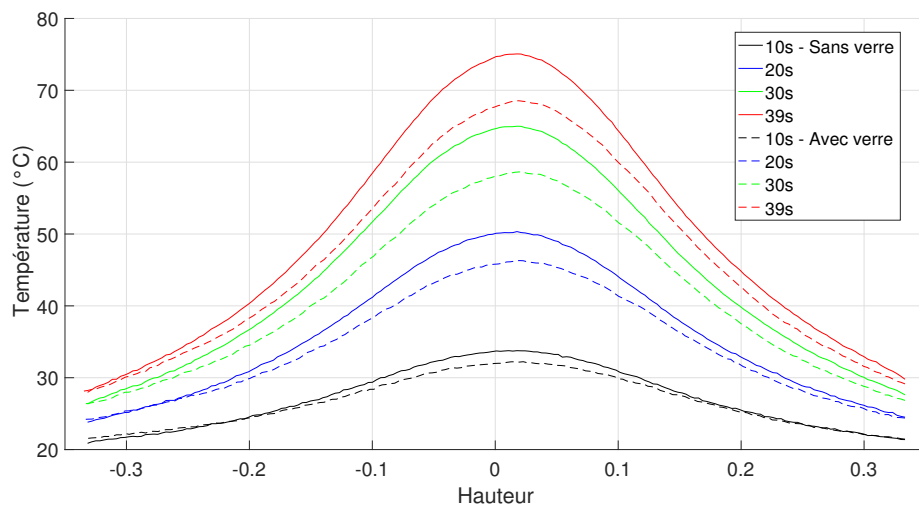
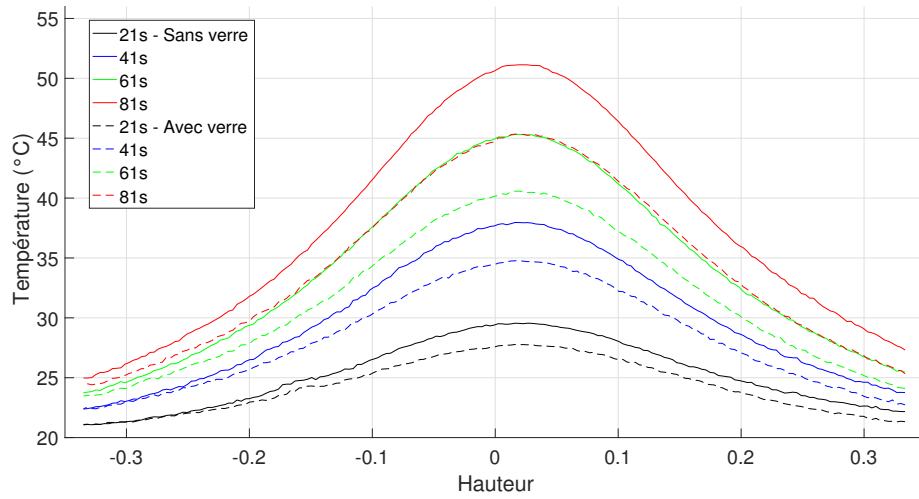


Figure 4.10 – Erreur relative entre la température mesurée sur la surface arrière de la plaque d'ABS-N pour des chauffages avec et sans la plaque de verre protectrice

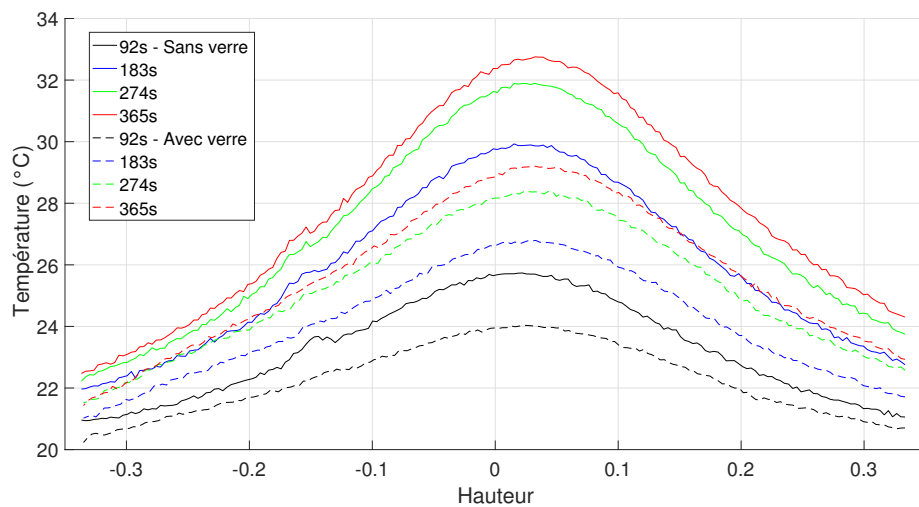
L'écart maximal de température augmente au cours du chauffage mais reste faible dans l'ensemble des cas. Cependant, dans le fonctionnement de la ligne d'imprégnation plusieurs lampes sont activées en même temps. Ce qui accentue l'écart de température mis en évidence lors des essais sur une lampe. L'effet de la propriété de transmission du verre doit donc être pris en compte dans le modèle du four IR.



(a) 100%



(b) 50%



(c) 20%

Figure 4.11 – Évolution de la température en fonction de la hauteur [m] sur la face arrière de la plaque (profil perpendiculaire), pour différentes puissances de lampe, avec et sans la plaque de verre protectrice

4.3.4 Modélisation de la plaque protectrice

La modélisation de la plaque de verre doit permettre de s'affranchir de la semi-transparence du matériau et de la dépendance spectrale. De ce fait, la plaque ne doit pas être implémentée dans le modèle sous sa forme géométrique comme c'est le cas pour la lampe et la plaque d'ABS-N. Les hypothèses simplificatrices suivantes ont donc été appliquées :

- La réflectivité ρ_λ de la plaque de verre est négligée car très faible dans le domaine spectral d'émission des lampes (Figure 4.7b).
- L'émission propre de la plaque de verre est négligée devant l'émission des lampes.

Avec ces hypothèses, seule la quantité de rayonnement transmise par la plaque de verre doit être modélisée. Pour cela la transmission du verre τ_λ (Figure 4.7a) a été intégrée sur le domaine spectral des lampes afin de calculer la transmission intégrée τ selon l'Equation 4.9. La valeur de transmission en fonction de la température est illustrée sur la Figure 4.12.

$$\tau(T) = \frac{\int_{0.9}^{20} \tau_\lambda M_\lambda^0(T) d\lambda}{\int_{0.9}^{20} M_\lambda^0(T) d\lambda} \quad (4.9)$$

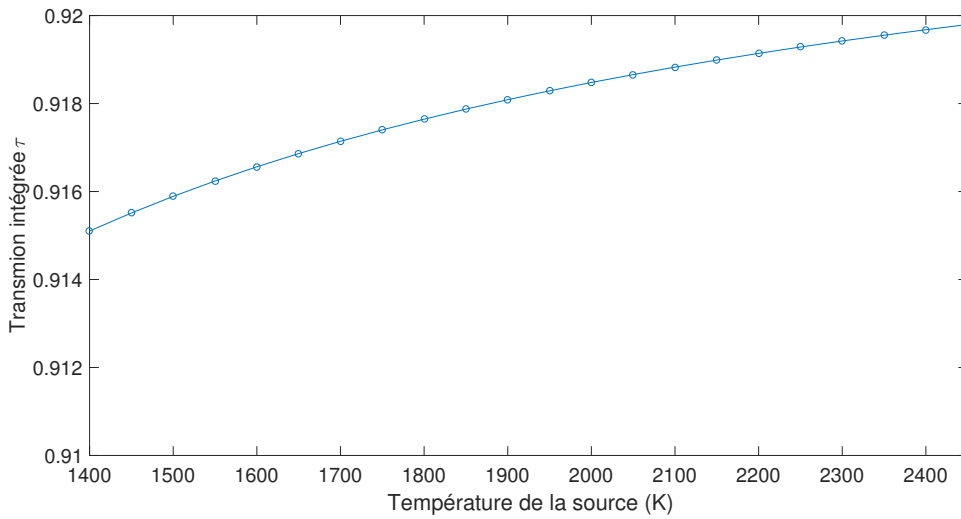


Figure 4.12 – Transmission intégrée τ de la plaque protectrice de verre

Afin de prendre en compte cette diminution de l'énergie reçue par l'objet à chauffer, cette valeur a été prise en compte directement dans le coefficient d'émissivité équivalente de la lampe (Équation 4.10).

$$\varepsilon_i = \frac{r}{R_r} k_i \tau(T_{lampe}) \varepsilon_f(T_{lampe}) \quad (4.10)$$

La Figure 4.13 propose une comparaison des données expérimentales et numériques recueillies durant les essais de chauffage de la plaque d'ABS dans les deux confi-

gurations : lampe à réflecteur intégré avec et sans plaque de verre protectrice. Les configurations étudiées sont :

- 100% après 50s de chauffage,
- 50% après 112s de chauffage.

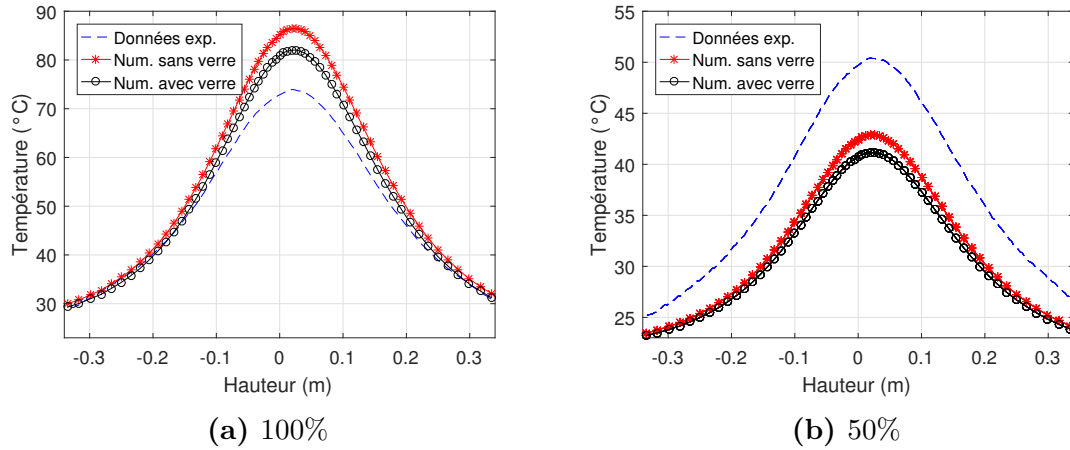


Figure 4.13 – Comparaison entre résultats expérimentaux et numériques (avec et sans modélisation de la plaque protectrice de verre), sur le profil central perpendiculaire aux lampes

Dans un premier temps, la différence de température entre les deux modèles est du même ordre de grandeur que les écarts observés entre la configuration "avec" et "sans" la plaque de verre 4.11. Le modèle permet bien de réduire la quantité de rayonnement reçu par la plaque.

La comparaison des données expérimentales avec les deux modèles est plus difficile à interpréter. Pour une puissance de 100%, les deux modèles sur-estiment la température de la plaque, alors qu'à 50% les deux modèles sous-estiment la température de la plaque. Les sources principales d'erreur pouvant expliquer cet écart sont :

- Erreurs issues de la modélisation de la lampe : Lors de la modélisation de la lampe à réflecteur intégré, les Figures 3.20a et 3.22a ont montré, qu'en position Est, la température de la plaque est sur-estimée à 100% et sous-estimée à 50%.
- Convection : Le modèle convectif utilisé pour étudier ces modèles est celui établi pour une lampe à réflecteur intégré en position Est (Section 3.5). Or, avec l'ajout de la plaque de verre entre la plaque d'ABS-N et la lampe, les échanges convectifs sont modifiés et cette modification n'est pas prise en compte dans cette configuration avec plaque de verre.

Malgré l'écart observé entre le modèle et les valeurs expérimentales, l'effet de l'intégration de la transmission τ dans l'émissivité de la lampe représente les tendances observées expérimentalement. Cette stratégie a donc été utilisée pour la modélisation du four IR.

4.4 Modélisation d'un module chauffant

4.4.1 Stratégie de modélisation

Dans ce chapitre, la modélisation du four IR de la ligne d'imprégnation est confrontée aux résultats expérimentaux issus des expériences de chauffage effectuées avec la plaque instrumentée de PEI (Figure 1.8c et 1.8d). Pour effectuer cette comparaison, la modélisation d'un seul module chauffant est nécessaire.

Les hypothèses suivantes ont été appliquées :

- Les plaques de verre ne sont pas représentées par une entité géométrique. Elles sont prises en compte au travers d'une modification de l'émissivité des lampes.
- L'évolution de la température de l'air et des réflecteurs est négligée.
- Les réflecteurs latéraux sont négligés.

4.4.2 Échanges convectifs

4.4.2.1 Paramètres d'influence

Comme dans le cas du chauffage de la plaque d'ABS-N en configuration verticale, les échanges convectifs doivent être considérés dans le four IR. Les deux principaux éléments qui influencent les échanges convectifs sont la vitesse et la température de l'air. Dans ce four la vitesse de l'air est régie par :

- le débit d'air injecté dans le four pour refroidir les lampes,
- le débit d'air extrait du four,
- la vitesse de déplacement du produit à chauffer,
- le mouvement de l'air provoqué par des forces volumiques (convection naturelle).

La température de l'air est une conséquence des éléments suivants :

- les échanges avec les différents éléments du four (réflecteurs, lampes, plaques de verre, pré-imprégné),
- le taux de renouvellement de l'air et la température de celle-ci,
- le taux d'humidité de l'air.

L'étude de ces paramètres n'est pas simple car ils ne sont pas indépendants les uns des autres. La Figure 4.14 montre la température de la plaque instrumentée après 37s de chauffage, pour différents pourcentages d'extraction avec des conditions de lampes identiques. Les courbes ne sont pas ordonnées, c'est à dire il n'apparaît pas de lien entre la température atteinte par la plaque et le pourcentage d'extraction. En effet, beaucoup de paramètres peuvent influencer la température de l'air indépendamment du taux d'extraction. La température de l'air ambiant, la température du four au début de l'essai ou le taux d'humidité de l'air sont quelques uns des paramètres qui peuvent expliquer ces différences.

Une étude poussée de l'influence des paramètres expérimentaux sur le chauffage serait nécessaire pour permettre une modélisation précise de ce phénomène. L'utilisation d'un code de calcul de dynamique des fluides (CFD) aurait alors été une démarche adaptée. Néanmoins, ce type de modélisation n'a pas pu être réalisée dans le cadre de cette étude en raison de la complexité et des temps de calcul conséquents.

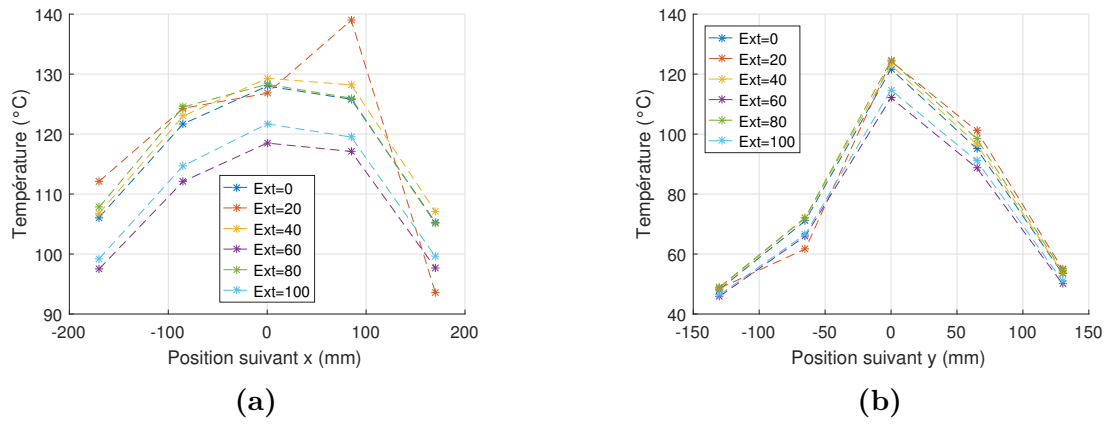


Figure 4.14 – Température dans la plaque instrumentée, après 37s de chauffage avec la zone 1 à 40% de puissance, en fonction du taux d'extraction (%)

4.4.2.2 Mode convectif

Afin de prendre en compte les échanges convectifs dans notre modélisation, les corrélations présentes dans la littérature peuvent être utilisées en première approche. Afin de déterminer les corrélations les plus adaptées, il convient en premier lieu de déterminer si la convection naturelle peut être négligée devant la convection forcée ou inversement. Cette hypothèse peut être étudiée à l'aide du nombre de Richardson Ri (Équation 4.11) qui est le rapport entre le nombre de Grashof Gr et le nombre de Reynolds Re_L (voir Annexe C). Lorsque le nombre de Richardson est petit devant 0.1 ($Ri \ll 0.1$) la convection naturelle peut être considérée négligeable devant la convection forcée.

$$Ri = \frac{Gr}{Re_L^2} = \frac{L_{Gr}^3 g \beta (T - T_{amb})}{L_{Re}^2 u^2} \quad (4.11)$$

Dans l'équation 4.11, g [m s^{-2}] désigne l'accélération de la pesanteur, $\beta = 1/T$ [K^{-1}] le coefficient d'expansion thermique, u [m s^{-1}] la vitesse du fluide, L_{Gr} [m] la longueur caractéristique pour le nombre de Grashof, et L_{Re} [m] la longueur caractéristique pour le nombre de Reynolds. Pour L_{Gr} [m] et L_{Re} [m], le rapport entre l'aire et le périmètre de la plaque, et la longueur de la plaque dans la direction du four ont respectivement été utilisés.

La vitesse de l'air dans le four a pu être estimée au niveau des lames d'extractions pour un four en position ouverte à l'aide d'une sonde à fil chaud. Avec une extraction à 20%, la vitesse moyenne de l'air mesurée est de 5.6 m s^{-1} et pour une extraction à 90% la vitesse moyenne est de 10.5 m s^{-1} . Quel que soit l'écart de températures ($\Delta T = T - T_{amb}$) atteint au cours des essais de chauffage de la plaque instrumentée, la valeur du nombre de Richardson est inférieure à 0.1 à partir de 1 m s^{-1} . De ce fait, la convection naturelle est donc négligeable par rapport à la convection forcée.

4.4.3 Modélisation COMSOL

4.4.3.1 Géométrie

La représentation géométrique du module chauffant et de la plaque instrumentée effectuée dans COMSOL[®] est représentée sur la Figure 4.15. La Figure 4.15a montre une vision d'ensemble du module. Celui-ci est composé de deux caissons réfléchissants, chacun contenant 12 lampes à réflecteur intégré. La Figure 4.15b montre une vision du caisson inférieur et de la plaque instrumentée afin de donner une meilleure visibilité de la géométrie.

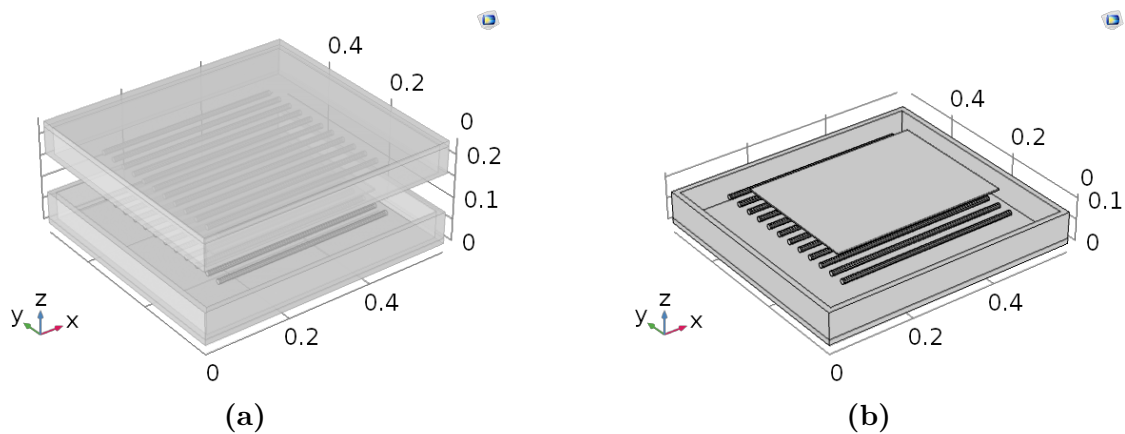


Figure 4.15 – Représentation géométrique : (a) d'un module chauffant du four IR de la ligne d'imprégnation, (b) de la moitié inférieure du module et de la plaque instrumentée.

4.4.3.2 Matériaux

Les propriétés matériaux appliquées aux différents éléments se trouvent dans la Table 4.2. Les mêmes propriétés que celles utilisées pour la lampe lors de sa caractérisation ont été implémentées (Chapitre 3). Dans cette simulation, la température des réflecteurs et de la lampe sont imposées, ainsi que leurs propriétés optiques (Figures 4.3 et 3.6) et leurs propriétés thermo-physiques (alumine et tungstène). Ces dernières ne sont pas utilisées dans le calcul mais sont nécessaires au fonctionnement du module thermique de COMSOL[®].

4.4.3.3 Conditions aux limites

Les conditions aux limites ont été implémentées dans la modélisation au niveau des surfaces des différents composants du four : les lampes, les réflecteurs céramiques et bien évidemment la plaque instrumentée.

Table 4.2 – Propriétés matériaux utilisées pour la modélisation du module chauffant IR

Propriété	Unité	Lampe	Réflecteur	PEI
ρ	kg m^{-3}	Tungstène 17800 [22]	Alumine 900 [22]	PEI peint 1270 [86]
C_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	132 [22]	3900 [22]	$2.86 * T[^\circ\text{C}] + 1020$, $T \in [20 - 200]$
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	175 [22]	27 [22]	0.24 [86]
ε	-	Fig. 3.6 [61]	Fig. 4.3	0.947

Lampes

- Température constante $T_{lampe,j}$ sur le cylindre équivalent avec $j \in \llbracket 1;6 \rrbracket$ le nombre de la zone. En effet, un module comporte 24 lampes, regroupés en 6 zones. Sur la Figure 4.16a, les lampes de la zone 1 apparaissent en bleu. Chaque zone est affectée de la température correspondant à sa tension d'alimentation (Figure 3.15).
- Radiosité imposée sur chacune des N surfaces de la lampe.

$$\varepsilon_i = \frac{r}{R_r} k_i \tau \varepsilon_f(T_{lampe}) \quad (4.12)$$

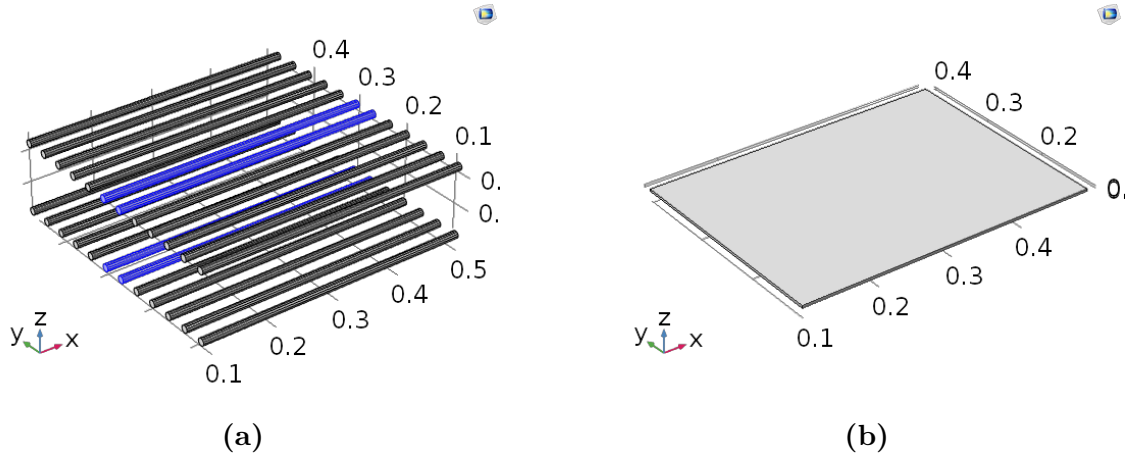


Figure 4.16 – Représentation géométrique : (a) Lampes du module chauffant. Les lampes de la zone 1 de chauffage sont représentées en bleu. (b) Plaque instrumentée

Réflecteurs céramiques Les réflecteurs céramiques interviennent uniquement d'un point de vue radiatif dans le calcul, compte tenu des hypothèses simplificatrices effectuées. Les conditions aux limites utilisées sont alors :

- Surface diffuse sur les surfaces intérieures des caissons de chauffage (Figure 4.17a)
- Température ambiante imposée sur toutes les surfaces du caisson (Figure 4.17b)

$$T_c = T_{amb} \quad (4.13)$$

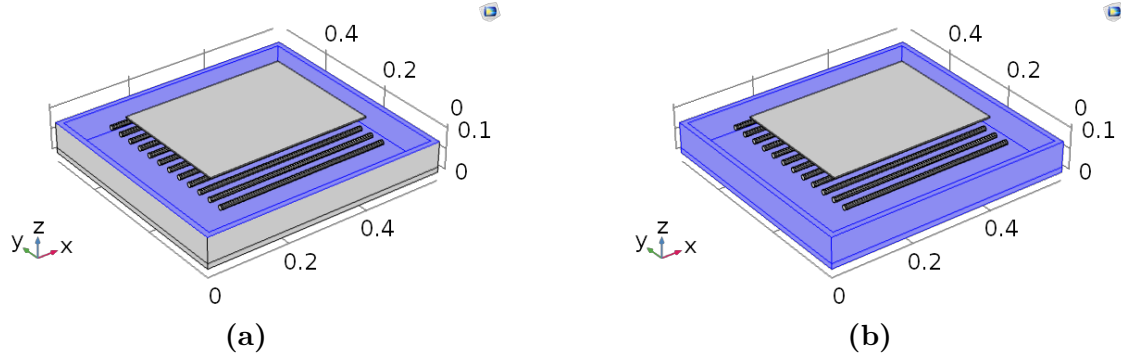


Figure 4.17 – Réflecteurs céramiques de la moitié inférieure d'un module chauffant. Conditions aux limites : (a) Surfaces diffuses, (b) Température

Plaque instrumentée

- Surface diffuse sur l'ensemble des surfaces de la plaque (Figure 4.16b)
- Convection forcée : la configuration la plus proche correspond à de la convection externe sur une plaque horizontale. Le coefficient d'échange a été calculé à partir des corrélations données par l'Équation 4.14 [65]. Deux paramètres permettent d'adapter cette corrélation à la configuration étudiée : une longueur caractéristique L (Longueur de la plaque dans la direction x) et une vitesse d'écoulement de 5.6 m s^{-1} (valeur relevée pour une extraction à 20% Section 4.4.2).

$$h = \begin{cases} 2 \frac{k}{L} \frac{0.3387 Pr^{1/3} Re_L^{1/2}}{(1 + (0.468/Pr)^{2/3})^{1/4}} & ; Re_L \leq 5 \cdot 10^5 \\ 2 \frac{k}{L} Pr^{1/3} (0.037 Re_L^{4/5} - 871) & ; Re_L > 5 \cdot 10^5 \end{cases} \quad (4.14)$$

Ces corrélations sont obtenues pour une plaque isotherme, ce qui n'est pas le cas dans cette étude. Elles permettent cependant de mettre en évidence le rôle important de la convection dans les échanges du four.

4.4.3.4 Maillage

- **Lampes** Maillage quadrilatère sur les extrémités du cylindre avec N_r éléments sur chacun des $2N = 12$ segments définis par le modèle de lampe à réflecteur intégré et N_L éléments dans la longueur du cylindre.
- **Réflecteurs céramiques** Maillage tétraédriques de taille défini "extra grossier" (Figure 4.18b)
- **Plaque instrumentée** Maillage régulier avec N_x éléments dans la direction x parallèle aux lampes, N_y éléments dans la direction y perpendiculaire aux lampes et N_e éléments dans l'épaisseur de la plaque (Figure 4.18a)

La table 4.3 résume les caractéristiques du maillage du module chauffant.

Table 4.3 – Propriétés du maillage du module chauffant

Nombre d'éléments	Lampe		Plaque			Réflecteur céramique
Direction	N_r 3	N_L 1	N_x 30	N_y 40	N_e 3	Extra grossier
Domaine	2115		3600			2174

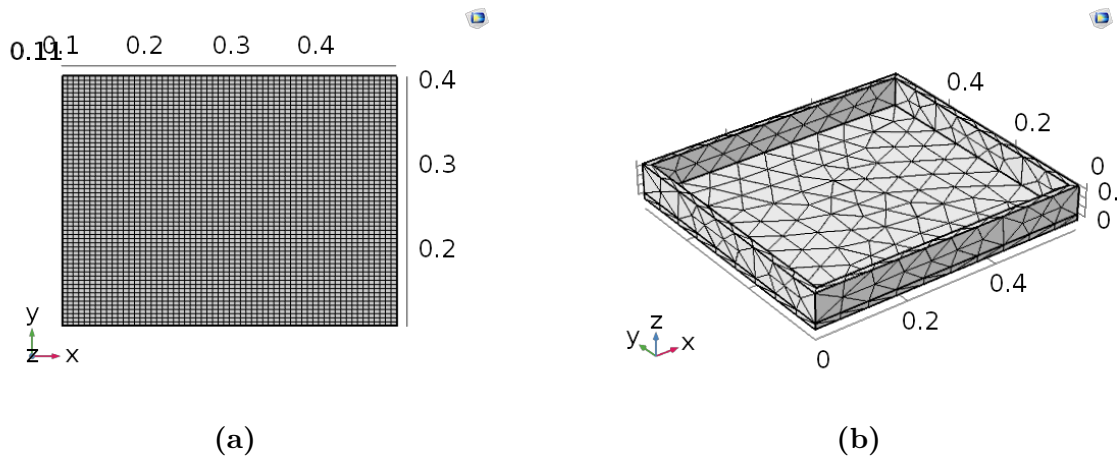


Figure 4.18 – Maillage éléments finis : (a) Plaque, (b) Réflecteur céramique (partie basse)

4.5 Validation expérimentale

4.5.1 Configurations expérimentales

Dans cette partie, les résultats expérimentaux des essais de chauffage de la plaque instrumentée de PEI présentés dans le Chapitre 1 sont confrontés aux résultats numériques. La Table 4.4 résume les caractéristiques principales des essais utilisés. L'ensemble de ces essais a été utilisé pour étudier l'influence de la puissance appliquée aux lampes et de la zone de chauffage utilisée. Pour finir, l'influence d'un chauffage à plusieurs zones a été analysée.

Table 4.4 – Configurations expérimentales : Plaque instrumentée PEI

Zone	Puissance (%)	Temps de comparaison (s)
1	[20 : 10 : 50]	27
1 : 5	20	47
1 + 3	20	31
1 + 2 + 3	20	31

La Figure 4.19 rappelle l'emplacement des thermocouples fonctionnels au sein de la plaque. Elle montre également les 3 profils qui sont utilisés, en plus des champs thermiques, pour comparer les données :

- Une coupe passant par le centre de la plaque, parallèlement aux lampes
- Deux profils perpendiculaires aux lampes. De coordonnée $x = 115\text{mm}$ "gauche" et $x = 285\text{mm}$ "droite".

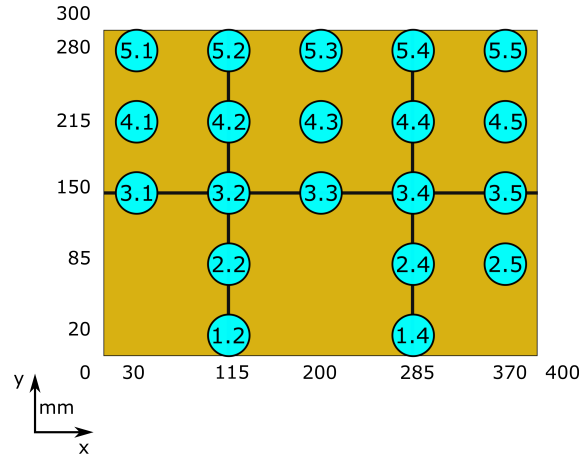


Figure 4.19 – Localisation des thermocouples dans la plaque instrumentée de PEI

4.5.2 Influence de la puissance d'alimentation

La Figure 4.20 montre la distribution de température, à mi-épaisseur de la plaque de PEI, au bout de 27s de chauffage, dans le cas expérimental (gauche) et numérique (droite). Ici, uniquement la zone 1 a été utilisée, avec différentes puissances (20% – 50%).

Pour l'ensemble des puissances, la forme de la distribution numérique représente bien les résultats expérimentaux. La symétrie par rapport à l'axe y est parfaite dans le cas numérique. En effet, la configuration du four est symétrique, d'un point de vue géométrique, au sein d'un même module. Les écarts à cette symétrie, observés dans les cas expérimentaux, proviennent essentiellement de la plaque instrumentée elle-même, sa position semble être décalée vers l'ouverture du four, ce qui peut avoir eu un effet sur les échanges convectifs.

La Figure 4.21 compare les profils horizontaux (gauche) et verticaux (droite), pour les différentes puissances étudiées.

Le Table 4.5 regroupe les différents écarts observés entre les données numériques et expérimentales après 27s de chauffage. L'écart moyen Err_m est calculé à partir de l'Équation 4.15, avec n le nombre de thermocouples fonctionnels.

$$Err_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|T_{num} T_{exp}|}{T_{exp}} \quad (4.15)$$

Les meilleurs résultats sont obtenus pour une puissance de 40%, avec un écart moyen de 21.1% et un écart maximal en température de 26.5°C. Pour 50% de puissance, l'écart maximal mesuré est très élevé à 47.6°C, mais cette valeur reste ponctuelle avec un écart de température moyenne $\Delta T_{mean} = 15.4^\circ\text{C}$.

Table 4.5 – Écart de température entre données expérimentales et numériques pour un chauffage avec la zone 1 après 27s

Puissance (%)	20	30	40	50
ΔT_{max} (°C)	28.5	24.0	28.3	47.6
ΔT_{mean} (°C)	15.6	12.0	10.3	15.4
Err_m (%)	32.8	24.4	21.1	25.3
Écart type (%)	8.1	11.8	7.8	16.4

Comme c'est le cas pour la modélisation du chauffage d'une plaque d'ABS-N avec une seule lampe en présence d'une plaque de verre (Section 4.3.4), une sous-estimation de la température à basse puissance (20–30%) et une sur-estimation à moyenne puissance (40 – 50%) peuvent être observées. Les conditions convectives étant différentes dans les deux cas de chauffage, cette tendance provient probablement de la modélisation de la lampe IR.

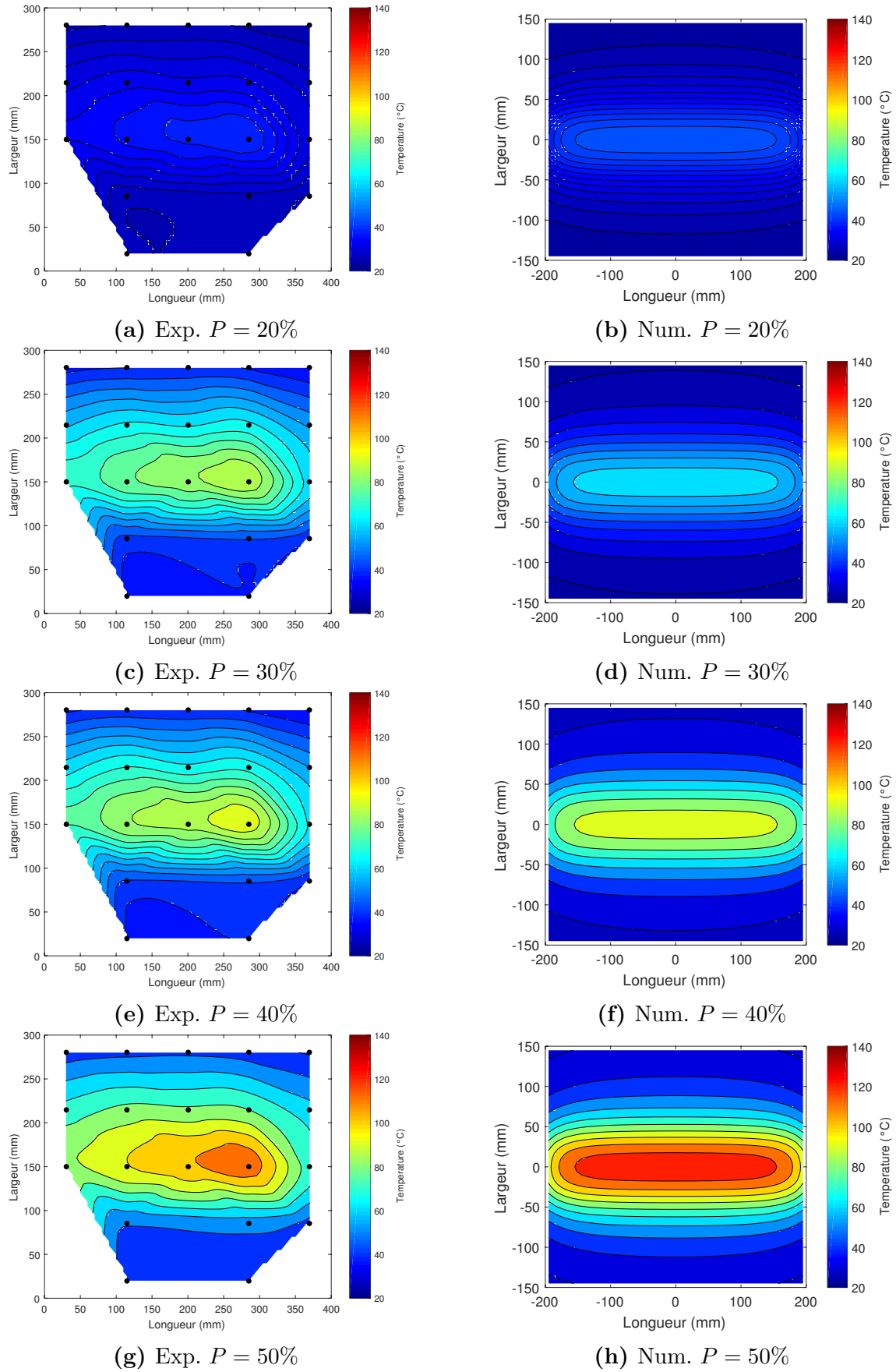
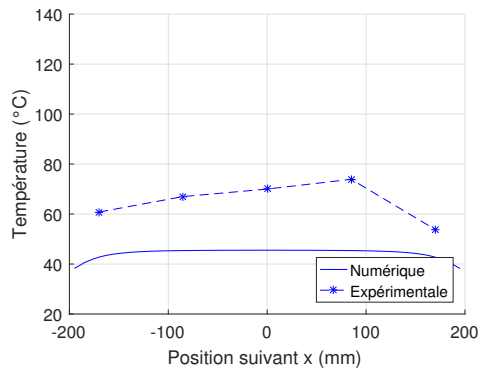
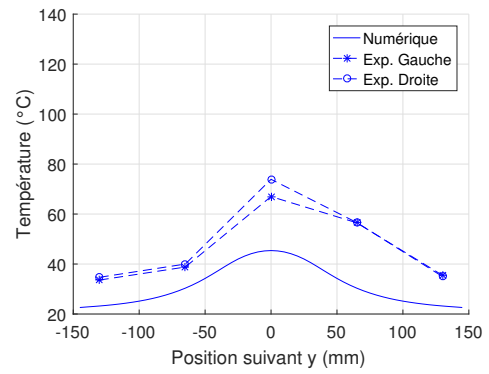


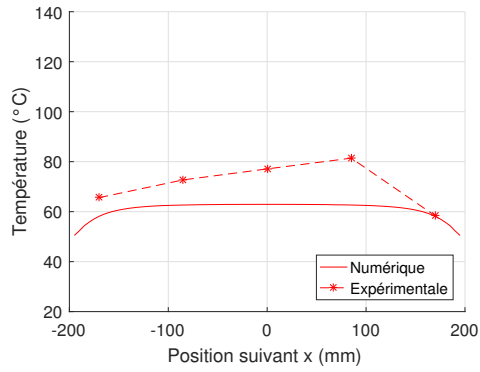
Figure 4.20 – Comparaison du champ de température expérimental (gauche) et numérique (droite). Chauffage de 27s avec la zone 1 à différentes puissances.



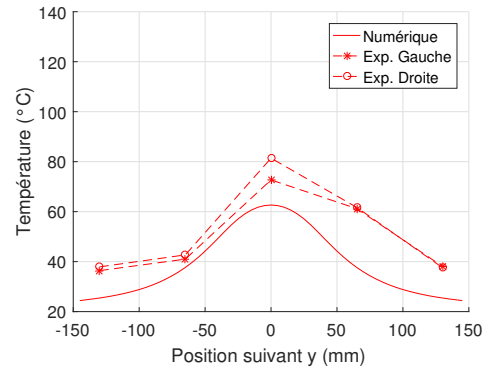
(a) 20%



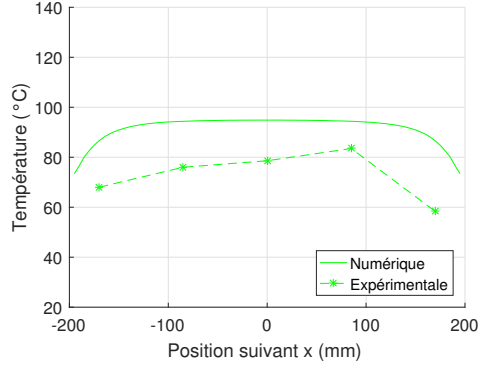
(b) 20%



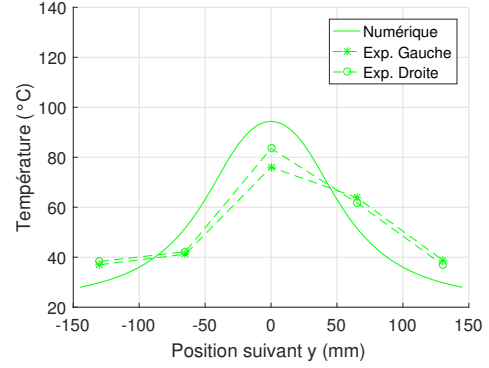
(c) 30%



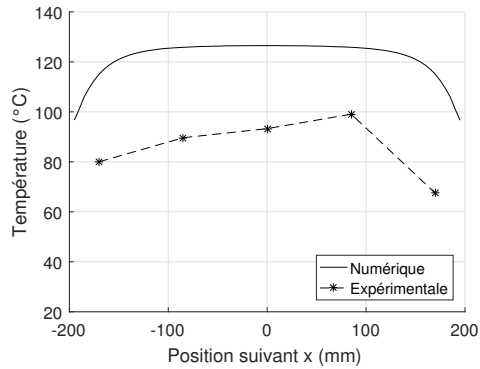
(d) 30%



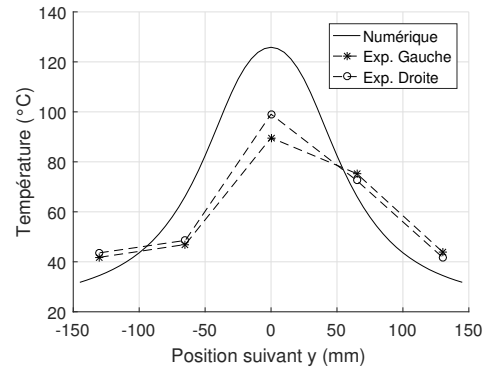
(e) 40%



(f) 40%



(g) 50%



(h) 50%

Figure 4.21 – Chauffage d'une plaque instrumentée de PEI avec la première zone à différentes puissances. Comparaison entre données expérimentales et numériques. Profils parallèles (gauche) et perpendiculaire (droite) aux lampes IR

4.5.3 Influence de la zone de chauffage

Dans cette section, la distribution spatiale de la température est examinée. Les Figures 4.22 et 4.23 montrent les distributions expérimentales et numériques, à mi-épaisseur de la plaque instrumentée de PEI, pour 20% de puissance avec différentes zones de chauffage activées.

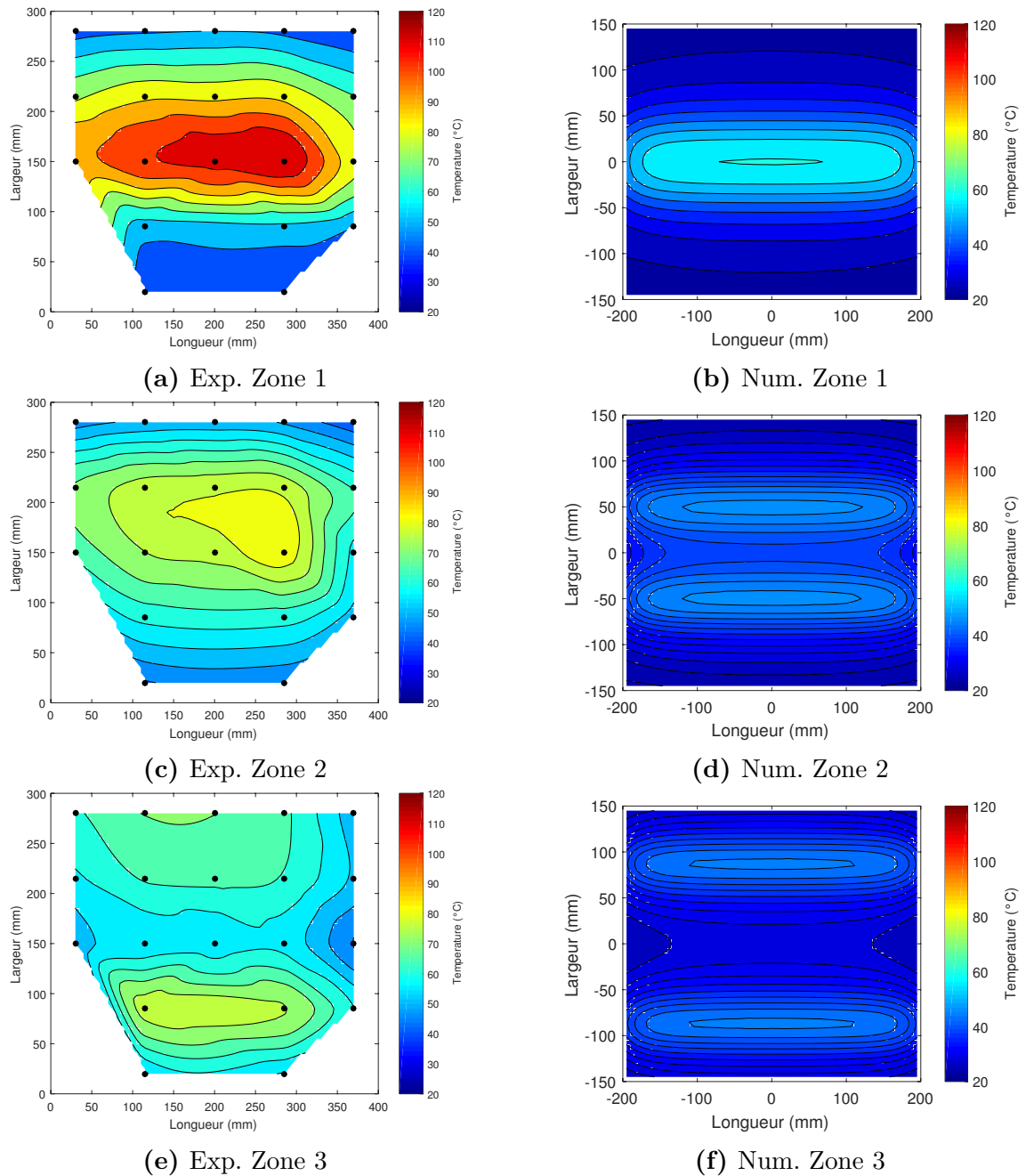


Figure 4.22 – Comparaison du champ de température expérimental (gauche) et numérique (droite) obtenu après 47s de chauffage pour différents zones de lampes à 20% de puissance.

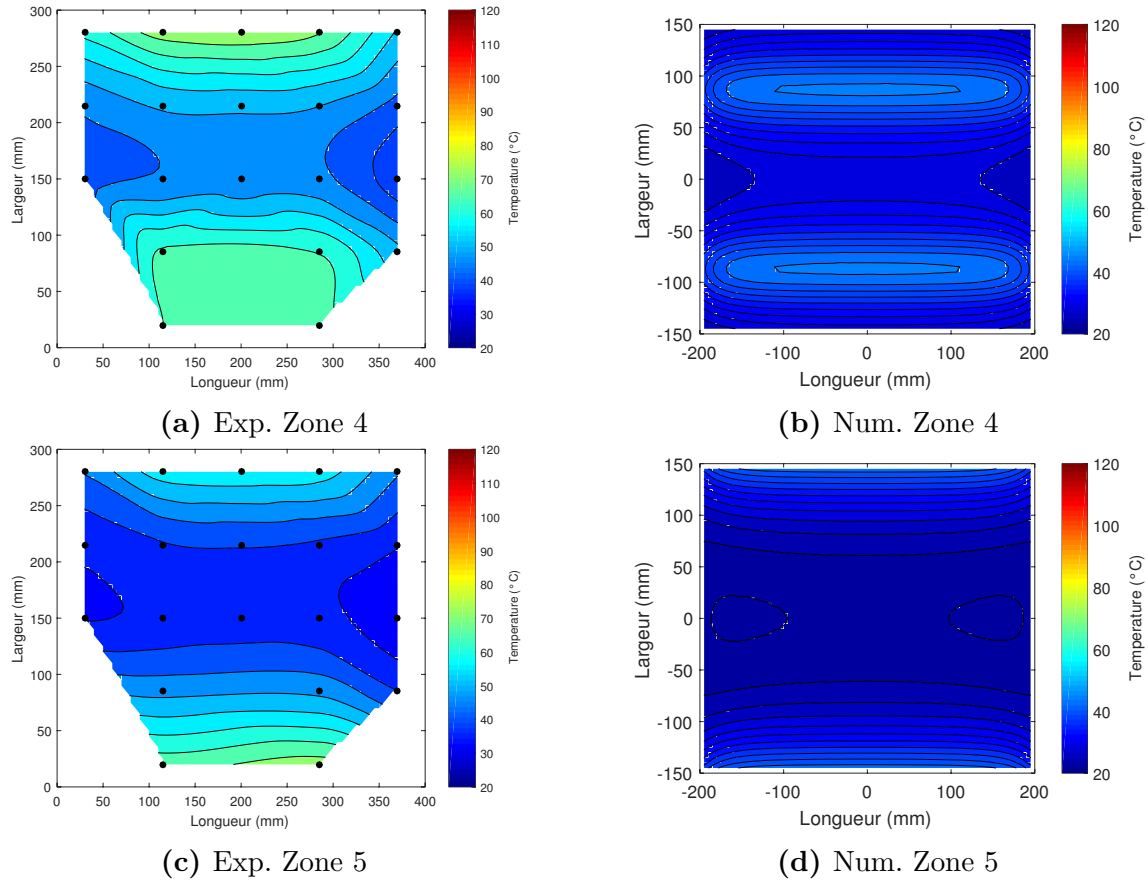


Figure 4.23 – Comparaison du champ de température expérimentale (gauche) et numérique (droite). Chauffage de 47s avec différents zones à 20% de puissance.

Comme c'est le cas pour un chauffage avec la zone 1, la distribution de température numérique est symétrique. Pour l'ensemble des zones, la forme de la distribution numérique est représentative de la forme expérimentale. Seule la zone 2 montre quelques différences. En effet, expérimentalement un chauffage avec la zone 2 induit une zone de chauffage unique mais plus étendue que celle de la zone 1. Dans le cas numérique, l'apparition de deux zones est déjà apparente. Le faible nombre de thermocouples dans la zone chauffée permet d'expliquer pourquoi les gradients n'apparaissent pas sur le champ thermique expérimental.

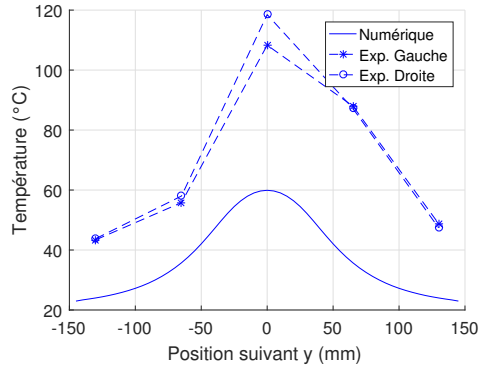
La Figure 4.24 montre la comparaison entre données expérimentales et numériques sur les profils verticaux. Ces coupes permettent de confirmer l'efficacité du modèle en terme de zones. En effet, malgré une sous-estimation globale de la température numérique, l'erreur sur la température est globalement homogène sur l'ensemble de la plaque (Table 4.6) ce qui permet de retrouver la forme de la distribution.

En regardant de plus près l'écart de température maximal observé entre les résultats numériques et expérimentaux, un effet de la puissance sur la sous-estimation de la température peut être mis en évidence. Lorsque le chauffage par les lampes conduit à l'apparition de deux zones de chauffage distinctes sur la plaque (Zones 3-5), l'écart de température se situe autour de 35°C. Lorsque les surfaces de chauffage sont

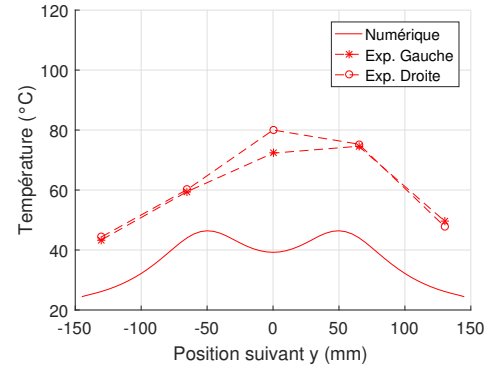
Table 4.6 – Écart de température entre données expérimentales et numériques pour un chauffage avec différentes zones à 20% de puissance après 47s

Zone	1	2	3	4	5
ΔT_{max} (°C)	58.6	40.8	35.5	38.4	32.4
ΔT_{mean} (°C)	32.6	23.4	25.6	20.3	17.3
Err_m (%)	46.5	39.3	42.4	35.3	37.4
Écart type (%)	8.1	8.3	6.6	13.3	8.1

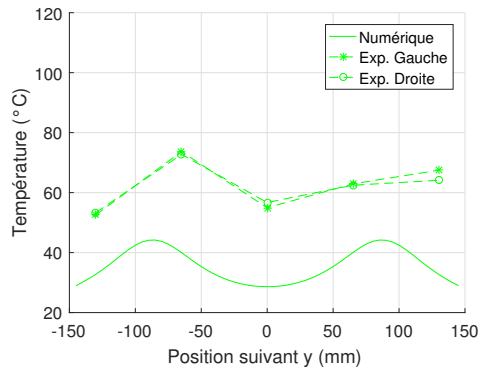
plus rapprochées, comme dans le cas d'un chauffage avec les lampes de la zone 2, l'écart de température augmente. Enfin, lorsque les surfaces de chauffage sont superposées (Zone 1), la différence de température est presque doublée par rapport à la température maximale mesurée avec les autres zones. Ce résultat met en évidence une sous-estimation de l'éclairement de la lampe à 20%.



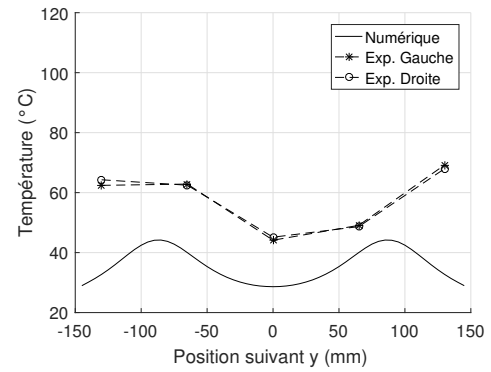
(a) Zone 1



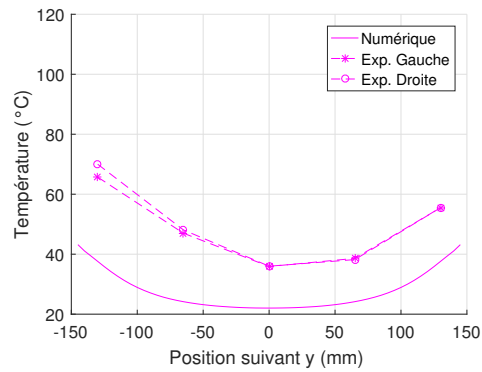
(b) Zone 2



(c) Zone 3



(d) Zone 4



(e) Zone 5

Figure 4.24 – Chauffage d'une plaque instrumentée de PEI avec différentes zones à 20% de puissance. Comparaison entre données expérimentales et numériques. Profils perpendiculaires aux lampes IR

4.5.4 Chauffage à plusieurs zones

Dans cette dernière section, l'utilisation de plusieurs zones simultanément est analysée. Les configurations suivantes ont été étudiées, après 31s de chauffage :

- Zones 1 + 3, Puissances : 20% et 40% , Figure 4.25
- Zones 2 + 3, Puissance : 30% , Figure 4.26
- Zones 1 + 2 + 3, Puissance : 20% , Figure 4.27

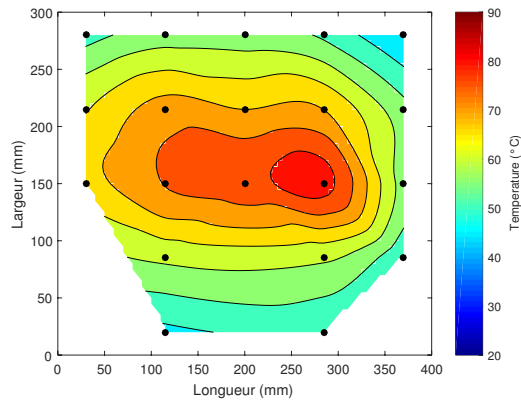
Dans l'ensemble des cas, la forme de la distribution est représentative de la forme expérimentale, mais la température calculée numériquement est inférieure à la température mesurée expérimentalement. En effet, le rayonnement de la lampe étant sous-estimé à basse puissance, au moins jusqu'à 50%, la température de la plaque est également sous-estimée. Cet effet est amplifié lorsque plusieurs zones sont utilisées puisque l'éclairement reçu localement par la plaque provient des lampes de plusieurs zones.

De plus, il est possible que la convection soit sur-estimée dans la modélisation de ce problème. En effet, des corrélations de la littérature ont été utilisées pour définir le coefficient d'échange (Section 4.4.2) bien que les conditions d'application de ces modèles n'aient été vérifiées dans toute la zone de travail. En particulier, la vitesse de l'air utilisée dans ces corrélations, qui provient de mesures au niveau des lames d'extraction d'air, a été considérée constante alors qu'en réalité la vitesse de l'air au niveau de la plaque est très certainement plus faible. Le couplage de ces deux paramètres (T_{lampe}, h_{ech}) et le manque d'informations sur les échanges convectifs empêchent l'utilisation d'une approche inversée, ici, pour affiner les conditions d'éclairement de la plaque.

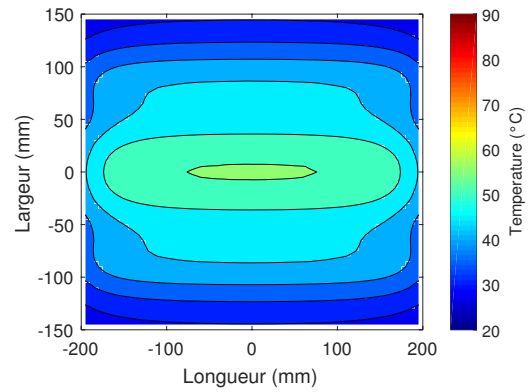
La Table 4.7 regroupe les écarts de température et l'erreur moyenne pour chaque configuration. Ces résultats montrent qu'une augmentation de la puissance dans les mêmes zones engendre une augmentation de l'écart de température ΔT entre les données expérimentales et numériques. Néanmoins, l'erreur globale Err_m varie très peu dans son ensemble. L'utilisation de trois zones à 20% provoque une différence élevée. Toutefois, pour l'ensemble des cas, l'écart type par rapport à l'erreur moyenne reste assez faible, conséquence de l'efficacité du modèle en terme de la distribution géométrique du rayonnement.

Table 4.7 – Écart de température entre données expérimentale et numérique pour un chauffage avec plusieurs zones après 31s

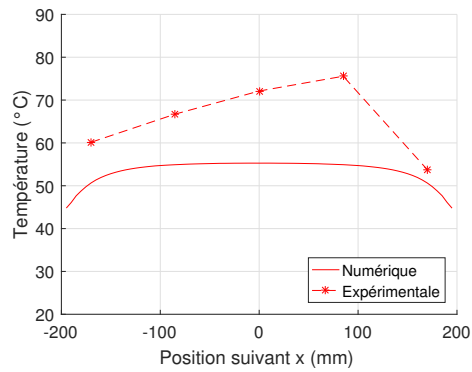
Zone/Puissance	1 + 3/20%	1 + 3/40%	2 + 3/30%	1 + 2 + 3/20%
ΔT_{max} (°C)	20.6	51.3	28.1	56.2
ΔT_{mean} (°C)	13.9	32.8	14.7	40.3
Err_m (%)	24.9	28.4	20.9	43.3
Écart type (%)	8.6	11.5	9.9	4.9



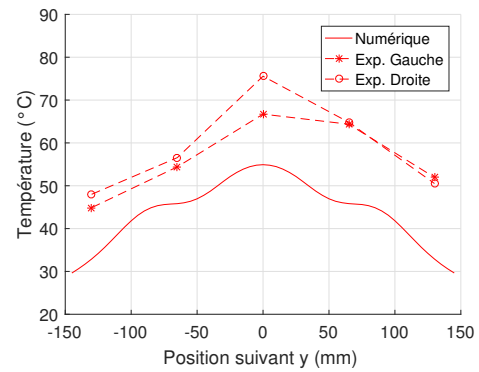
(a) Exp. 20%



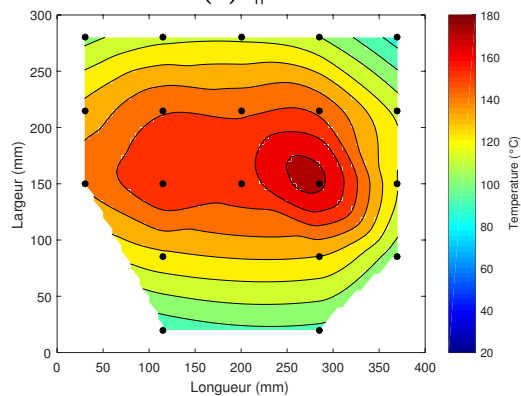
(b) Num. 20%



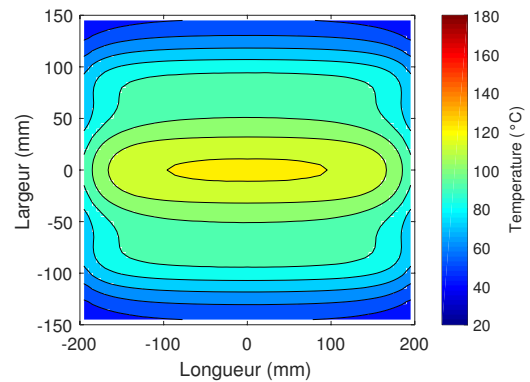
(c) $\parallel$ 20%



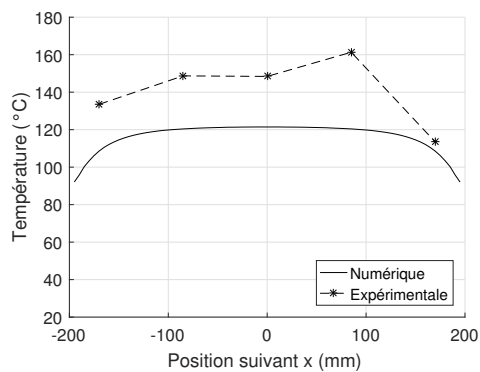
(d) $\perp$ 40%



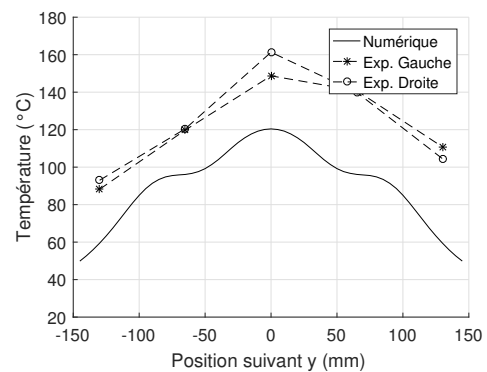
(e) Exp. 40%



(f) Num. 40%

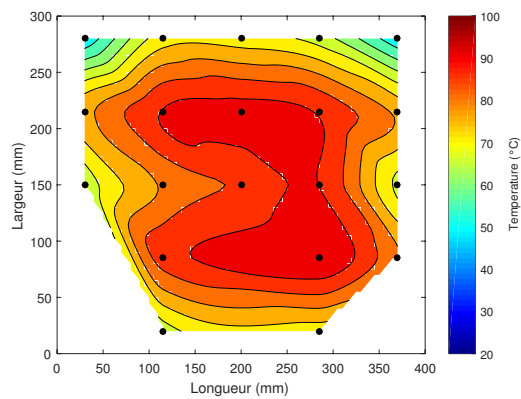


(g) $\parallel$ 40%

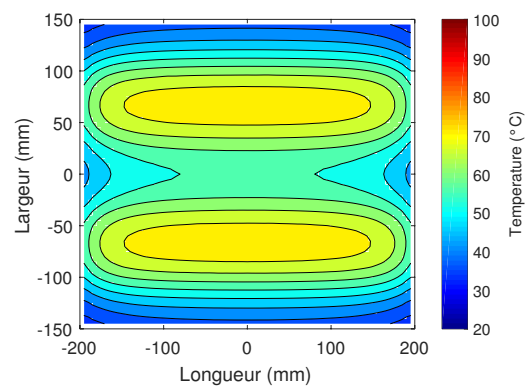


(h) $\perp$ 40%

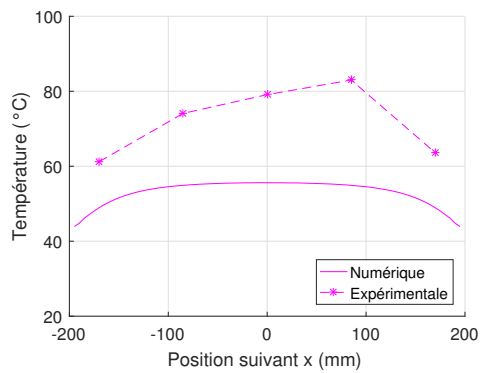
Figure 4.25 – Résultats expérimentaux et numériques d'un chauffage de 31s, avec les zones 1 et 3 simultanément, pour (a-d) 20% et (e-h) 40% de puissance



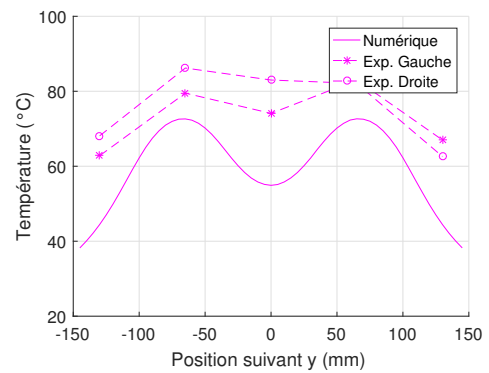
(a) Exp. 30%



(b) Num. 30%

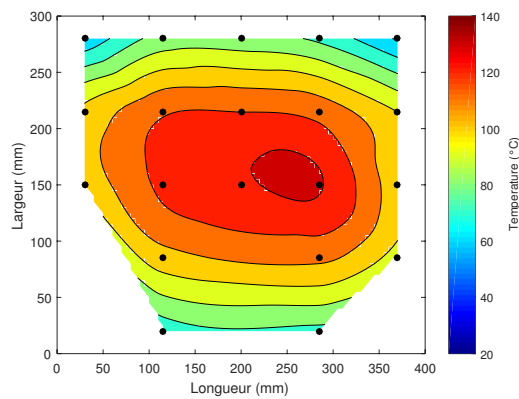


(c) $\parallel$ 30%

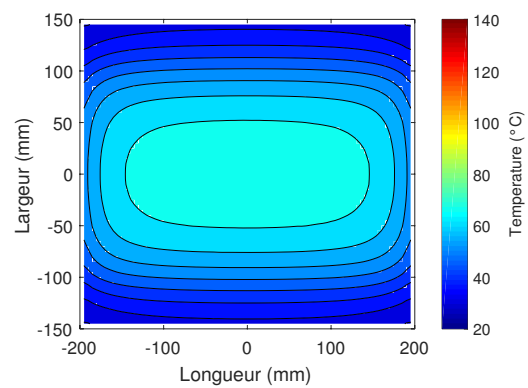


(d) $\perp$ 30%

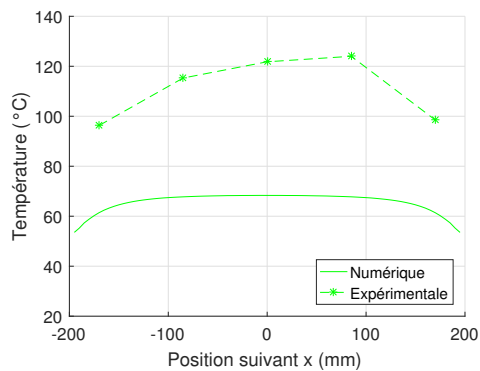
Figure 4.26 – Résultats expérimentaux et numériques d'un chauffage de 31s, avec les zones 2 et 3 simultanément, pour 30% de puissance



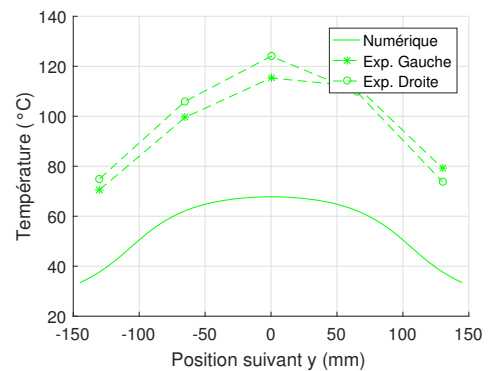
(a) Exp. 20%



(b) Num. 20%



(c) $\parallel$ 20%



(d) $\perp$ 20%

Figure 4.27 – Résultats expérimentaux et numériques d'un chauffage de 31s, avec les zones 1, 2 et 3 simultanément, pour 20% de puissance

4.6 Conclusion partielle

Une modélisation d'un module chauffant de la ligne d'imprégnation a été proposée dans ce chapitre. Ce module tient compte du rayonnement des lampes, dont les 6 zones peuvent être utilisées simultanément à différentes puissances. La propriété réfléchissante des réflecteurs en céramique, composant le caisson du module, a été caractérisée et intégrée au modèle. Pour finir, les plaques protectrices de verre ont été intégrées au modèle en modifiant la quantité de rayonnement émis par les lampes.

Une bonne correspondance a été observée pour la distribution spatiale du rayonnement entre les résultats expérimentaux et la prédiction numérique. Ce modèle sera donc très utile aux utilisateurs de la ligne pour choisir les zones de chauffage en fonction de la largeur du produit à chauffer.

Toutefois, des écarts de température ont pu être observés entre le modèle et les résultats numériques. Ces écarts peuvent être attribués à trois facteurs principaux :

- Erreurs de mesures expérimentales avec la plaque instrumentée provenant des sources suivantes :
 - Déplacement des thermocouples lors de la fabrication de la plaque
 - Porosité de la plaque
 - Planéité imparfaite de la plaque instrumentée.
- Modélisation de la lampe IR à réflecteur intégré simplifiée,
- Modélisation des échanges convectifs imparfaite.

Cette approche servira de base dans la modélisation du pré-imprégné au cours de son séjour dans le four IR. Elle permettra, dans différentes configurations de lampes, d'obtenir une distribution de l'éclairement qui sera appliquée comme condition aux limites radiative à la surface du pré-imprégné. Cette modélisation fera l'objet de la deuxième partie de cette thèse qui est organisée en trois chapitres :

- Fabrication de pré-imprégné sur une ligne d'imprégnation : dans ce chapitre, les conditions de fabrication sont présentées ainsi que les différents moyens de mesures mis en place ou existants. Pour finir, la morphologie du pré-imprégné au cours du chauffage est détaillée.
- Caractérisation et modélisation des propriétés : Les propriétés optiques et thermo-physiques des pré-imprégnés sont analysées au regard de leur morphologie et de leur composition.
- Implémentation et simulation du procédé : la modélisation de l'évolution du pré-imprégné est au cœur de ce dernier chapitre.

Partie II

Caractérisation du matériau : Pré-imprégné

CHAPITRE 5

Fabrication de pré-imprégnés sur une ligne d'imprégnation

5.1	Fonctionnement de la ligne d'imprégnation en conditions de fabrication	132
5.1.1	Description des conditions de fabrication	132
5.1.1.1	Matériaux de l'étude	132
5.1.1.2	Paramètres de la ligne	132
5.1.1.3	Stratégie de pilotage	133
5.1.1.4	Moyens de mesure sur la ligne d'imprégnation	133
5.1.2	Influence de l'extraction d'air	134
5.1.2.1	Problématique	134
5.1.2.2	Description des essais	135
5.1.2.3	Résultats	135
5.1.2.4	Conclusion partielle	136
5.2	Le pré-imprégné aux différents stades de la ligne d'imprégnation	136
5.2.1	Essais et prélèvements	136
5.2.1.1	Problématique	137
5.2.1.2	Protocole de prélèvement	137
5.2.1.3	Observations macroscopiques	138
5.2.1.4	Préparation des échantillons de pré-imprégné	139
5.2.2	États morphologiques	141
5.2.3	Détermination des fractions massiques/volumiques	144
5.2.4	Résultats	146
5.2.4.1	Fractions massiques	146
5.2.4.2	Fractions volumiques	148
5.2.5	Conclusion partielle	154

5.1 Fonctionnement de la ligne d'imprégnation en conditions de fabrication

Dans cette Partie II du manuscrit, le travail se focalisera sur le pré-imprégné et son évolution au cours du procédé. Dans ce Chapitre 5 le fonctionnement de la ligne d'imprégnation en conditions de fabrication sera exposé. Ensuite, le protocole de prélèvement et la préparation des échantillons seront décrits. Pour finir, une étude de la morphologie du pré-imprégné au cours de son chauffage sera menée, les dimensions du pré-imprégné seront étudiées ainsi que les fractions volumiques et massiques des différents composants. Ces différents éléments permettront, dans le Chapitre 6, d'effectuer la caractérisation et modélisation des propriétés optiques et thermo-physiques aux différents stades de chauffage. Pour terminer ces travaux, le Chapitre 7 présentera un premier modèle de chauffage, réalisé sous COMSOL[®], qui tiendra compte de la modélisation du four réalisée dans la Partie I du manuscrit, les conditions expérimentales réelles utilisées en production et les propriétés du pré-imprégné déterminées dans ces travaux.

5.1.1 Description des conditions de fabrication

5.1.1.1 Matériaux de l'étude

Dans cette étude, les matériaux suivants ont été utilisés pour la fabrication des pré-imprégnés :

- **Fibres** : Fibres de carbone AS7-12K [45]
- **Matrice** : Poudre de Polyétheréthercétone (PEKK), PEKK7002PT [6], avec une granulométrie de 20µm.
- **Bain d'imprégnation** : Suspension aqueuse de poudre de polymère, dispersée avec un tensio-actif.

5.1.1.2 Paramètres de la ligne

Lors de campagnes de fabrication, un jeu de paramètres procédé a été défini et a été maintenu constant pour l'ensemble des essais.

Les paramètres suivants sont restés fixes au cours des essais :

- Vitesse de la ligne,
- Tension de la ligne,
- Paramètres d'imprégnation : matériaux et outillage,
- Débit de soufflage d'air,
- Débit d'extraction d'air.

Les paramètres de soufflage et d'extraction ont fait l'objet d'une étude préliminaire afin d'évaluer leur impact. Les résultats de cette étude seront présentés dans la section 5.1.2.

La puissance des lampes IR a été adaptée au cours des différents essais afin d'assurer les températures cibles dans chaque partie du four. Tous les pré-imprégnés étudiés ont été prélevés avant la phase de compaction dans le procédé de fabrication.

5.1.1.3 Stratégie de pilotage

Le four d'une ligne imprégnation basée sur la technologie d'imprégnation par voie aqueuse a pour rôle d'assurer l'évaporation du solvant et la fusion de la résine. Dans le cadre de cette étude, le four est utilisé pour la fabrication de pré-imprégnés à matrice PEKK dont le point de fusion est de l'ordre de 331°C. La puissance des lampes IR est donc adaptée dans les différentes parties du four (Figure 1.3) pour assurer ces rôles en fonction des autres paramètres comme la vitesse de la ligne et les spécifications visées du pré-imprégné (Table 5.1).

Table 5.1 – Caractéristiques cibles du pré-imprégné carbone/PEKK réalisé dans le cadre de cette étude

Paramètre	Valeur
Poids surfacique (g m^{-2})	194
Laize (après compaction) (mm)	49
Taux massique de résine (%)	32 ± 2
Taux volumique de fibre (%)	60 ± 2

5.1.1.4 Moyens de mesure sur la ligne d'imprégnation

Sur la ligne d'imprégnation, différents moyens de mesure ont été utilisés pour suivre l'évolution du pré-imprégné au cours du procédé de fabrication. Les détails liés à leur emplacement sur la ligne se trouvent en Annexe A.1.

- **Pyromètres** : Trois pyromètres sont disposés le long de la zone de chauffage, permettant de suivre la température du pré-imprégné le long de cette étape. Au moment des essais, aucune donnée sur l'évolution de l'émissivité au cours du procédé n'était disponible. Pour cette raison, la même émissivité de $\varepsilon = 0.75$ a été utilisée pour les 3 pyromètres permettant un suivi qualitatif de la température au cours du chauffage.
- **Thermocouples** :
 - Deux thermocouples sont insérés dans le réflecteur céramique, au centre du panneau supérieur du deuxième caisson dans chaque partie du four. Ces thermocouples servent à suivre l'évolution de la température des réflecteurs au cours du chauffage.

- L'air extrait du four par les vannes d'extraction de la partie basse, est mélangé dans une tuyère convergente. Un thermocouple est placé dans la partie convergente, permettant une mesure indicative de la température de l'air du four.
- Lors des essais effectués dans le cadre de cette thèse, des thermocouples supplémentaires ont été rajoutés sur la ligne. Trois thermocouples ont été positionnés au centre des bouches d'extraction 2, 3 et 4 afin d'avoir des données supplémentaires sur la température de l'air dans les différentes parties du four.
- **Autres capteurs** : Deux nappes laser sont positionnés après la phase de chauffage. Elles permettent de mesurer en ligne la largeur et l'épaisseur du pré-imprégné.

5.1.2 Influence de l'extraction d'air

5.1.2.1 Problématique

Dans la modélisation de l'étape de séchage/fusion de la fabrication du pré-imprégné sur la ligne d'imprégnation, une étape de modélisation d'un état stationnaire du procédé serait idéal. Ce régime est obtenu une fois que les différents éléments du four ont atteint une température constante. Cela inclut les réflecteurs, les panneaux de verre et l'air du four.

Des essais de fonctionnement ont été menés dans le but d'évaluer l'impact de différents paramètres sur l'obtention du régime stationnaire. L'effet du taux d'extraction sur l'obtention d'un régime stationnaire a été plus particulièrement analysé au travers de l'évolution de la température de l'air extraite du four. En effet, ce paramètre est important en raison des nombreux échanges convectifs entre le pré-imprégné et l'air au sein du four.

- **Convection naturelle** : Une différence de température entre l'air et le prépreg, ou les autres éléments du four induit des échanges convectifs.
- **Convection forcée** :
 - Dès lors que les lampes IR sont allumées, le système de ventilation doit être activé afin de préserver les connectiques électriques des lampes (risques d'arc électrique avec le dépôt de fibrilles de carbone). Un équilibre doit être trouvé afin de remplir ce rôle tout en maintenant les lampes au-dessus de la température nécessaire pour activer le cycle de sublimation du tungstène [67].
 - Le système d'extraction permettant d'évacuer l'air du four afin d'éviter la saturation du four en fumée ou humidité.
 - Le déplacement même du produit dans le four.

5.1.2.2 Description des essais

Afin d'évaluer l'impact du débit d'air dans le four sur l'obtention d'un régime stationnaire, des essais ont été réalisés en maintenant constants les paramètres de fonctionnement décrits dans la section 5.1.1. Durant ces essais, seul le débit d'extraction d'air a varié entre 15% et 90% afin de déterminer son influence sur l'évolution de la température de l'air extraite du four IR.

Table 5.2 – Influence de l'extraction de l'air : configurations et durée des essais

Extraction d'air	90%	50%	30%	15%	Durée de l'essai (min)
Essai 1	X				5
Essai 2	X				12
Essai 3	X				14
Essai 4		X			11
Essai 5		X			14
Essai 6			X		26
Essai 7				X	29

Les zones 1 à 3 dans la partie A et les zones 7 à 9 dans la partie B (Figure 1.3) ont été allumées et la puissance ajustée afin d'assurer l'évaporation de l'eau et la fusion de la matrice.

Comme précisé dans la Table 5.2, le temps d'essais varie d'un essai à un autre. Ceci n'était pas volontaire et est lié à des difficultés techniques rencontrées lors des essais. Malgré cette variabilité de temps d'essai, l'ensemble des essais mentionnés ont pu être exploités. Les résultats sont donnés dans le paragraphe suivant.

5.1.2.3 Résultats

Durant cette campagne, aucun essai n'a permis d'atteindre un régime stationnaire. En effet, la température de l'air extrait n'a jamais atteint une valeur stable. Afin de comparer l'ensemble des huit essais entre eux, le temps nécessaire pour augmenter la température de l'air extrait du four de 5°C sur des intervalles compris entre 35 et 75°C a été étudié. La Figure 5.1 met en évidence une tendance forte : la diminution de l'extraction provoque une accélération de la montée en température de l'air.

Cependant, ces essais ne permettent pas de conclure sur l'impact de la consigne d'extraction d'air du four sur la température finale de l'air, lorsque le régime stationnaire est atteint. En particulier, ces essais n'ont pas permis d'identifier si le régime stationnaire conduit à une température d'air extrait identique, quel que soit le taux d'extraction.

D'autres essais réalisés à l'IRT ont permis de constater qu'au moins 40min sont nécessaires pour stabiliser la température de l'air extrait du four, mais ayant été

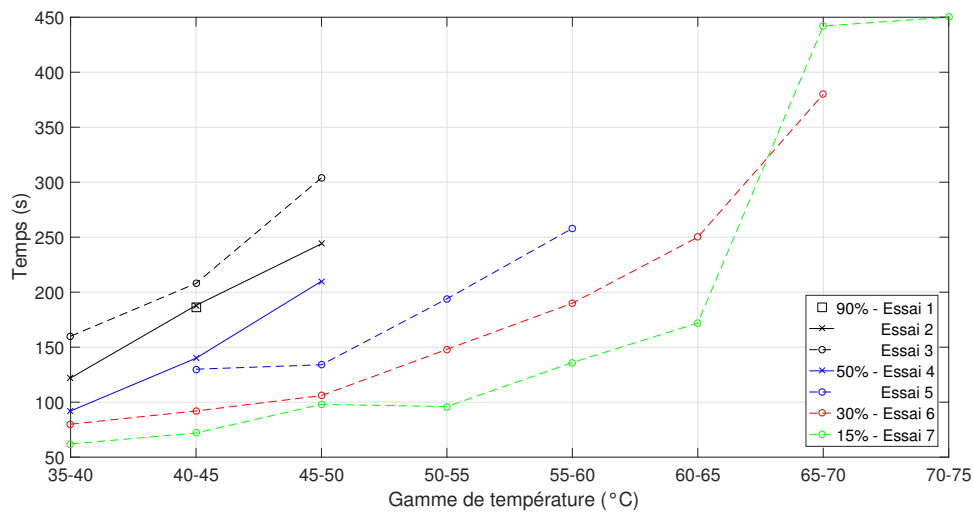


Figure 5.1 – Temps de chauffage en fonction de la gamme de température pour différentes puissances d'extraction de l'air

réalisés dans des conditions sensiblement différentes, ces essais n'ont pas fourni d'informations suffisantes sur la température finale.

Une influence de l'extraction sur la variabilité de la température du pré-imprégné en sortie du four a pu être observée au cours de ces essais. En effet, pour des valeurs d'extraction de 90% et 50%, la stabilité de la température de sortie est bonne ($\sigma < 10\%$), mais avec la diminution du débit d'extraction, la variabilité augmente ($\sigma > 10\%$). Ceci pourrait être lié à une mauvaise évacuation de l'humidité et de la fumée qui impacte les échanges convectif ou à la rugosité de la surface du pré-imprégné qui impacte les mesures de température effectuées par le pyromètre A. L'évolution de la morphologie du pré-imprégné fera l'objet de la section suivante.

5.1.2.4 Conclusion partielle

Le temps pour atteindre le régime stationnaire étant relativement long, les campagnes d'essais réalisées dans la majeure partie de cette étude ont été limitées à environ 15min. Ce choix a permis d'effectuer plusieurs essais sous les mêmes conditions afin d'évaluer la répétabilité et de limiter la quantité de matière engagée.

5.2 Le pré-imprégné aux différents stades de la ligne d'imprégnation

5.2.1 Essais et prélèvements

Afin de mieux comprendre le processus de séchage, de fusion de la matrice et d'analyser l'évolution de la morphologie des pré-imprégnés aux différents stades du four, des échantillons ont été prélevés à différents endroits de la ligne au cours d'une campagne

de fabrication. Le protocole de prélèvement dans le four IR est tout d'abord présenté, ainsi que la préparation des échantillons en vue de leur caractérisation. L'analyse porte sur deux points particuliers :

- L'évolution du taux d'humidité en fonction de la position dans le four
- L'évolution des taux volumiques des différentes phases composant le prepreg en fonction de son état : sec, intermédiaire ou fondu.

Les résultats obtenus sont issus de trois campagnes d'essais (Essai A,B et C), d'une durée de 15min chacun. Ces résultats seront repris dans le Chapitre 6 pour alimenter la modélisation des propriétés thermo-physiques. Ces propriétés seront ensuite utilisées dans le Chapitre 7 pour la simulation numérique du chauffage du pré-imprégné. Ces essais ont été menés sous les conditions décrites dans la section 5.1.1.2. Des informations supplémentaires sur les températures mesurées au cours des essais se trouvent dans l'Annexe B.

5.2.1.1 Problématique

Une des difficultés de ces travaux, est la possibilité d'obtenir des informations sur le produit en fonction de son état dans le four IR. En effet, la nature du produit et du procédé soulève plusieurs problématiques :

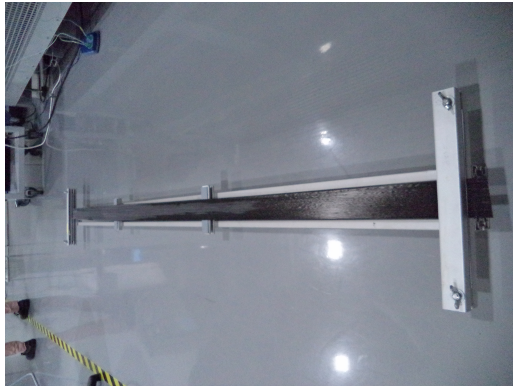
- La nature fermée de l'enceinte du four IR et l'utilisation de rayonnement à forte puissance rendent délicate l'instrumentation du four IR.
- La nature fibreuse du pré-imprégné, rend difficile les prélèvements de matière dans le four, avant la fusion de la matrice. En effet, sans fusion de la matrice, le pré-imprégné n'a aucune tenue et aucun échantillon ne peut être prélevé directement.
- Pour observer l'état du pré-imprégné à différents stades, il est nécessaire d'effectuer des prélèvements rapidement afin de limiter l'exposition de la matière à la chaleur du four.

5.2.1.2 Protocole de prélèvement

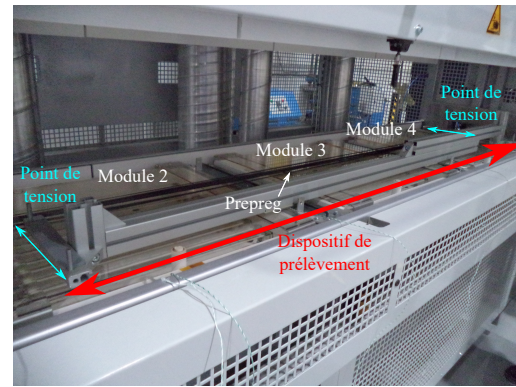
Des dispositifs ont été fabriqués afin d'effectuer des prélèvements à différents endroits du four. Un de ces dispositifs est montré sur la Figure 5.2. Il permet de prélever environ 2/3 de la longueur du pré-imprégné dans le four IR (Prélèvement P3 Figure 5.3).

Afin de maintenir la tension dans le pré-imprégné lors du prélèvement, l'échantillon est maintenu sur ses deux extrémités. Il est important de préciser que la tension appliquée lors du prélèvement n'est pas quantifiée et n'est pas la même que celle appliquée durant la fabrication.

D'autres dispositifs similaires ont permis de prélever la partie humide du prepreg avant le four IR (P1 sur la Figure 5.3) et à l'entrée du four (P2 sur la Figure 5.3).



(a)



(b)

Figure 5.2 – Exemple de dispositif de prélèvement utilisé dans le four IR de la ligne d’imprégnation. (a) Un dispositif et son échantillon prélevé, vue de dessus, (b) Placement du dispositif dans le four IR

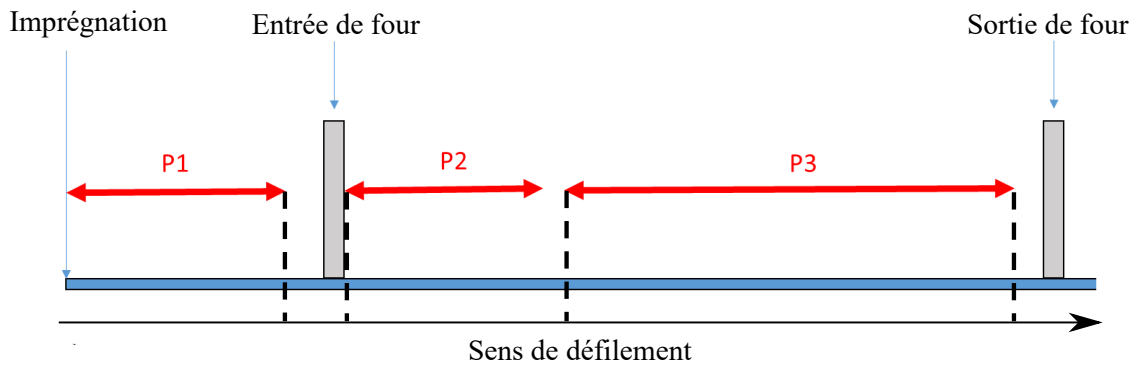


Figure 5.3 – Localisations des prélèvements dans le four IR.

5.2.1.3 Observations macroscopiques

La Figure 5.4 montre les échantillons prélevés à la sortie du four en position P3. Ces images montrent une vision de dessus des échantillons. Trois zones peuvent être identifiées sur ces images.

1. **Zone sèche** : Le pré-imprégné a un aspect blanchâtre. La poudre de PEKK n’a pas encore fondu et se trouve à l’état rugueuse d’origine.
2. **Zone de transition** : Une zone en forme de V est visible. Dans celle-ci, la fusion du polymère a commencé sur les bords du pré-imprégné, reconnaissable par son aspect noir brillant. La poudre dans la zone centrale n’a pas encore fondu et maintien son aspect blanchâtre.
3. **Zone fondue** : La poudre de polymère a fondu dans toute la largeur du pré-imprégné. Cette transition est accompagnée d’une diminution de la largeur du pré-imprégné, visible sur la Figure 5.4b, qui est une conséquence de la coalescence des particules et la formation de ponts entre les fibres (Figure ??).

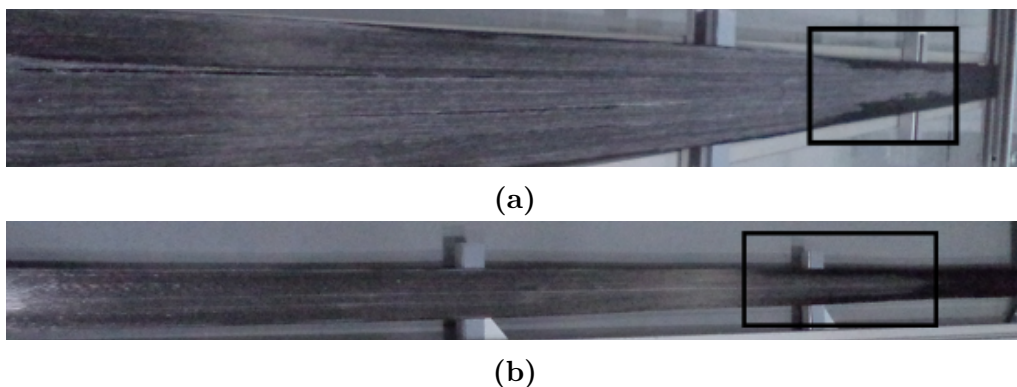


Figure 5.4 – Vue de-dessus de deux prélèvements P3 de pré-imprégné à la sortie du four et localisation de la zone de transition sec-fondu

5.2.1.4 Préparation des échantillons de pré-imprégné

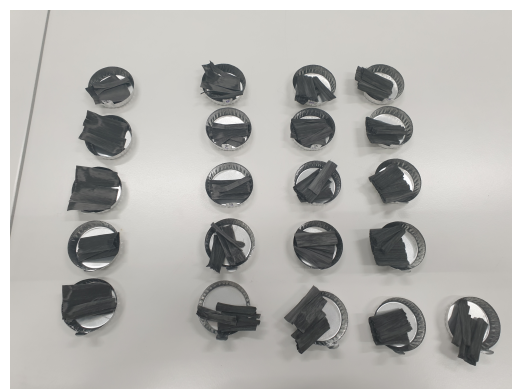
Afin de caractériser les propriétés physiques, optiques et la microstructure du pré-imprégné à différents stades du four, des échantillons ont été prélevés sur les rubans de pré-imprégnés.

Mesure du taux d'humidité

Les échantillons présents sur les dispositifs positionnés en P1 et P2, ont été découpés (Figure 5.5a) et placés dans des coupelles en aluminium (Figure 5.5b). Un protocole de séchage a été appliqué sur ces échantillons afin d'évaluer le niveau de phase aqueuse dans le pré-imprégné.



(a)



(b)

Figure 5.5 – Prélèvements des échantillons pour mesurer l'évolution du taux d'humidité. (a) Préparation des échantillons, (b) Exemple d'échantillons obtenus

Caractérisation des propriétés optiques

Afin d'effectuer la caractérisation de la transmissivité et de la réflectance du pré-imprégné à différents stades du procédé, il était nécessaire d'obtenir des échantillons

dont les dimensions permettaient l'utilisation du spectromètre IRTF (assez petit pour être positionnés sur la sphère intégrante, en gardant une surface de mesure plus grande que l'ouverture de celle-ci $\varnothing 25\text{mm}$) en maintenant la tension de l'échantillon. Pour cela, des cadres en carton, de taille adaptée à chaque échantillon, ont été créés. Ces dispositifs permettent de maintenir le contour de l'échantillon sans toutefois recouvrir la surface de celles-ci, à l'instar d'une diapositive maintenant une pellicule photographique. L'ensemble des échantillons prélevés sont montrés sur la Figure 5.6.

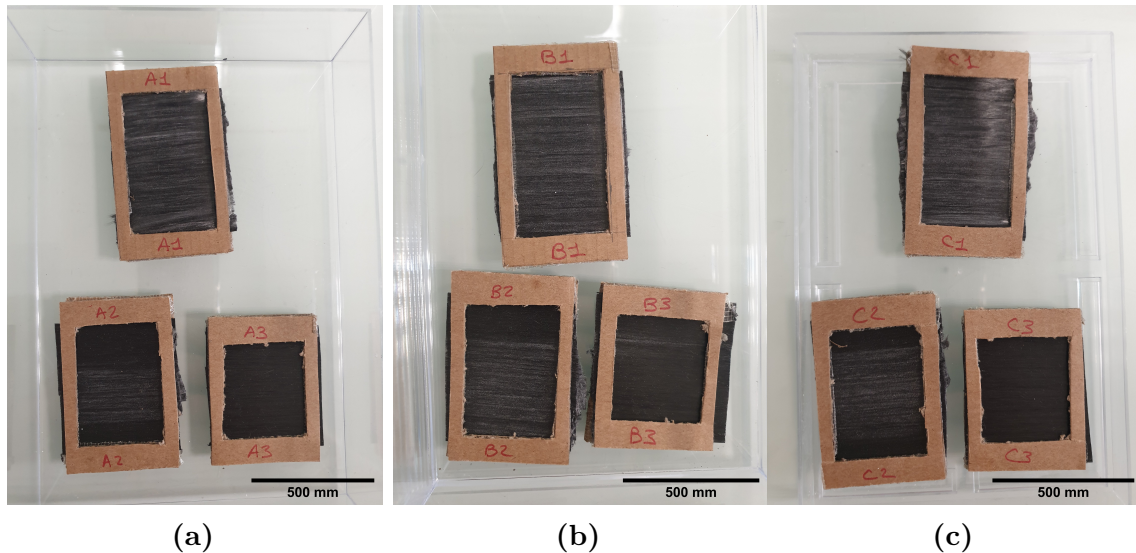
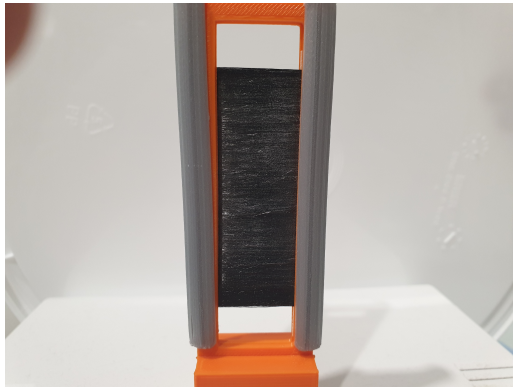


Figure 5.6 – Échantillons pour la caractérisation des propriétés optiques

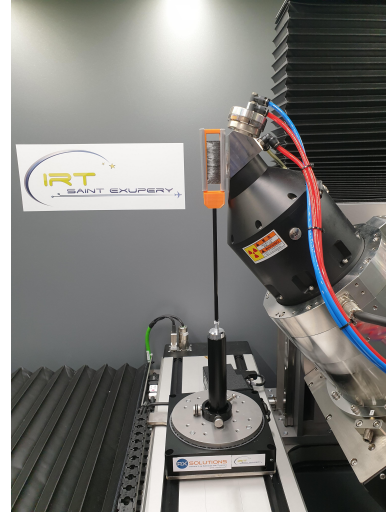
Observations microscopiques

Pour estimer le taux volumique des pré-imprégnés à chaque phase du procédé et observer la distribution de la matrice dans les fibres de carbone, deux types d'échantillons ont été préparés. Des premiers échantillons ont été enrobés pour permettre l'observation à l'aide d'un microscope inversé et un échantillon a été préparé pour réaliser une analyse tomographique.

- *Enrobés* Afin de maintenir la microstructure le mieux possible, les échantillons ont été pré-enrobés avec une résine d'enrobage à froid, directement sur le dispositif de prélèvement. Les pré-enrobages ont ensuite été découpés à l'aide d'une micro-tronçonneuse avant d'être à nouveau enrobés puis polis.
- *Tomographie à rayons X* Afin d'effectuer des mesures à l'échelle souhaitée, c'est-à-dire inférieure à la dimension caractéristique des fibres de carbone qui est de $7\mu\text{m}$, l'échantillon doit être très proche du détecteur et pouvoir faire une rotation complète. Pour satisfaire l'ensemble de ces besoins, un porte échantillon a été fabriqué avec de l'ABS par fabrication additive (Figure 5.7). La nature de ce porte échantillon est compatible avec le contraste de phase attendu pour l'échantillon.



(a)



(b)

Figure 5.7 – Observations tomographiques. (a) Échantillon de pré-imprégné
(b) Montage expérimental

5.2.2 États morphologiques

Le pré-imprégné est composé de quatre phases (en négligeant les additifs du bain d'imprégnation) : les fibres de carbone c , la matrice thermoplastique $PEKK$, l'eau e et l'air a . Sa composition peut être définie par les fractions massiques de chaque phase X_i (Equation 5.1) ou par les fractions volumiques de chaque phase V_i (Equation 5.2).

$$X_c + X_{PEKK} + X_e = 1 \quad (5.1)$$

$$V_c + V_{PEKK} + V_e + V_a = 1 \quad (5.2)$$

La masse volumique de l'air est très faible devant la masse des autres phases (Table (5.3)), pour cette raison la fraction massique X_a est négligée.

Table 5.3 – Masse volumique des différentes phases du pré-imprégné , et la masse linéique des fibres de carbone

	Carbone : AS7-12K	PEKK	Eau	Air
Masse volumique (kg m^{-3})	1790	1290	1000	1.2
Masse linéique (g m^{-1})	0.796	-	-	-

Trois états du pré-imprégné peuvent être distingués :

1. **État humide** De la sortie du bain d'imprégnation jusqu'à l'évaporation de la phase aqueuse, le pré-imprégné est dans un état dit humide h . En première approche, il a été considéré que les fibres sont parfaitement imprégnées d'eau, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de présence de bulles d'air ($V_a^h = 0$).

2. **État sec** Dans l'état sec *s*, la phase aqueuse s'est évaporée. Le pré-imprégné est alors composé des fibres de carbone, du polymère sous forme de poudre et d'air. La Figure 5.8 montre une coupe, perpendiculaire aux fibres de l'état sec. La poudre de polymère, qui n'a pas encore atteint sa température de fusion, se distingue par la forme rugueuse des particules. En effet, elle se trouve à "l'état initial" telle que définie sur la Figure ???. La distribution de la matrice dans l'épaisseur est également visible. Il apparaît une bonne distribution des particules au cœur du pré-imprégné, mais une faible imprégnation en surface.
3. **État fondu** A l'état fondu *f*, les différentes particules ont atteint la température de fusion du polymère. Les prélèvements ont été effectués rapidement à l'ouverture du four IR dans le but de figer la morphologie obtenue à l'état fondu. Lors des observation du pré-imprégné à cette étape, l'échantillon est donc à l'état solide. La Figure 5.9 montre une coupe perpendiculaire aux fibres. La transformation de la résine depuis l'état sec apparaît distinctement. En effet, ici la coalescence des particules et la formation de ponts sont en cours.

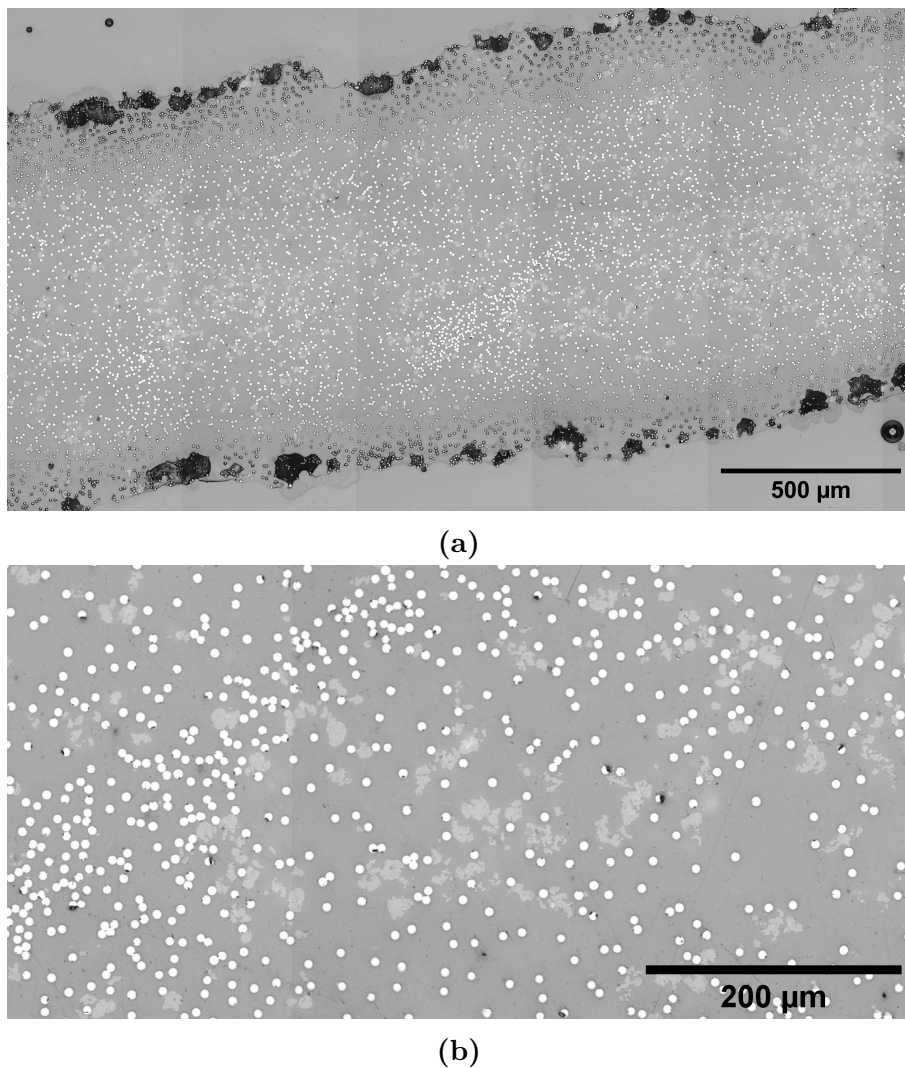
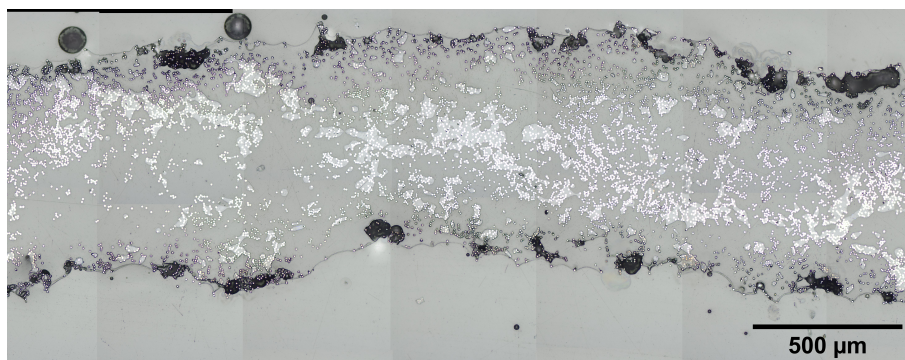
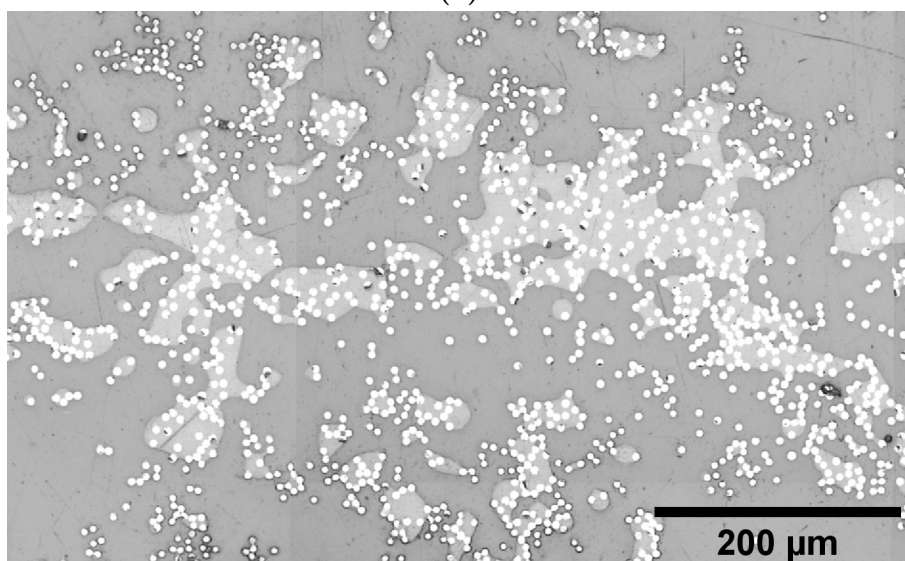


Figure 5.8 – Pré-imprégné sec. La poudre PEKK n'a pas encore atteint sa température de fusion. (a) Épaisseur du pré-imprégné (b) Zoom à cœur



(a)



(b)

Figure 5.9 – Pré-imprégné fondu. Le PEKK a atteint sa température de fusion, la coalescence des particules et la formation de ponts sont en cours. (a) Épaisseur, (b) Zoom à coeur

Une diminution de l'épaisseur est également observable au cours du chauffage du pré-imprégné. En effet, la Figure 5.10 montre une nette diminution de la largeur et de l'épaisseur du pré-imprégné au cours du procédé. Lorsque les particules fondent, la tension du pré-imprégné comprime les particules fondues, favorise la coalescence et la formation des ponts entre les fibres. Ce phénomène a pour conséquence une réduction du taux de porosité et du volume du pré-imprégné. La diminution de la largeur se fait progressivement le long de la ligne puisque les particules fondent de l'extérieur vers l'intérieur dans la direction de la largeur. L'épaisseur est mesurée sur la partie centrale du pré-imprégné où la poudre est toujours à l'état sec durant la phase de transition. La diminution de l'épaisseur dans cette zone se fait alors de façon plus marquée lors de la fusion du polymère.

La largeur et l'épaisseur du pré-imprégné aux différents stades de la ligne d'imprégnation ont été déterminées par des mesures dites "macros" à l'aide d'outils de mesure

directement sur l'échantillon. Une valeur d'épaisseur obtenue par analyse d'image a également été relevée pour les échantillons enrobés de pré-imprégné à l'état fondu.

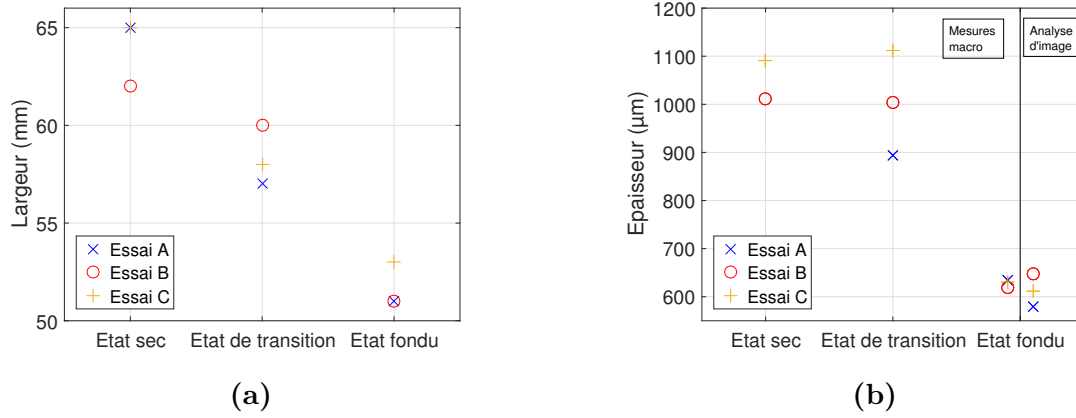


Figure 5.10 – Évolution de la largeur (a) et de l'épaisseur (b) du pré-imprégné.

5.2.3 Détermination des fractions massiques/volumiques

La détermination des différents fractions massique et volumique a été réalisée par étape, suivant la démarche décrite ci dessous :

Fractions massiques

1. État fondu : X_C^f et X_{PEKK}^f

Les fraction massiques à l'état fondu sont déterminées à partir du nombre de bobines de fibres N_B et de la connaissance de la masse linéique du carbone m_{lC} (Table 5.3). Cinq échantillons de longueur l sont prélevés à la sortie du four pendant la production et la masse moyenne de ces échantillons, notée m_{tot} , est utilisée dans les équations 5.3 et 5.4 pour déterminer les fractions massiques.

$$X_C^f = \frac{N_B \cdot l \cdot m_{lC}}{m_{tot}} \quad (5.3)$$

$$X_{PEKK}^f = 1 - X_C^f \quad (5.4)$$

2. État sec : X_C^s et X_{PEKK}^s

Aucun changement de masse n'a lieu entre l'état sec et fondu, les fractions massiques sont donc identiques à celles de l'état fondu (Équations 5.5 et 5.6).

$$X_C^s = X_C^f \quad (5.5)$$

$$X_{PEKK}^s = X_{PEKK}^f \quad (5.6)$$

3. État humide : X_C^h , X_{PEKK}^h et X_e^h

Dans un premier temps, la fraction humide X_e^h est déterminée expérimentalement à l'aide d'un dessiccateur et d'échantillons prélevés à la sortie du module d'imprégnation. Une fois cette valeur connue, les fractions massiques de carbone et de PEKK peuvent être déterminés à partir de la connaissance de leurs proportions à l'état fondu. (Équations 5.7 et 5.8). La masse d'air étant négligeable par rapport aux autres phases, la présence de porosités n'est pas prise en compte à l'état humide.

$$X_C^h = (1 - X_e^h)X_C^f \quad (5.7)$$

$$X_{PEKK}^h = (1 - X_e^h)X_{PEKK}^f \quad (5.8)$$

Fractions volumiques

4. Etat humide : V_C^h , V_{PEKK}^h et V_e^h

Les fractions volumiques à l'état humide sont déterminées à partir des fractions massiques à l'état humide (Équations 5.9-5.12) et des masses volumiques des différentes phases. Pour ces calculs, le volume total de l'échantillon sera noté v_{tot} .

$$V_C^h = \frac{X_C^h}{\rho_C v_{tot}} \quad (5.9)$$

$$V_{PEKK}^h = \frac{X_{PEKK}^h}{\rho_{PEKK} v_{tot}} \quad (5.10)$$

$$V_e^h = \frac{X_e^h}{\rho_e v_{tot}} \quad (5.11)$$

$$v_{tot} = \frac{X_C^h}{\rho_C} + \frac{X_{PEKK}^h}{\rho_{PEKK}} + \frac{X_e^h}{\rho_e} \quad (5.12)$$

5. État sec : V_C^s , V_{PEKK}^s et V_a^s

A l'état sec, le taux volumique de l'air doit être pris en compte. Deux méthodes de calcul sont alors possibles.

a) Volume macroscopique

Un volume de contrôle est défini à partir des mesures de largeur L et d'épaisseur e et d'une longueur arbitraire l (Équation 5.13)

$$v_{tot}^s = e * L * l \quad (5.13)$$

La masse des fibres de carbone est calculée à partir de la masse linéique des fibres de carbone (Équation 5.14)

$$m_C = N_B \cdot m_{lc} \cdot l \quad (5.14)$$

La masse totale m_{tot} du volume de contrôle est calculée à partir de l'Équation 5.15 ce qui permet de déterminer la masse de la matrice (Équation 5.16).

$$m_{tot} = \frac{m_C}{X_C^s} \quad (5.15)$$

$$m_{PEKK} = m_{tot} - m_C \quad (5.16)$$

Les fractions volumiques sont alors données par les équations 5.17-5.19.

$$V_C^s = \frac{m_C}{\rho_C v_{tot}} \quad (5.17)$$

$$V_{PEKK}^s = \frac{m_{PEKK}}{\rho_{PEKK} v_{tot}} \quad (5.18)$$

$$V_a^s = 1 - (V_C^s + V_{PEKK}^s) \quad (5.19)$$

b) Analyse d'image

Le taux de porosités (V_a^s) est déterminé par analyse d'image à partir d'observations microscopiques ou par tomographie à rayon X.

Les taux volumiques de carbone et de PEKK sont alors calculés à partir de la connaissance de la composition du pré-imprégné à l'état humide (Équations 5.20-5.21).

$$V_C^s = \frac{V_C^h(1 - V_a^s)}{V_C^h + V_{PEKK}^h} \quad (5.20)$$

$$V_{PEKK}^s = \frac{V_{PEKK}^h(1 - V_a^s)}{V_C^h + V_{PEKK}^h} \quad (5.21)$$

6. État fondu : V_C^f , V_{PEKK}^f et V_a^f

La même démarche utilisée pour déterminer la composition à l'état sec peut être appliquée pour déterminer la composition à l'état fondu. A partir de la valeur de V_a^f déterminée par analyse d'image, les équations présentées précédemment peuvent être utilisées pour calculer V_C^f , V_{PEKK}^f .

5.2.4 Résultats

5.2.4.1 Fractions massiques

La démarche expliquée ci-dessous a été appliquée pour déterminer les fractions massiques des différentes phases aux différents stades de chauffage.

Les fractions massiques sont tout d'abord déterminées pour chaque essai à partir des échantillons prélevés au cours de la production à la sortie du four (Table 5.4).

Le taux d'humidité est ensuite déterminé, pour chaque essai, à l'aide d'un dessiccateur. La Figure 5.11 montre l'évolution de la masse des échantillons au cours du séchage.

Table 5.4 – Fractions massiques de carbone et de PEKK dans le pré-imprégné aux états sec et fondu

	Essai A	Essai B	Essai C
$X_C^{s,f}$ (%)	68.42	65.34	64.55
$X_{PEKK}^{s,f}$ (%)	31.58	34.66	35.45

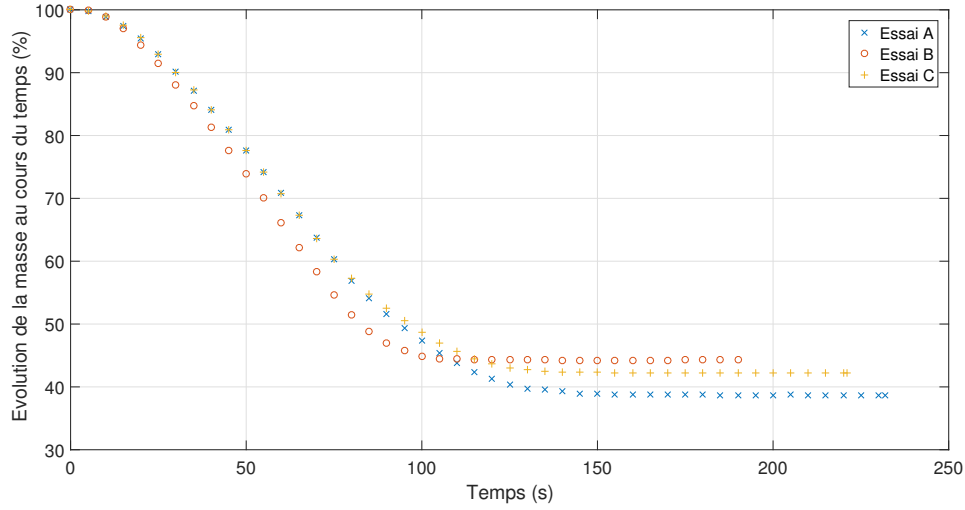


Figure 5.11 – Évolution de la masse des échantillons humides au cours du temps. Mesure réalisée à l’aide d’un dessiccateur.

Un programme standard à 200°C avec comme critère d’arrêt une variation en masse de 1mg pendant 90s a été réalisé sur chaque échantillon.

Les valeurs numériques du taux d’humidité et les fractions massiques en carbone et PEKK calculées à partir de l’état fondu sont données dans le Table 5.5.

Table 5.5 – Fractions massiques du pré-imprégné à l’état humide

	Essai A	Essai B	Essai C
X_e^h (%)	61.3	55.71	57.77
X_C^h (%)	26.48	28.94	27.26
X_{PEKK}^h (%)	12.22	15.35	14.97

Une variabilité relativement importante du taux d’humidité peut être remarquée ici. Elle est une conséquence de la variabilité du taux massique de PEKK. Lorsque le taux volumique de polymère diminue le taux massique d’eau augmente. En effet, si le volume est occupé par le polymère, il ne peut être occupé par la phase aqueuse ; donc plus le taux d’emport en polymère sera faible, plus la quantité d’eau retenue par les fibres lors de l’imprégnation dans le bain aqueuse sera importante.

L’évolution du taux d’humidité en fonction du temps, mesurée à l’aide du dessiccateur, n’est pas représentative de la cinétique de chauffage dans le four IR. En effet, les

modes de chauffage et les puissances utilisées ne sont pas comparables. La Figure 5.12 montre l'évolution du taux d'humidité par rapport à la position dans le four. Ces mesures ont été effectuées en appliquant un cycle de chauffage en étuve à 120°C pendant 2 heures et en mesurant l'évolution de la masse avant et après chauffage.

Le taux d'humidité avant l'entrée du pré-imprégné dans le four reste relativement stable. Dès son entrée dans le four, l'air chaud et le rayonnement IR augmentent rapidement la température du pré-imprégné. La transition humide/sec peut être observée, pour les trois essais, à environ 10% de la longueur du four. Avec les vitesses utilisées ici, ceci correspond à un temps de séchage entre 3 et 4s.

5.2.4.2 Fractions volumiques

Les fractions volumiques des différents composants, calculées à partir des fractions massiques, sont données dans la Table 5.6.

Pour analyser les fractions volumiques aux états sec et fondu, les différentes approches sont décrites ci-après.

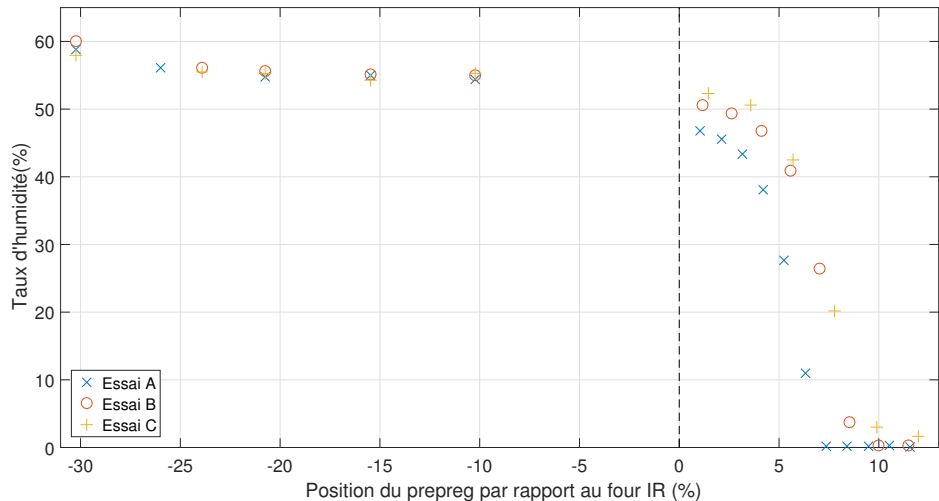


Figure 5.12 – Évolution du taux d'humidité au cours du séchage

Table 5.6 – Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état humide

	Essai A	Essai B	Essai C
V_e^h (%)	72.11	67.01	68.04
V_C^h (%)	17.01	19	18.6
V_{PEKK}^h (%)	10.88	13.99	13.36

1. Volume macroscopique

Le calcul du volume de contrôle d'un échantillon de longueur $l = 15\text{cm}$, pour l'état sec et fondu de chaque échantillon a été réalisé. Les dimensions sont données dans la

Table 5.7 pour l'état sec et la Table 5.8 pour l'état fondu. Les mesures de largeur ont été effectuées à l'aide d'un régle, après prélèvement sur la ligne. Les mesures d'épaisseur ont été effectuées par analyse d'image.

Table 5.7 – Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état sec. Valeurs calculées à partir d'un volume de contrôle de longueur $l = 15\text{cm}$

	Essai A	Essai B	Essai C
Largeur (mm)	65	62	65
Épaisseur (μm)	-	1010,5	1091
Volume (mm^3)	-	9.3976	10.6373
V_C^s (%)	-	8.52	7.52
V_{PEKK}^s (%)	-	6.27	5.73
V_a^s (%)	-	85.21	86.74

Table 5.8 – Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état fondu. Valeurs calculées à partir d'un volume de contrôle de longueur $l = 15\text{cm}$

	Essai A	Essai B	Essai C
Largeur (mm)	51	51	53
Épaisseur (μm)	607	633.3	621.5
Volume (mm^3)	4.6436	4.8447	4.9409
V_C^f (%)	17.24	16.52	16.2
V_{PEKK}^f (%)	11.04	12.16	12.35
V_a^f (%)	71.72	71.32	71.45

L'inconvénient de cette méthode est qu'elle a tendance à sur-estimer le taux de vide, d'une part car la variation de l'épaisseur dans la largeur n'est pas prise en compte, et d'autre part, car le volume représentatif est assimilé à un parallélépipède. Dans les faits, la surface du pré-imprégné est rugueuse. A titre indicatif, l'état de surface d'un échantillon fondu (Essai C), mesuré avec un microscope confocal est donné sur la Figure 5.13. Le taux de porosités à la surface du pré-imprégné peut alors être surestimé.

2. Analyse d'image

a) Tomographie à rayon X

Un essai préliminaire a été mené pour étudier la faisabilité de mesures tomographiques sur des échantillons secs. Le montage expérimental a été décrit dans la section 5.2.1.4. Un échantillon sec, provenant d'un essai préliminaire effectué dans les mêmes conditions que les essais étudiés dans ce chapitre, a été utilisé. La Figure 5.14a montre une vision 3D de l'échantillon caractérisé avec une résolution de $3.9\mu\text{m}/\text{voxel}$. La Figure 5.14b montre une coupe transversale de l'échantillon, parallèle aux fibres.

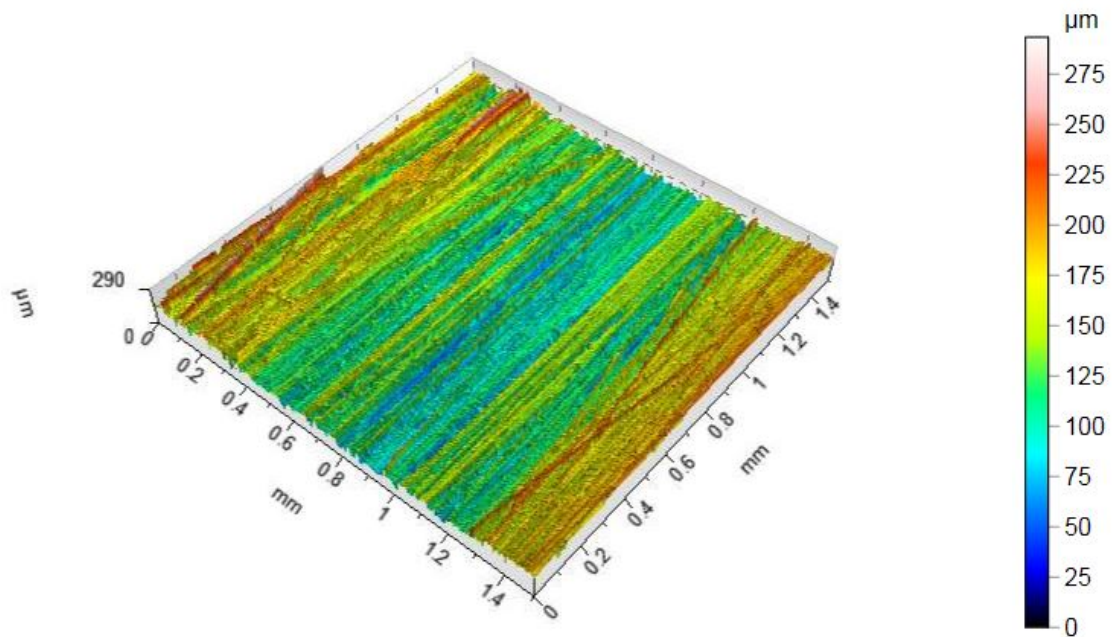


Figure 5.13 – Surface d'un échantillon de pré-imprégné à l'état fondu. Résolution = 2.86nm

A partir de ces images, nous avons pu estimer un taux de porosités de 77,87% pour un volume analysé de $47,68\text{mm}^3$ ($1,67\text{mm} \times 6,37\text{mm} \times 4,47\text{mm}$). Ces résultats sont prometteurs et montrent que cette voie pourra être utilisée dans des études ultérieures pour évaluer ce type de paramètre. Cependant, plusieurs échantillons devront être mesurés pour prendre en compte la variation de la distribution de PEKK dans l'épaisseur. Le résultat présenté ici concerne le cœur du pré-imprégné où la matrice est plus présente qu'en surface. Le taux de porosité réel, en tenant compte de l'ensemble de la section transverse du pré-imprégné devrait être supérieur à la valeur trouvée ici.

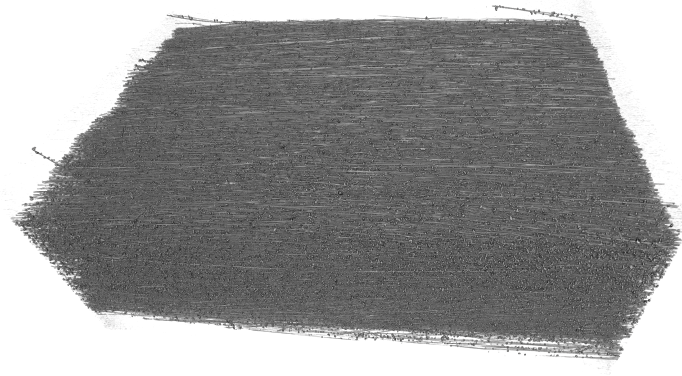
b) *Microscope optique*

Pour chaque essai, à l'exception de l'essai A, un échantillon sec et un autre fondu a été observé à l'aide d'un microscope optique inversé. Pour l'essai A, un échantillon à l'état sec a été étudié. Afin de déterminer le taux de porosité de chaque échantillon aux deux états (V_a^s, V_a^f), une routine couplant le logiciel de traitement d'image ImageJ à Matlab® a été utilisée.

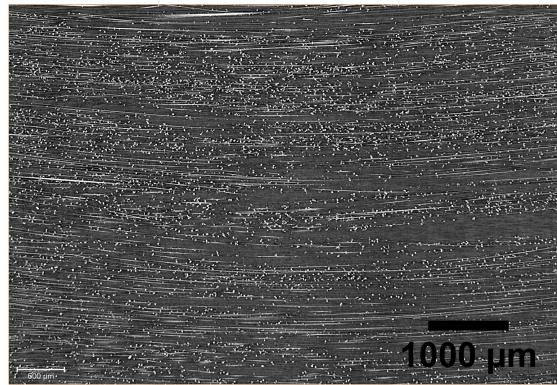
Pour chaque configuration, un échantillon représentant environ une demi-largeur de pré-imprégné a été observé. La Figure 5.15 montre l'exemple d'un échantillon de l'Essai A à l'état fondu.

La démarche suivie pour déterminer le taux de porosités est la suivante :

- Découpe de l'image globale en plusieurs sous-parties. La Figure 5.16a montre l'exemple d'une sous-partie de l'échantillon de la Figure 5.15.
- Si besoin l'image subit une rotation pour que le pré-imprégné soit horizontal.
- L'image est inversée et rognée, afin d'éliminer les zones hors du pré-imprégné (Figure 5.16c).



(a)



(b)

Figure 5.14 – Représentation 3D de l'échantillon à partir de mesures par tomographie à rayons X (a) et coupe prise au centre d'un échantillon sec (b)

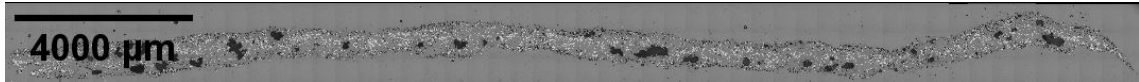


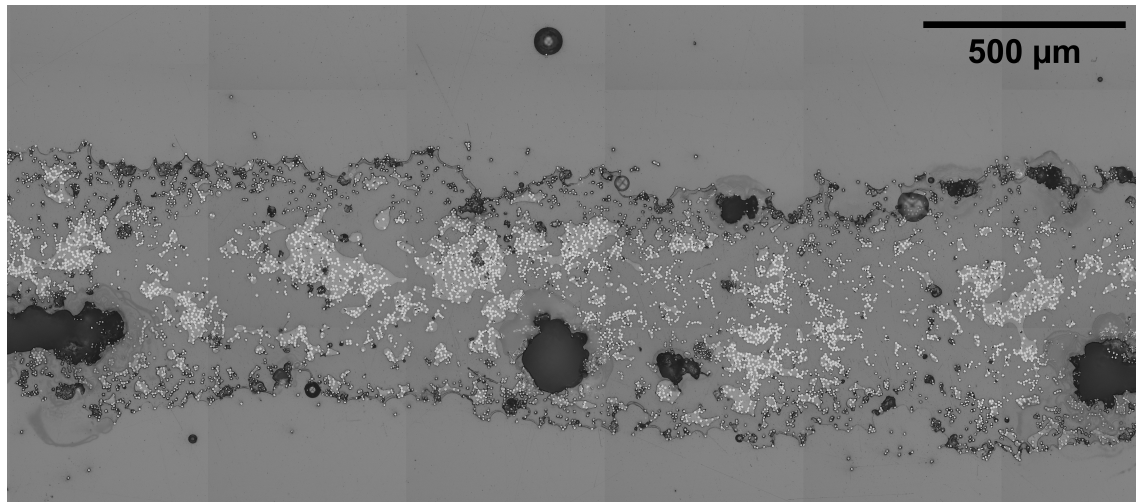
Figure 5.15 – Pré-imprégné à l'état fondu prélevé dans le four à la fin de l'essai A

- Le taux de porosités est calculé par le rapport entre la surface de vide et la surface totale de l'image.
- Le taux de porosités moyen est calculé à partir de l'équation 5.22 avec V_i le taux de porosité de la sous-région i et L_i la longueur du pré-imprégné de la sous-région i .

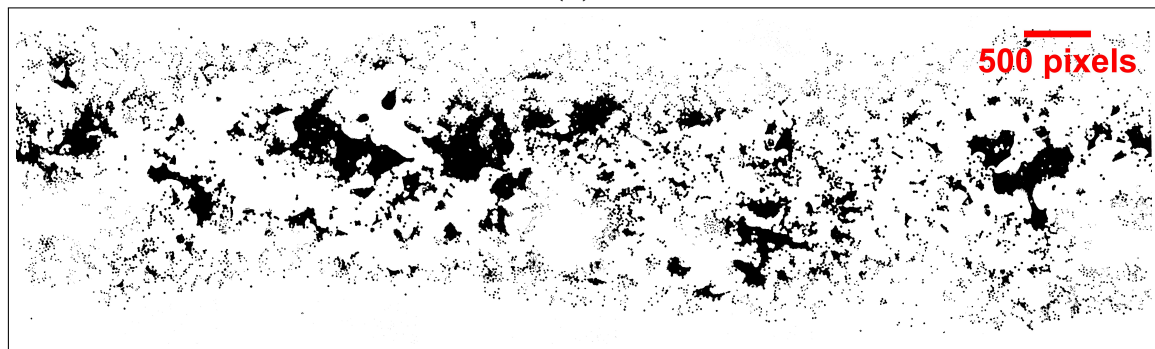
$$V_a^f = \sum_i^N \frac{V_i L_i}{\sum_i^N L_i} \quad (5.22)$$

Les résultats issus de ces analyses sont donnés dans la Table 5.9 pour l'état sec et la Table 5.10 pour l'état fondu.

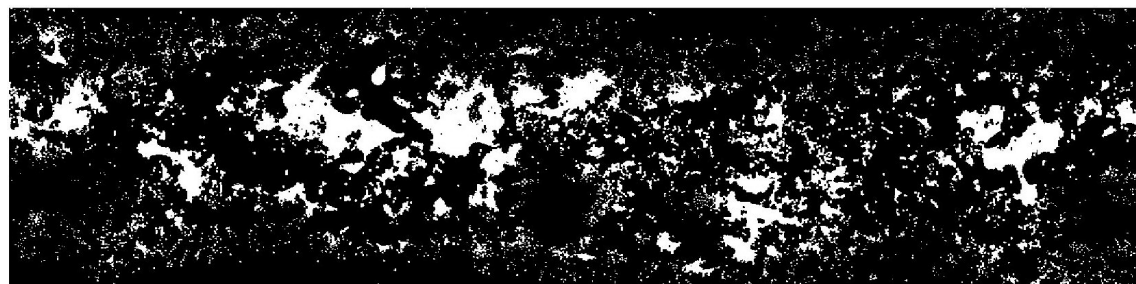
Cette démarche présente plusieurs points faibles. Dans un premier temps, de même que dans le cas du calcul macroscopique, les porosités à la surface du pré-imprégné sont sur-estimées. Ceci est visible sur la Figure 5.16c où l'épaisseur de la partie inférieure gauche est plus faible. Dans un second temps, des difficultés ont été



(a)



(b)



(c)

Figure 5.16 – Illustration du procédé de traitement d'image utilisé pour déterminer le taux de porosités à l'état sec ou fondu. (a) Sous région de l'échantillon fondu provenant de l'essai A, (b) Binarisation et post-traitement de la sous région, (c) Image inversée et rognée pour inclure uniquement le pré-imprégné, utilisé pour calculer le taux de porosités.

rencontrées pour effectuer la binarisation des fibres surfaciques. Des problèmes de luminosité, probablement induits par l'interface entre le pré-enrobage et l'enrobage engendre une sous-estimation de la taille des fibres et de la matrice se trouvant proche de la surface.

Table 5.9 – Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état sec, calculées par analyse d'image

	Essai A	Essai B	Essai C
Longueur analysée (μm)	-	15579	3167
V_a^s (%)	-	91.3	90
V_C^s (%)	-	5	5.8
V_{PEKK}^s (%)	-	3.7	4.2

Table 5.10 – Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état fondu, calculées par analyse d'image

	Essai A	Essai B	Essai C
Longueur analysée (μm)	15026	14049	5556
V_a^s (%)	85.7	84.63	84.17
V_C^f (%)	8.7	8.9	9.2
V_{PEKK}^f (%)	5.6	6.5	6.6

La Figure 5.17 montre l'exemple du taux de porosités en fonction de l'épaisseur dans le cas de la sous-région de l'échantillon A décrite sur la Figure 5.16. Une variation entre 60% et 100% est visible. En effet, le taux de porosités est très élevé dans les zones frontalières et beaucoup moins dans la zone centrale, plus riche en matrice. Le traitement de la zone centrale engendre moins d'erreurs lors du traitement. En effet, le pré-enrobage de l'échantillon induit des perturbations pour les fibres se trouvant à la surface du pré-imprégné.

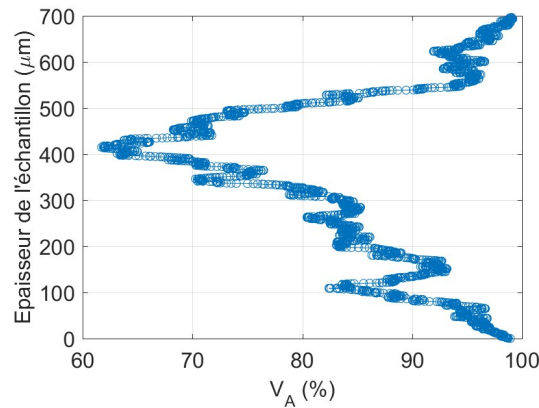


Figure 5.17 – Exemple de l'évolution du taux de porosités en fonction de l'épaisseur de l'échantillon

Ces trois approches donnent des résultats cohérents au sein d'une même méthode, mais différents d'une méthode à une autre (Figure 5.18). Pour la suite de ces travaux, les résultats provenant du calcul macroscopique seront utilisés. En effet, dans l'état sec, le calcul macroscopique présente un compromis entre la sous-estimation faite

par l'analyse des mesures tomographiques et la sur-estimation faite lors de l'analyse d'images provenant d'observations au microscope optique.

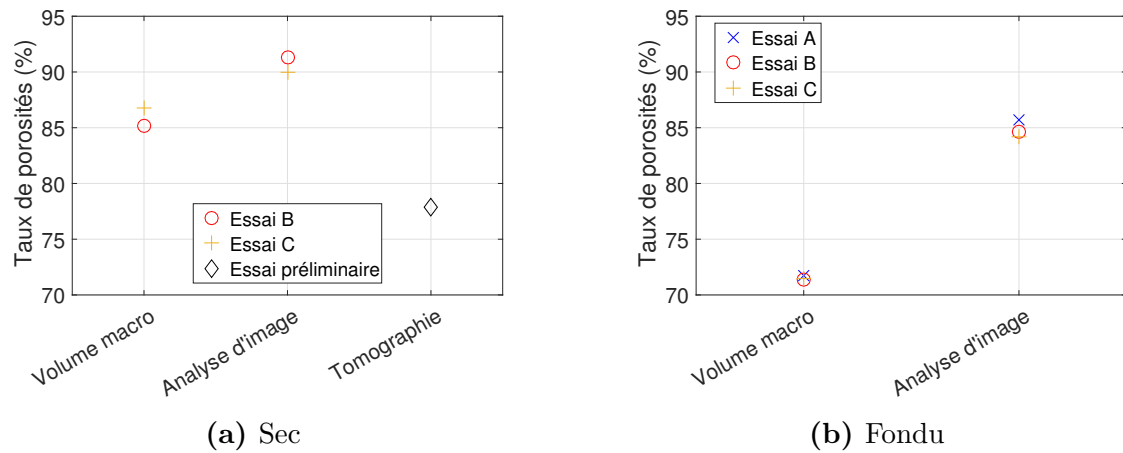


Figure 5.18 – Synthèse de l'évaluation du taux de porosités à (a) l'état sec et (b) fondu

5.2.5 Conclusion partielle

Différentes technologies existent pour réaliser l'imprégnation de pré-imprégnés thermostoplastiques unidirectionnelles. Ces méthodes ont été présentées et un point particulier sur les caractéristiques de l'imprégnation par voie aqueuse, étudiée dans ces travaux, a été fait.

Les principales caractéristiques de la ligne en fonctionnement ont été présentées. L'influence d'un paramètre procédé, le taux d'extraction de l'air, sur les conditions de chauffage a fait l'objet d'études préliminaires. Ces études ont mis en évidence que le régime stationnaire n'a pas été atteint dans les conditions d'essais analysées dans cette étude. En effet, la température des éléments du four et l'air qui circule dans celui-ci n'atteignent pas de régime stable au cours des essais, et le paramétrage des lampes IR est donc ajusté au cours du temps. Trois essais de fabrication ont été réalisés afin d'obtenir des données et des échantillons pour la caractérisation et la modélisation du procédé. Une étude de l'évolution de la morphologie au cours du chauffage a été menée.

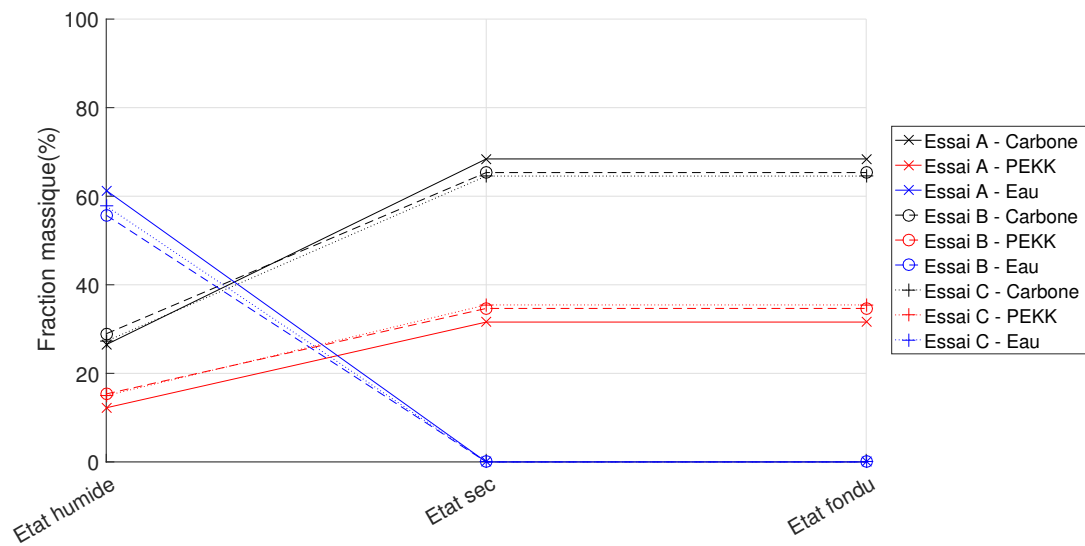
La Figure 5.19 montre l'évolution des fractions massiques et volumiques des différentes phases composant le pré-imprégné au cours de trois essais. Ces données ont été calculées en émettant l'hypothèse que l'eau à l'état humide est remplacée par le même volume d'air à l'état sec. Or, le taux d'air à l'état sec est beaucoup plus élevé que le taux d'humidité. Par exemple, lors de l'essai B, il a été mesurée 67% d'eau à l'état humide contre 85% d'air à l'état sec. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour justifier cet écart :

- une évolution des dimensions du pré-imprégné entre l'état humide et sec sur la ligne liée à la tension surfacique de l'eau,

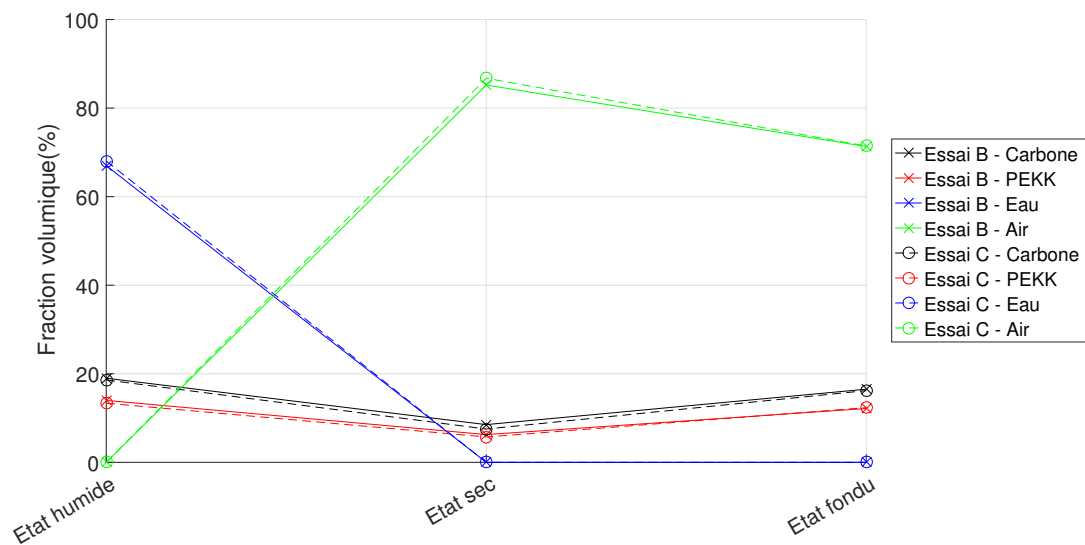
- un taux de porosités non nul à l'état humide,
- une fluctuation de la masse linéique de la fibre le long de la bobine,
- un relâchement de la tension lors des prélèvements provoquant une dilatation des échantillons à l'état sec ,
- une surestimation du taux de porosités lors des différentes étapes de calcul,
- une erreur du calcul de volume, induit en négligeant le volume des additifs du bain d'imprégnation,
- des erreurs de mesure lors de l'identification des fractions massiques à l'état fondu,
- des erreurs de mesure sur les échantillons humides, par exemple perte d'humidité avant d'effectuer la mesure ou présence d'eau liée.

Dans des travaux futurs, il serait intéressant de pouvoir évaluer l'impact de ces différents facteurs expérimentaux et numériques sur le calcul des fractions massiques et volumiques, et plus particulièrement sur le calcul du taux de vide. Dans ces travaux, le nombre d'échantillons et le protocole de prélèvement n'ont pas permis de réaliser ce travail.

Dans la suite de ces travaux, les résultats présentés ici seront utilisés pour déterminer les propriétés thermo-physiques du pré-imprégné à chaque étape du chauffage.



(a)



(b)

Figure 5.19 – Synthèse : (a) Fractions massiques et (b) Fractions volumiques

CHAPITRE 6

Caractérisation et modélisation des propriétés

6.1	Propriétés optiques	158
6.1.1	Bibliographie: Propriétés optiques des prépreg	158
6.1.1.1	Le procédé d'AFP	158
6.1.1.2	Influence de la matrice sur la réponse optique du pré-imprégné	159
6.1.1.3	Opacité d'une prepreg carbone/PEEK	159
6.1.1.4	Comportement diffusif d'un prepreg carbone/PEEK	159
6.1.1.5	Influence de la température sur le comportement réflectif d'un pré-imprégné	162
6.1.1.6	Emissivité	162
6.1.1.7	Conclusion partielle	163
6.1.2	Caractérisation des propriétés optiques du pré-imprégné	164
6.1.2.1	Transmission	164
6.1.2.2	Réflexion	164
6.1.2.3	Emissivité	165
6.2	Propriétés thermo-physiques	167
6.2.1	Masse volumique	167
6.2.2	Capacité thermique	168
6.2.3	Conductivité thermique	170
6.2.3.1	Bibliographie	170
6.2.3.2	Modélisation de la conductivité thermique	172
6.2.3.3	Diffusivité thermique et temps caractéristique	175
6.3	Conclusion partielle	176

6.1 Propriétés optiques

6.1.1 Bibliographie : Propriétés optiques des préreg

Les propriétés optiques des pré-imprégnés sont principalement étudiées dans le cadre de travaux liés aux applications, comme dans le procédé de placement de fibres (AFP) [7, 15]. Dans la littérature, peu d'informations ont donc été trouvées sur les pré-imprégnés au cours de la fabrication. Dans les paragraphes suivants, les propriétés principales des pré-imprégnés Carbone/PEEK après fabrication sont présentées ainsi que les valeurs d'émissivité totale utilisées dans la littérature.

6.1.1.1 Le procédé d'AFP

Le procédé de placement de fibres automatisé n'est pas étudié dans ces travaux. Cependant, afin de comprendre les problématiques rencontrées par les différents auteurs en lien avec les propriétés optiques des pré-imprégnés, une brève description du procédé est donnée. Ceci permettra de mettre en évidence les différents besoins entre ce procédé et le procédé d'imprégnation étudié dans ces travaux.

La Figure 6.1 montre le principe du procédé d'AFP. Il repose sur l'empilement successif de couches de bandes de pré-imprégnés. A chaque passage, un pli maintenu sous tension est déroulé par une tête de dépose sur le substrat. La bande et le substrat sont chauffés, la plupart du temps à l'aide d'un laser, puis mis en contact et pressés à l'aide d'un rouleau compresseur.

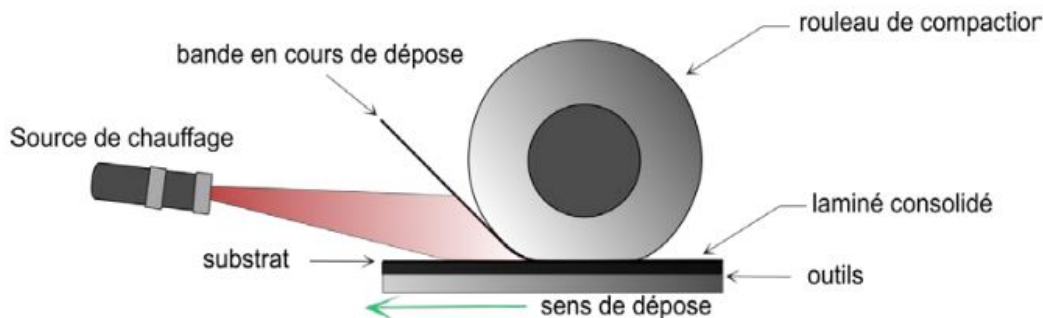


Figure 6.1 – Principe du procédé de dépôt de bandes composites avec source laser [54]

Dans la littérature, les propriétés optiques des pré-imprégnés sont étudiées pour mettre en évidence :

- L'influence de la matrice sur la réponse optique du pré-imprégné,
- L'opacité des pré-imprégnés,
- Le comportement en réflexion des pré-imprégnés,
- L'influence de la température sur le comportement réfléchitif.

6.1.1.2 Influence de la matrice sur la réponse optique du pré-imprégné

Les températures minimales et maximales atteintes lors du procédé sont dictées par la matrice. En effet, pour assurer la consolidation entre la bande en cours de dépose et le substrat, la matrice doit atteindre sa température de fusion sans se dégrader. Il est donc naturel de se demander si la matrice influence la réponse radiative du pré-imprégné.

Dans leurs travaux, Stokes-Griffin et Compston [82, 83] ont étudié l'effet de la cristallinité du PEEK sur les propriétés optiques. Il a ainsi été montré que pour des longueurs d'onde dans la gamme $\lambda = [940 - 980]\text{nm}$, la matrice peut être considérée transparente. En effet, la couche présente en surface du pré-imprégné atteint un maximum de $10\mu\text{m}$ et les sphérolites à l'origine de la diffusion au sein de la matrice sont de l'ordre de $1 - 10\mu\text{m}$. Leur présence a donc un effet très faible sur la réponse optique.

A l'aide de la loi de Beer-Lambert, Stokes-Griffin et al. [83] ont également montré que seulement 0.5% du flux reçu par le composite est absorbé par la matrice. La réponse optique du composite est donc dominée par les fibres de carbone.

6.1.1.3 Opacité d'une prepreg carbone/PEEK

Des mesures faites par spectrométrie IRTF, pour étudier la transmissivité des pré-imprégnés CF/PEEK ont permis de mettre en évidence leur opacité dans le domaine du proche IR [29, 56]. En effet, le rayonnement est absorbé dès les premières couches de fibres de carbone [83].

6.1.1.4 Comportement diffusif d'un prepreg carbone/PEEK

Dans le procédé d'AFP, la géométrie implique une forte dépendance angulaire du rayonnement [41] avec la présence de réflexions multiples dans la zone en amont du rouleau compacteur. Il est donc important pour ce procédé de connaître la réponse spéculaire du matériau.

La Figure 6.2 présente une comparaison de la réflectance normale-normale et la réflectance normale-hémisphérique d'un pré-imprégné. L'écart entre ces deux valeurs met en évidence la propriété diffuse de la surface du pré-imprégné.

La Figure 6.3 montre des observations de pré-imprégnés C/PEEK effectuées par Dausseins et al. par microscopie électronique à balayage [29]. Ces images mettent en évidence l'arrangement uni-directionnel des fibres de carbone. Bien que recouvertes par la matrice, les fibres de carbone sont toujours visibles et génèrent une rugosité à la surface des échantillons. Les auteurs ont mesuré un écart type des rugosités $\omega_{rms} = 2.26\mu\text{m}$. Cette rugosité de surface est l'une des raisons principales de ce comportement diffusif.

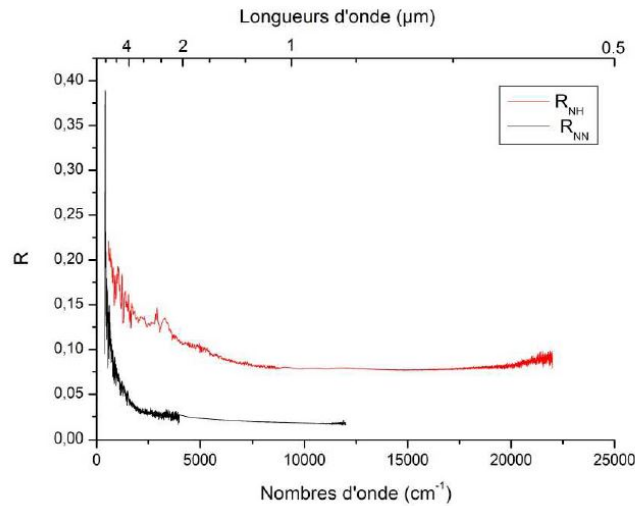


Figure 6.2 – Spectre de réflectance normale-normale (noir) et de réflectance normale-hémisphérique (rouge) d'un pré-imprégné CF/PEEK[29]

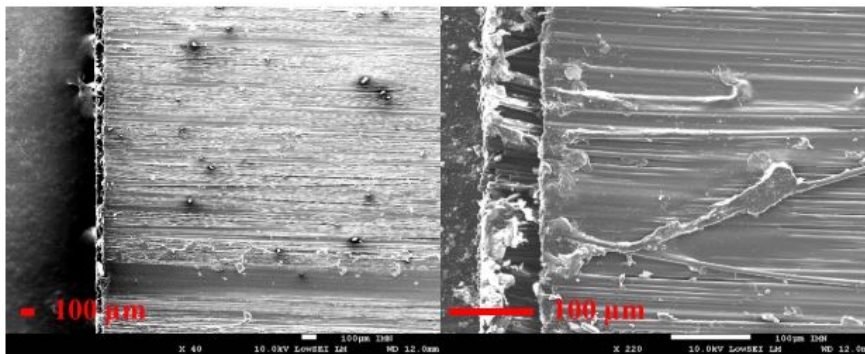


Figure 6.3 – Clichés MEB d'une bande de pré-imprégné CF-PEEK, grossissement x40 (à gauche) et x220 (à droite) [29]

Plusieurs auteurs ont étudié l'influence de l'angle d'incidence et/ou de l'angle de collecte sur les réponses en réflexion des pré-imprégnés. Grove et al.[41] ont étudié la réflectance d'un tape APC2 et ont mis en évidence une réflectance anisotrope avec des valeurs plutôt constantes dans la largeur du tape mais avec de fortes variations dans la direction longitudinale. Grove et al. sur du Carbone/PPS [40] et Stokes- Griffin et al. sur de l'AS4/PEEK [83] ont mené des études qualitatives pour mettre en évidence l'influence de l'orientation du rayonnement incident sur la réponse diffuse du pré-imprégné. Le principe des mesures et les résultats obtenus pour différentes orientations sont montrés sur la Figure 6.4. Un rayonnement laser est envoyé sur le pré-imprégné, et la réponse optique ou la lumière réfléchié à la surface du pré-imprégné est relevée sur un écran placé verticalement et ce pour différentes orientations de la surface. L'hétérogénéité des profils obtenus met en évidence une forte dépendance angulaire dans la réponse optique du pré-imprégné.

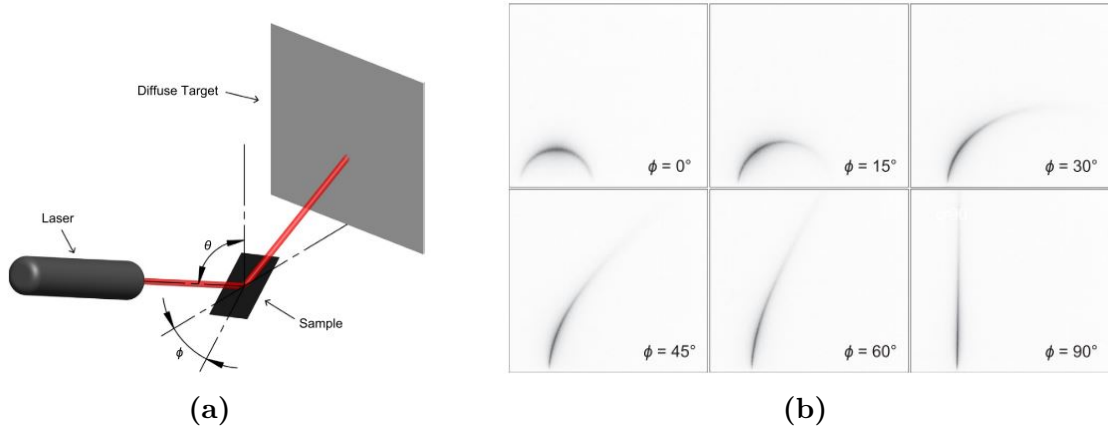


Figure 6.4 – Profil de diffusion qualitative en fonction de l'orientation [83]; (a) Montage expérimental, (b) Résultats

Enfin, des mesures plus précises ont été menées par Stokes-Griffin et al. [83] sur la réflectance hémisphérique en fonction de l'angle d'incidence pour plusieurs longueurs d'ondes à l'aide d'une sphère intégrante. Ils ont montré que le coefficient de réflexion du matériau augmente fortement lorsque l'angle d'incidence devient supérieur à 50deg (6.5). Ils attribuent cette augmentation à une dispersion anormale des fibres de carbone, qui est reportée dans la littérature pour le graphite, pour des longueurs d'onde dans la plage [500 – 2000]nm [79]. De même, les travaux d'Agarwal et al. [1] ont permis de mettre en évidence l'influence de l'angle d'incidence.

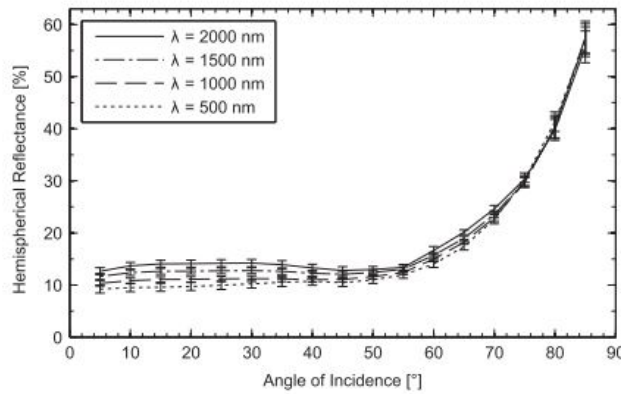


Figure 6.5 – Réflectance d'un pré-imprégné AS4/PEEK en fonction de l'angle d'incidence pour différentes longueurs d'ondes [83]

Dans les travaux de Le Louët [54, 55], une étude de la distribution de la réflectance bi-directionnelle (BRDF) a été menée. Ces travaux ont permis de mettre en évidence l'importance de l'angle d'incidence et de l'orientation des fibres sur la réponse optique du pré-imprégné.

6.1.1.5 Influence de la température sur le comportement réflectif d'un pré-imprégné

L'influence de la température sur la réponse optique du matériau a également été étudiée par Le Louët [54, 55]. A l'aide d'un montage chauffant monté dans un spectromètre IRTF, la réflexion normale-normale a pu être étudiée pour des températures allant de 10°C à 450°C et pour une longueur d'onde $\lambda = 980\text{nm}$. Bien qu'une légère variation de la réflectance peut être observée aux alentours de la température de fusion du PEEK (343°C), cette variation reste très faible. De plus, à partir d'une relation reliant la réflexion normale-normale à la réflexion normale-hémisphérique [31], la réflexion hémisphérique a pu être calculée. Les résultats sont donnés sur la Figure 6.6 et ont permis de conclure que la température n'a pas d'influence sur la réponse optique du matériau à la longueur d'onde étudiée.

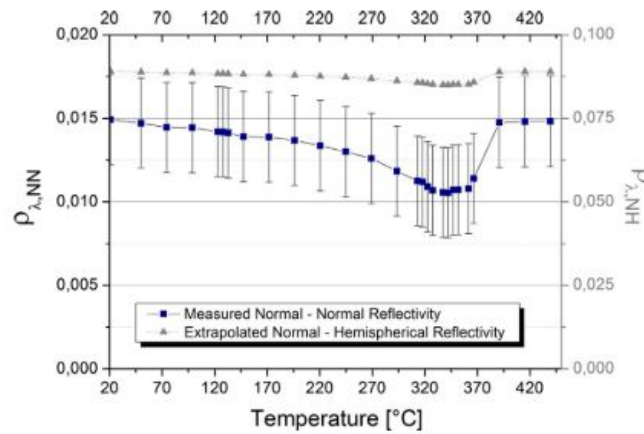


Figure 6.6 – Réflectance normale-normale (expérimental) et normale-hémisphérique (extrapolation) d'un pré-imprégné AS4/PEEK pour $\lambda = 980\text{nm}$ en fonction de la température [55]

Ce résultat a également été obtenu par Dausseins et al. [29] en utilisant le même montage expérimental. Dans les travaux de Stokes-Griffin et al. [82, 83] l'effet de la température a été négligé en raisonnant sur les propriétés optiques des fibres de carbone et du PEEK.

6.1.1.6 Emissivité

Quelques valeurs d'émissivité ont pu être relevées pour deux pré-imprégnés unidirectionnels carbone/PEEK du commerce, intégrées sur la plage $\lambda = [1 - 5]\mu\text{m}$ pour l'utilisation d'une caméra IR fonctionnant dans ce domaine spectral. Les valeurs sont données dans la Table 6.1.

Table 6.1 – Emissivité de pré-imprégnés carbone/PEEK [54]

Matériaux	Valeur
APC-PEEK-2 (Solvay)	0.89
Suprem TM T	0.91

6.1.1.7 Conclusion partielle

Les études menées dans le contexte de l'AFP ont conduit les auteurs à caractériser finement les propriétés optiques des pré-imprégnés. Cependant, ces résultats ne sont pas utilisables en état pour le procédé d'imprégnation par voie aqueuse :

- Les études ont été effectuées pour une seule longueur d'onde ($\lambda = 980\text{nm}$) ou sur une plage très restreinte autour de cette valeur. Lorsque cela est possible, les hypothèses devront être validées pour le spectre d'émission des lampes IR utilisées dans le four IR (Chapitre 3).
- Les auteurs affirment que le polymère a un effet négligeable sur la réflectivité du matériau y compris pendant les changements de phase. Cette hypothèse pourra également être appliquée dans ces travaux. Cependant, contrairement au procédé AFP, il a été mis en avant que les changements d'état subis par le pré-imprégné durant sa fabrication provoquent de fortes variations de la microstructure (cf. Chapitre 5). Pour cette raison, une évolution des propriétés optiques lors des changements de phase doit être envisagée. Cela ne serait pas une conséquence d'une évolution des propriétés optiques du PEEK, mais le résultat d'un changement de morphologie, de microstructure et de rugosité de surface du matériau.
- Les auteurs ont pris soin d'étudier les propriétés optiques directionnelles du pré-imprégné. Dans le cadre de l'AFP, cette propriété a son importance au vu de la géométrie du procédé. De plus, les dimensions du procédé permettent l'utilisation des méthodes de lancer de rayon et/ou de Monte Carlo pour la résolution du problème en tenant compte de ces propriétés. Cependant, dans le four IR étudié ici, l'utilisation de telles méthodes de résolution n'est pas envisageable de part les dimensions du four IR, le nombre d'émetteurs IR et le nombre de surfaces intervenant dans les échanges radiatifs. Pour cette raison dans cette étude nous nous arrêterons à la réponse globale du composite, c'est-à-dire à la réflexion normale-hémisphérique.

6.1.2 Caractérisation des propriétés optiques du pré-imprégné

L'évolution des propriétés optiques du pré-imprégné sur la ligne d'imprégnation a été étudiée. Afin d'obtenir des valeurs aux différents stades du procédé, des échantillons ont été prélevés sur la ligne d'imprégnation à la fin des trois essais réalisés (Section 5.2.1.4). Trois états ont été étudiés :

- État sec : après séchage, mais avant la fusion de la matrice,
- État de transition : la fusion de la matrice a commencé sur les bords du composite, mais le centre reste sec (Figure 5.4),
- État fondu : après fusion de la matrice sur l'ensemble de l'échantillon.

Aucune mesure n'a pu être effectuée sur le pré-imprégné à l'état humide, car la préservation de l'état des échantillons humides entre le prélèvement sur la ligne et les expériences de caractérisation ne pouvait être garantie.

Tout d'abord, l'opacité des échantillons a été analysée dans chaque état pour des longueurs d'onde $\lambda = [0.8 - 20]\mu\text{m}$. Ensuite, des mesures de réflexion ont été effectuées, puis l'émissivité a été calculée. L'ensemble des mesures ont été effectuées à température ambiante.

6.1.2.1 Transmission

Le coefficient de transmission τ_λ a été mesuré avec un spectromètre IRTF (Voir Section 4.2.1). Pour l'ensemble des configurations, sur la plage spectrale étudiée, les valeurs mesurées ont été inférieures à 0.002%. Les pré-imprégnés peuvent donc être considérés comme opaques au rayonnement quel que soit leur état. La forte proportion de fibres de carbone après évaporation de la phase aqueuse est la raison principale de cette opacité.

6.1.2.2 Réflexion

Le coefficient de réflexion spectrale ρ_λ normale-hémisphérique a été mesuré avec une sphère intégrante. Pour chaque état, 3 échantillons ont été caractérisés. La Figure 6.7 montre le coefficient de réflexion moyen pour chaque état en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident.

Pour les trois états du pré-imprégné, la réflexion est inférieure à 30%. Un léger écart entre les trois états peut être observé avec un coefficient à l'état sec inférieur à celui de l'état fondu. Cette évolution peut être attribuée à l'état de surface du pré-imprégné aux différents états. En effet, lorsque la matrice fond, des ponts se forment entre les fibres, les rapprochant les uns des autres [23], ce qui engendre une modification de la surface du pré-imprégné (rugosité et phase polymère).

La Table 6.2 montre l'écart-type moyen observé pour chaque état. A l'état intermédiaire, l'écart-type est deux fois supérieur à ceux de l'état sec et fondu. Cette observation est intuitive car l'état intermédiaire est un état de transition. De plus, les échantillons peuvent avoir des taux de polymère fondu différents les uns des autres.

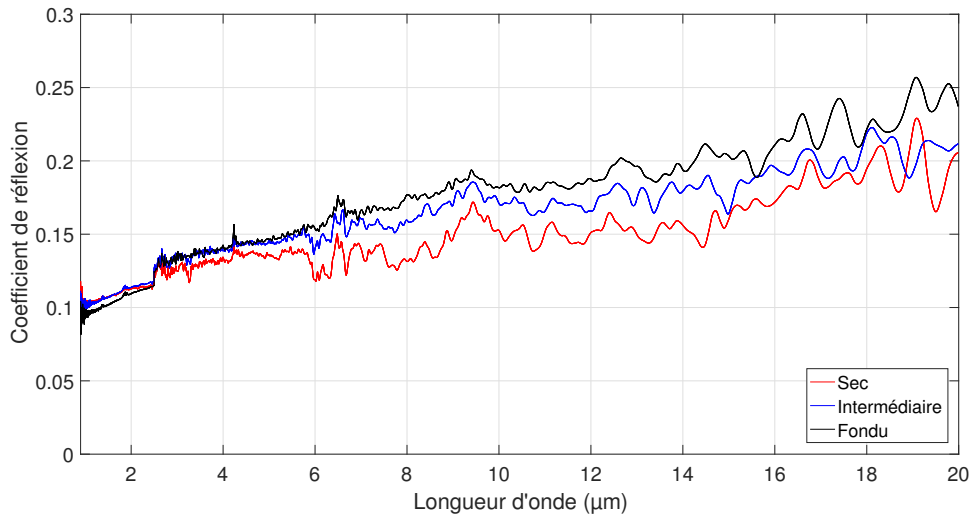


Figure 6.7 – Coefficient de réflexion spectrale ρ_λ en fonction de la longueur d’onde λ

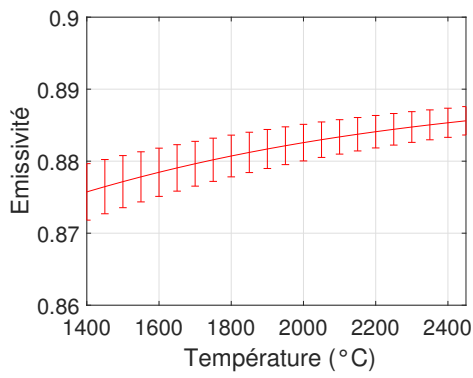
Table 6.2 – Écart-type moyen en fonction de l’état du pré-imprégné

État	Sec	Intermédiaire	Fondu
Écart type moyen	0.0058	0.0102	0.0043

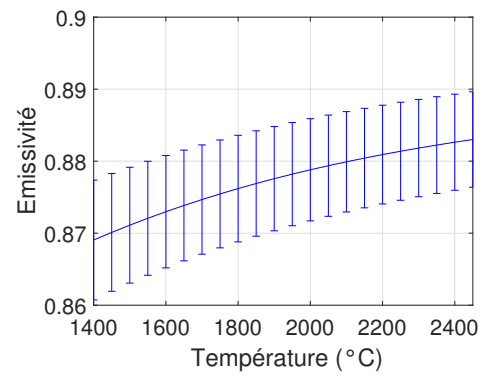
6.1.2.3 Emissivité

A partir des mesures de la réflectivité spectrale des échantillons, l’émissivité totale a pu être calculée en fonction de la température de la source de rayonnement (Voir Section 4.2.2). Les résultats sont donnés sur la Figure 6.8. L’état sec a l’émissivité la plus élevée tandis que l’émissivité à l’état fondu est plus faible à basse température.

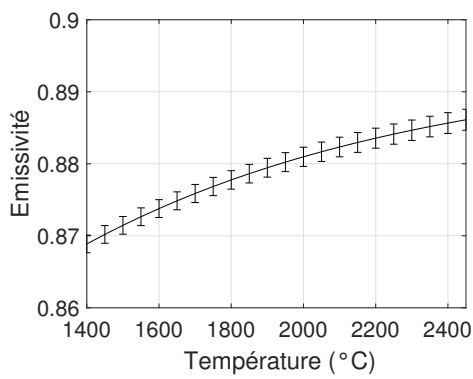
Comme l’émissivité est calculée à partir des mesures de la réflectivité, les écarts-types montrent les mêmes tendances. Les écarts à l’état intermédiaire sont plus forts que pour les deux autres. Pour cette raison, dans le chapitre suivant (Chapitre 7), les mesures effectuées à l’état intermédiaire n’ont pas été prises en compte. La variabilité des mesures montre que pour une modélisation fine de cette transition, une connaissance précise de la microstructure et son évolution, de l’état de surface, de la fusion du polymère à l’échelle microscopique serait nécessaire.



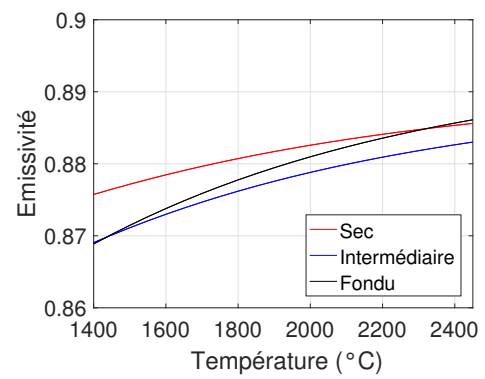
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 6.8 – Émissivité totale en fonction de la température de la source. (a) État sec, (b) État intermédiaire, (c) État fondu et (d) Comparaison des 3 états

6.2 Propriétés thermo-physiques

Pour mener cette étude, les propriétés des différentes phases ont été étudiées ainsi que les propriétés du composites aux différents stades du procédé.

6.2.1 Masse volumique

La masse volumique équivalente ρ_{pp}^i du composite à un état i donné est calculée avec la loi de mélanges utilisant les taux volumiques V_j^i des j composants (Équation 6.1). Ces derniers ont été déterminés dans le Chapitre 5.

$$\rho_{pp}^i = \rho_c V_c^i + \rho_{PEKK} V_{PEKK}^i + \rho_e V_e^i \tag{6.1}$$

Les masses volumiques des différents composants du pré-imprégné sont données dans la Table 6.3. La masse volumique de l'air a été négligée dans la suite des calculs.

Table 6.3

Matière	Masse Volumique (kg m ⁻³)	Température (K)	Références
Air ρ_a	1.6114	300	[65]
Eau ρ_e	998	295	[65]
Carbone (AS7) ρ_c	1790	-	[45]
PEKK ρ_{PEKK}	1290	296	[6]

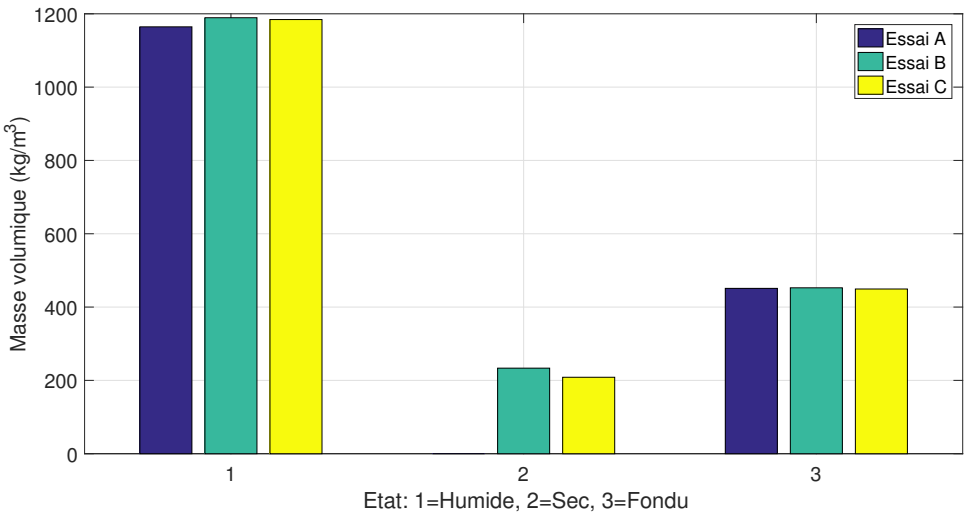


Figure 6.9 – Masse volumique équivalente du pré-imprégné aux différents stades du chauffage

La Figure 6.9 montre les résultats calculés pour les trois états : humide, sec et fondu, pour les trois essais étudiés. Les transitions d'un état à un autre sont très apparentes

sur ce graphique. La présence majoritaire d'eau dans de la phase humide a pour conséquence une forte densité par rapport aux autres phases. Une forte baisse de la masse volumique a lieu lors de l'évaporation de cette eau. Enfin, le rétrécissement du pré-imprégné lorsque le polymère a fondu induit une augmentation de la densité. En effet, lorsque le polymère fond, les particules de poudre forment des ponts entre les fibres en s'écoulant, ce qui a pour conséquence de rapprocher les fibres les unes des autres[23, 71]. Cette action réduit la porosité du matériau sans modifier la fraction massique en fibres et polymère.

6.2.2 Capacité thermique

De même que pour la masse volumique, la capacité thermique équivalente $C_{p,pp}^i$ du composite à l'état i est calculée à partir d'une loi des mélanges (Équation 6.2). Pour le calcul des capacités thermiques massiques, les taux massiques X_j^i calculés dans le Chapitre 5 sont utilisés.

$$C_{p,pp}^i = C_{p,c}^i X_c^i + C_{p,PEKK}^i X_{PEKK}^i + C_{p,e}^i X_e^i + C_{p,a}^i X_a^i \quad (6.2)$$

La Table 6.4 regroupe les capacités thermiques des différents éléments du composite à température ambiante trouvées dans la littérature.

Table 6.4 – Capacité thermique des différents matériaux dans la littérature

Matière	Capacité thermique (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	Température (K)	Références
Eau $C_{p,e}$	4179	300	[65]
Carbone (AS7) $C_{p,c}$	1296	-	[2]
PEKK $C_{p,PEKK}$	1020	296	[6]

Dans la gamme de température étudiée, la dépendance en température de la capacité thermique peut être négligée pour l'eau et le carbone. Dans la littérature, une différence de plus de 1000J kg⁻¹ K⁻¹ a pu être observée pour le PEEK. Des mesures ont donc été effectuées par Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC, Differential Scanning Calorimetry) pour déterminer $C_{p,PEKK}(T)$ en fonction de la température. Les résultats sont donnés dans la Table 6.5. A partir des résultats expérimentaux, une interpolation linéaire a été effectuée sur trois plages de température séparées par les températures de de transition vitreuse et de fusion.

Table 6.5 – Interpolation linéaire de la capacité thermique de la matrice PEKK

Plage de température	$C_{p,PEKK}(T)$ (J kg ⁻¹ K ⁻¹)
[20 – 162[	$3.27 * T + 985$
[162 – 343[	$8.16 * T + 171$
[343 – 400[	$0.99 * T + 1742$

A partir de ces résultats la capacité thermique équivalente en fonction de la température a été calculée pour chaque essai. Les résultats sont montrés sur la Figure 6.10.

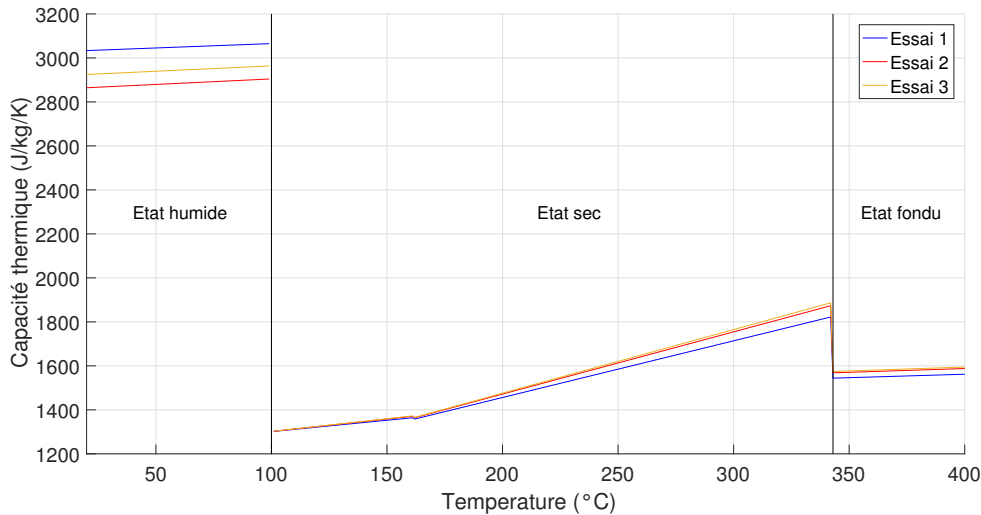


Figure 6.10 – Capacité thermique équivalente du composite en fonction de la température.

Ces résultats mettent en évidence plusieurs éléments :

- Les changements de phase (évaporation de l'eau et fusion du polymère) sont accompagnés d'une chute de la capacité thermique ;
- Au cours des états humide et fondu, l'évolution de la capacité thermique est très faible ;
- Au cours de l'état sec, une variation de $600 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$, peut être observée, cette évolution reste relativement faible comparée aux évolutions mesurées pour le polymère seul.

Les variations étant faibles dans les états humide et fondu, une valeur moyenne indépendante de la température a été considérée dans les modélisations du pré-imprégné (Table 6.6). A l'état sec, en revanche, la capacité calorifique varie fortement avec la température et sa thermo-dépendance a donc été prise en compte.

Table 6.6 – Capacité thermique équivalente du composite $C_{p,pp}^i$ ($\text{J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$) à l'état humide et fondu

État	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Humide	3049	2884	2944
Fondu	1553	1578	1585

Ces résultats, ainsi que ceux des autres propriétés montrent une discontinuité lors du passage d'un état à l'autre. Dans la modélisation du pré-imprégné présentée dans le Chapitre 7, les transitions d'un état à un autre ne se feront pas de manière instantanée

mais sur une plage de température autour de la température de changement d'état. Ceci permet de passer graduellement, via des lois des mélanges explicites d'un état à un autre.

6.2.3 Conductivité thermique

6.2.3.1 Bibliographie

La dernière propriété thermo-physique d'intérêt pour cette étude est la conductivité thermique. Cette propriété caractérise la diffusion de la chaleur au sein du matériau. Ce type de transfert est décrit par la loi de Fourier :

$$\vec{\phi} = -k \overrightarrow{\text{grad}T} \quad (6.3)$$

Avec ϕ la densité de flux de chaleur [W m^{-2}] et k le coefficient de conductivité thermique [$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$].

Le coefficient de conductivité thermique k est une grandeur physique qui caractérise les transferts de chaleur au sein du matériau. Dans le cas des matériaux composites, sa valeur est plus difficile à déterminer que la masse volumique et la capacité thermique. Ces matériaux, étant hétérogènes, la présence des fibres dont la conductivité thermique dépend de la direction considérée et l'orientation même des fibres au sein du composite implique une forte anisotropie au niveau macroscopique. De ce fait, pour un composite, la conductivité thermique peut être exprimée par un tenseur de la forme :

$$k = \begin{bmatrix} k_{xx} & k_{xy} & k_{xz} \\ k_{xy} & k_{yy} & k_{yz} \\ k_{xz} & k_{yz} & k_{zz} \end{bmatrix} \quad (6.4)$$

Cette écriture peut être simplifiée en écrivant la conductivité thermique dans le repère principal (repère dans lequel le tenseur est diagonal). Le tenseur de conductivité se réduit alors à trois composantes, deux dans le plan du composite et un dans la direction transverse [37]. Dans le cas des pré-imprégnés unidirectionnels, il est commun de considérer la conductivité longitudinale $k_{//}$ dans le sens des fibres et la conductivité transverse $k_{\perp}$ perpendiculaire à la direction des fibres.

Divers moyens expérimentaux existent pour mesurer la conductivité thermique des matériaux composites. Une synthèse des moyens les plus communs est donnée dans le chapitre *Détermination expérimentale et modélisation des propriétés thermo-physiques* du livre intitulé "Heat Transfer in Polymer Composite Materials : Forming Processes" [10].

Pour plusieurs raisons, une approche expérimentale n'a pas été adoptée pour déterminer la conductivité du pré-imprégné au cours de son chauffage :

- Aucune mesure n'est possible sur les échantillons humides en raison des difficultés liées au prélèvement et à la conservation de l'état humide ;
- les échantillons sont de faible épaisseur ;

- les échantillons sont compressibles : la microstructure n'est pas figée avant l'état fondu et le taux de vide est très élevé, des mesures avec contact pourraient modifier la microstructure induisant ainsi des erreurs de mesure.

Usuellement, pour mesurer la conductivité thermique des pré-imprégnés uni-directionnels, des plaques consolidées avec plusieurs couches sont fabriquées afin de s'affranchir de la faible épaisseur des échantillons. Cette technique n'est pas possible ici en raison de la compressibilité des échantillons. De plus, le chauffage nécessaire pour créer ces laminées modifierait la microstructure avec la fusion des particules de l'état sec et la réduction des porosités des échantillons. Enfin, un grand nombre d'essais sur la ligne d'imprégnation serait nécessaire pour produire un nombre d'échantillons suffisant.

La caractérisation expérimentale étant difficile à réaliser, il a été choisi d'estimer les composantes du tenseur de conductivité thermique par l'utilisation de modèles. Dans la littérature, beaucoup de modèles existent pour la conductivité thermique du composite. Ces modèles dépendent de la géométrie du composite, c'est à dire, de l'orientation et de la distribution des fibres au sein de la matrice. En effet, Jopek et al. [53] ont étudié de façon numérique l'influence de la position des fibres au sein de la matrice et ont mis en évidence une forte variation de la conductivité thermique en fonction du positionnement des fibres.

Plusieurs modèles permettent un encadrement de la conductivité thermique équivalente k_{eq} . Les premiers encadrements, basés sur les modèles de Voigt et de Reuss sont les plus simples, ils consistent à considérer que les différentes phases peuvent être modélisées par un parcours thermique en série (Reuss) ou en parallèle (Voigt) tel que schématisé sur la Figure 6.11.

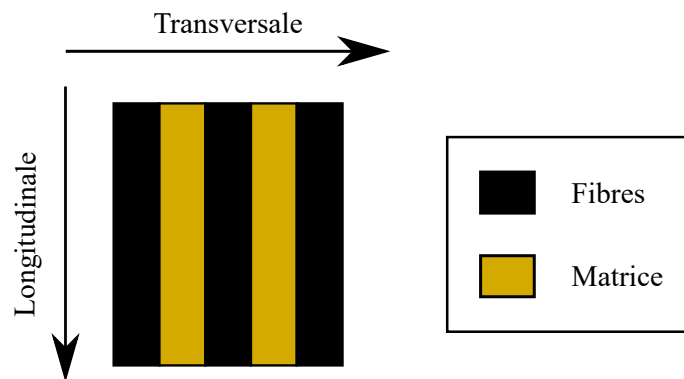


Figure 6.11 – Représentation d'un composite unidirectionnel consolidé pour la détermination de la conductivité thermique.

L'encadrement est donné par les équations 6.5 et 6.6 dans lesquelles k_f et k_m désignent les conductivités thermiques respectives des fibres et de la matrice, et V_f et V_m les taux volumiques de fibres et de la matrice tels que $V_f + V_m = 1$. Cet encadrement est valable pour n'importe quelle orientation, géométrie ou arrangement des fibres. Ainsi, cet encadrement conduit à une plage assez large de valeurs.

$$k_{serie} \leq k_{eq} \leq k_{parallèle} \quad (6.5)$$

$$\frac{k_{f,\perp} k_m}{V_f k_m + V_m k_{f,\perp}} \leq k_{eq} \leq V_f k_{f,\parallel} + V_m k_m \quad (6.6)$$

Un second encadrement, plus restreint, a été proposé par Hashin [44] :

$$k_m + \frac{V_f}{\frac{1}{(k_{f,\perp} - k_m)} + \frac{(1 - V_f)}{2k_m}} \leq k_{eq} \leq \frac{(1 - V_f)}{\frac{1}{(k_{f,\perp} - k_m)} + \frac{V_f}{2k_{f,\perp}}} \quad (6.7)$$

Dans le cas d'un composite unidirectionnel, il est commun de modéliser la conductivité longitudinale $k_{\parallel}$ par un modèle parallèle et la conductivité thermique transverse $k_{\perp}$ par un modèle en série. Ces modèles ont été utilisés, par exemple, dans les travaux d'Ageorges et al.[3].

Cependant, l'ensemble de ces modèles sont obtenus pour des composites à deux phases : les fibres et la matrice. Dans ces travaux sur la fabrication de pré-imprégnés, la "matrice" n'est pas une phase unique constituée de polymère, il y a également de l'eau durant la phase humide et un taux de vide élevé dans les états sec et fondu. Cette situation s'apparente à celle rencontrée par Ramani et al. [70] dans le cadre du séchage des pré-imprégnés. Ces auteurs ont défini une conductivité équivalente de la matrice k_m^* prenant en compte le polymère, l'eau, la vapeur d'eau et l'air et ont pris en compte l'évolution de cette propriété avec l'évaporation de l'eau.

Pour déterminer la valeur de k_m^* , le modèle de Maxwell pour des particules sphériques dans une matrice a été utilisé [60]. Le modèle de Maxwell est donné par l'Équation 6.8 pour une matrice de conductivité thermique constante k_1 avec des inclusions sphériques de conductivité constante k_2 tel que le taux volumique de l'inclusion V_2 vérifie $V_2 \ll 1$.

$$k_{eff} = k_1 + \frac{3k_1(k_2 - k_1)}{2k_1 + k_2} V_2 \quad (6.8)$$

6.2.3.2 Modélisation de la conductivité thermique

La stratégie décrite précédemment a été utilisée dans la présente étude : la conductivité thermique transverse du pré-imprégné unidirectionnel a été estimée grâce à la borne inférieure de l'équation 6.7 en utilisant la valeur de k_m^* calculée pour les trois états du pré-imprégné. Les valeurs de la conductivité thermique des différents composants du pré-imprégné sont données dans la Table 6.7.

Conductivité équivalente : matrice. Le modèle donné par l'équation 6.8 a été utilisé pour estimer la conductivité thermique équivalente de la matrice k_m^* . Dans le cas humide, la phase principale (1) est l'eau et dans les états sec et fondu la phase prédominante est l'air. Dans les trois états, l'inclusion (2) est le polymère de taux volumique $V_m^i = V_{PEKK}^i / (1 - V_c^i)$. La Figure 6.12 montre le résultat pour les trois essais étudiés.

Table 6.7 – Conductivité thermique des différents composants des pré-imprégnés au cours du chauffage

Matière	Conductivité thermique (W m ⁻¹ K ⁻¹)	Température (K)	Référence
Eau k_e	0.613	300	[65]
Air k_a	0.0263	300	[65]
PEKK k_{PEKK}	0.178	-	[26]
Fibres de carbone :			
Longitudinale $k_{c, }$	9.1	-	[2]
Transverse $k_{c,\perp}$	0.43	-	[2]

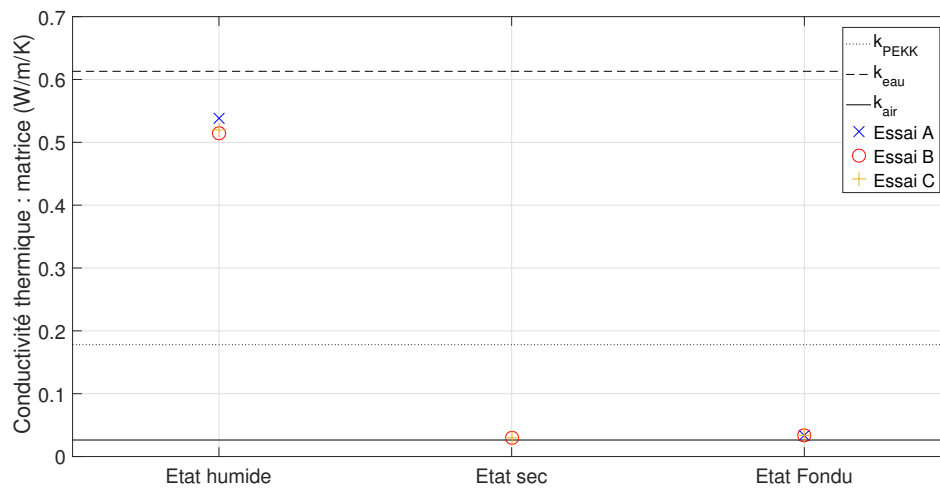
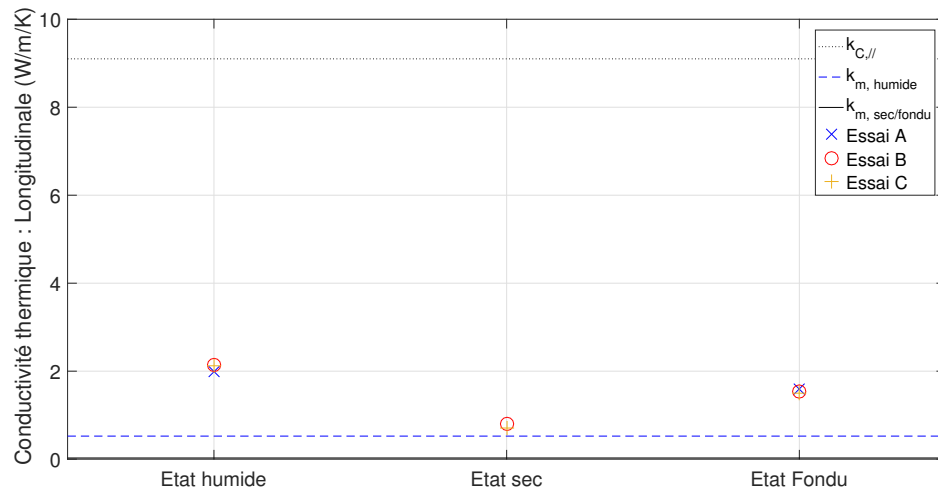


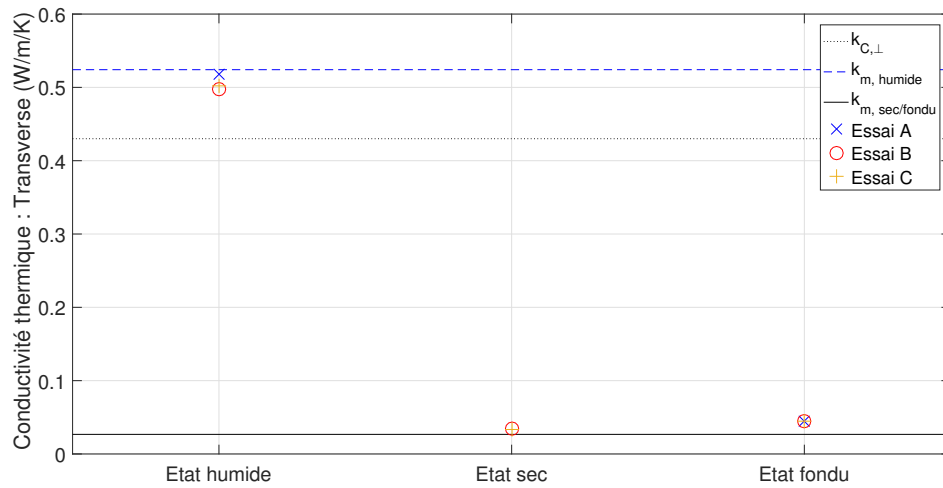
Figure 6.12 – Conductivité équivalente de la matrice aux différents stades du chauffage

De même que pour la densité, la valeur de la conductivité thermique, à l'état humide, se rapproche de celle de l'eau qui est la phase dominante. Pour les états sec et fondu, la quantité de polymère est faible devant la quantité d'air, ce qui conduit à une valeur faible de la conductivité thermique de la matrice équivalente.

Conductivité équivalente : pré-imprégné. Pour déterminer la conductivité thermique équivalente du pré-imprégné, le modèle parallèle (Équation 6.6) et la borne inférieure de l'encadrement proposé par Hashin (Équation 6.7) ont été utilisés pour représenter respectivement la conductivité longitudinale et transversale du composite. La valeur de la conductivité thermique équivalente de la matrice a été utilisée dans ces modèles pour prendre en compte les différentes phases présentes dans le pré-imprégné aux différents stades de la ligne d'imprégnation. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 6.13.



(a)



(b)

Figure 6.13 – Conductivité thermique équivalente du pre-imprégné au cours du chauffage : (a) Longitudinale et (b) Transverse

Bien que les fibres ne sont pas la composante principale en terme de volume ou de masse, la conductivité thermique longitudinale des fibres a une forte influence sur la conductivité thermique équivalente longitudinale du pré-imprégné (Figure 6.13a). Sa valeur élevée de conductivité dans cette direction (Table 6.7) compense la faible conductivité équivalente de la matrice.

Dans le cas de la conductivité thermique équivalente transverse (Figure 6.13b), le comportement du pré-imprégné est dominé par la matrice équivalente. Une faible augmentation par rapport à la conductivité thermique de la matrice peut être remarqué pour les états humide et sec, car la conductivité transverse des fibres est supérieure à celle de la matrice équivalente. A l'inverse, à l'état humide, la conductivité thermique du composite est légèrement plus faible que celle de la

matrice car les fibres ont une conductivité transverse sensiblement plus faible que celle de l'eau.

Plus globalement, ces résultats montrent que la conductivité thermique équivalente du pré-imprégné, et donc sa capacité à diffuser la chaleur provenant du rayonnement IR des lampes du four IR, est fortement impacté d'une part par la présence de la phase aqueuse qui augmente la conductivité du pré-imprégné à l'état humide, et par le taux de vide important à l'état sec et fondu qui tend à réduire la conductivité thermique équivalente.

6.2.3.3 Diffusivité thermique et temps caractéristique

L'étude de la conductivité thermique a montré que deux directions de diffusion de la chaleur peuvent être distinguées : le sens perpendiculaire aux fibres $k_{\perp}$ et le sens parallèle aux fibres de carbone $k_{//}$. L'étude de la diffusivité thermique a^i (Équation 6.9) aux différents états i permet de calculer le temps caractéristique de diffusion τ (Équation 6.10).

$$a^i = \frac{k_{eq}^i}{\rho^i C_p^i} \quad (6.9)$$

$$a \sim \frac{L_c^2}{\tau} \quad (6.10)$$

Dans la direction transverse, la longueur caractéristique est définie comme la demi-épaisseur du pré-imprégné $L_{c,\perp} = e/2$ (Figure 5.10). Dans le sens des fibres, la longueur caractéristique, plus arbitraire, est $L_{c,//} = 1\text{cm}$. Dans ces conditions, le temps de diffusion dans l'épaisseur est de l'ordre de quelques secondes alors que la diffusion de la longueur varie de 3min dans le matériau à l'état humide à 45s dans le matériau à l'état sec et humide.

La temps de séjour du pré-imprégné dans le four est de 30s. Au vu des temps caractéristiques calculés, l'épaisseur faible du pré-imprégné permet une diffusion de la chaleur au bout de quelques secondes. Cependant, dans la direction longitudinale, bien que la diffusivité thermique soit plus élevée dans cette direction, elle est négligeable au regard du temps de séjour dans le four IR. Ces observations seront utilisées dans le chapitre suivant pour construire un modèle du traitement thermique du pré-imprégné.

6.3 Conclusion partielle

Des échantillons de pré-imprégné issus des essais de fabrication sur la ligne d'imprégnation de l'IRT ont permis de caractériser les propriétés optiques du matériau aux états sec et fondu. Un spectromètre IRTF a été utilisé pour confirmer l'opacité des échantillons et pour mesurer leur réflectance, permettant d'en déduire leur émissivité. L'émissivité varie légèrement d'un état à un autre et augmente sensiblement avec la température du pré-imprégné. Cependant, aucune mesure n'a pu être effectuée sur des échantillons humides en raison des difficultés de prélèvement et de conservation des échantillons. Pour la suite de l'étude, les propriétés à l'état sec ont été utilisées dans le cas humide.

Les propriétés thermo-physiques ont été déterminées au cours du procédé, à partir de mesures expérimentales et de modèles de la littérature. Une forte variation des propriétés lors des transitions de phase a pu être relevée. Dans ce chapitre, ces transitions n'ont pas été modélisées : par exemple entre l'état humide, où le taux volumique d'air est considéré nul, et l'état sec, où le taux volumique d'eau est considéré nul, il y a un état transitionnel au cours duquel les porosités du composite contiennent à la fois : de l'eau, de l'air et de la vapeur d'eau. Ces transitions seront détaillées dans le chapitre 7.

CHAPITRE 7

Implémentation et simulation du procédé

7.1	Énergie nécessaire au chauffage en fonction de la vitesse	178
7.1.1	Énergie pour effectuer les changements de température et de phase	178
7.1.2	Énergie fournie par les lampes IR	179
7.1.3	Calcul des pertes	182
7.2	Mise en place de la simulation	183
7.2.1	Géométrie	183
7.2.2	Propriétés matière	183
7.2.2.1	Prise en compte des changements de phase	184
7.2.2.2	Changement de volume	185
7.2.3	Conditions aux limites	186
7.2.3.1	Prise en compte du déplacement	186
7.2.3.2	Rayonnement	186
7.2.3.3	Convection	186
7.2.4	Maillage	187
7.3	Résultats	187
7.3.1	Configuration de référence	187
7.3.2	Évolution de la température	188
7.3.3	Influence du coefficient d'échange	189
7.3.4	Influence de la température de l'air	189
7.3.5	Influence d'une convection variable	190
7.3.6	Autres facteurs d'influences	192
7.4	Conclusion partielle	193

L'étude des modules chauffants comportant des lampes halogènes avec réflecteur intégré, et l'évaluation de la microstructure et des propriétés thermo-physiques du pré-imprégné aux différents stades de la ligne ont permis de construire une simulation du four infrarouge de la ligne d'imprégnation de l'IRT. Cette simulation vise à prédire la température du matériau depuis son entrée dans le four à l'état humide jusqu'à sa sortie à l'état fondu. Ce chapitre décrit la stratégie de modélisation du chauffage et l'implémentation dans le logiciel de calcul COMSOL Multiphysics®. Les résultats préliminaires sont présentés et discutés.

7.1 Énergie nécessaire au chauffage en fonction de la vitesse

L'énergie nécessaire pour chauffer le pré-imprégné de la température ambiante $T_{amb} = 22^\circ\text{C}$ à la température finale de $T_{finale} = 400^\circ\text{C}$ a tout d'abord été estimée. Ces températures ont été choisies car elles sont proches des températures expérimentales observées sur la ligne d'imprégnation. Le calcul tient compte des changements de phase de l'eau et du polymère ainsi que de la vitesse de la ligne. Cette estimation par le calcul a pour but d'établir un ordre de grandeur de l'énergie nécessaire à la réalisation de pré-imprégné afin d'analyser le comportement du four. Les pertes d'énergie sont également calculées et les échanges convectifs à la surface du pré-imprégné sont estimés.

7.1.1 Énergie pour effectuer les changements de température et de phase

Cinq phases sont à considérer pour calculer l'énergie minimale nécessaire pour chauffer le pré-imprégné :

1. Chauffage de T_{amb} jusqu'à 100°C
2. Évaporation de la phase aqueuse supposée se dérouler à une température constante de 100°C ,
3. Chauffage de 100°C jusqu'à la température de fusion de la matrice PEKK, $T_{f-PEKK} = 331^\circ\text{C}$,
4. Transition de phase à la fusion du polymère,
5. Chauffage du pré-imprégné de T_{f-PEKK} jusqu'à 400°C ,

Lors des étapes sans changement de phase, le besoin en énergie est calculé à partir de l'Équation 7.1, dans laquelle E_j [J] est l'énergie nécessaire au chauffage de l'étape j , m_i la masse de chaque phase i composant le pré-imprégné, $C_{p,i}$ [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$] la capacité thermique à pression constante de chaque phase i et $\Delta T = T_{finale} - T_{initiale}$ [$^\circ\text{C}$] l'augmentation de température au cours de la phase j .

$$E_j = \sum_i^{c,m} C_{p,i} m_i \Delta T \quad (7.1)$$

Les changements de phase consomment une part importante de l'énergie reçue. L'énergie absorbée par ces changements de phase peut être calculée à partir de l'Équation 7.2 avec ΔH_i [J kg⁻¹] l'enthalpie de changement de phase. L'enthalpie d'évaporation de l'eau sera noté $\Delta H_e = 2257000 \text{ J kg}^{-1}$ [65] et l'enthalpie de fusion du PEKK 7002 sera noté $\Delta H_{PEKK} = 26000 \text{ J kg}^{-1}$ [16, 17].

$$E_j = \Delta H_i m_i \quad (7.2)$$

L'énergie nécessaire pour obtenir l'augmentation de température a été calculée pour les Essais B et C décrits dans le Chapitre 5, car l'énergie diffère sensiblement en fonction des fractions massiques des différentes phases. La puissance correspondante au temps de séjour dans le four a également été calculée d'après l'Équation 7.3, dans laquelle u désigne la vitesse de déplacement du pré-imprégné dans le four et L correspond à la longueur de la zone chauffante. Ces résultats et la masse des différentes phases pour 1cm de pré-imprégné sont regroupés dans la Table 7.1.

$$P = \frac{E}{t} = \frac{uE}{L} \quad (7.3)$$

Table 7.1 – Énergie ou puissance nécessaire pour augmenter la température de 1cm de pré-imprégné de 22°C à 400°C

Propriété	Unité	Essai B	Essai C
Énergie	J	558.7	607.9
Puissance	W	17.7	19.3
Masse d'eau	mg	15.32	16.87
Masse de PEKK	mg	4.22	4.37
Masse de fibres	mg	7.96	7.96

7.1.2 Énergie fournie par les lampes IR

Afin d'obtenir l'éclairement du pré-imprégné sur la longueur du four, la modélisation du four développée dans le Chapitre 4 a été utilisée. Quatre modules sont modélisés, comme dans le cas du four de l'IRT SE, mais le modèle est divisé en deux parties car les modules sont pilotés deux par deux (Figure 1.3). Chaque partie est composée de 6 zones de chauffage. Ces zones sont composées de 2 lampes par bloc, soit 4 lampes par module et 8 lampes par partie. Une illustration de la géométrie utilisée est représentée sur la Figure 7.1.

Une vue de la partie basse du four et du pré-imprégné est également proposée sur la Figure 7.2. Le pré-imprégné est modélisé par un rectangle de hauteur e suivant z , de largeur L_i suivant y et de longueur l suivant x . De même que dans le cas expérimental, la position du pré-imprégné est plus proche des lampes de la partie inférieure du four que de celles de la partie supérieure.

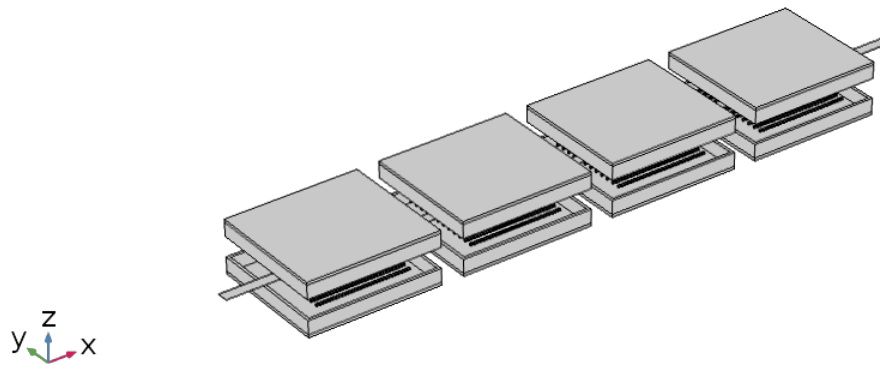


Figure 7.1 – Vision globale de la géométrie de la modélisation du four IR

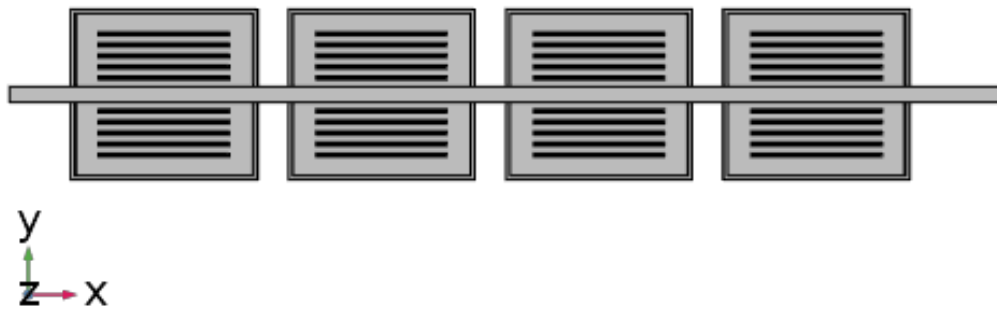


Figure 7.2 – Vision de la partie basse du four IR et le pré-imprégné.

L'éclairement E [W m^{-2}], qui est le rayonnement reçu par le pré-imprégné en provenance des lampes IR, a été calculé en supposant que tous les composants du four, à l'exception des lampes utilisées pour le chauffage et le pré-imprégné, sont à température ambiante. La température des lampes est calculée, comme définit dans le Chapitre 3, à partir de la puissance d'alimentation électrique. La figure 7.3 montre l'éclairement sur la surface supérieure du pré-imprégné pour les conditions de chauffage de l'essai C après 15min de chauffage (voir Annexe B).

En effet, comme évoqué précédemment, le régime stationnaire du four n'est pas atteint durant ces essais et la puissance des lampes est donc ajustée expérimentalement au cours des différents essais pour maintenir les températures constantes aux différents points de mesure. Dans cette section, l'énergie/puissance reçue par le pré-imprégné au cours du chauffage en provenance des lampes IR, doit donc être calculée pour

plusieurs durées de fonctionnement. Dans le cadre de cette étude, l'énergie et la puissance ont été calculées à trois temps pour chaque essai : 5min, 10min et 15min.

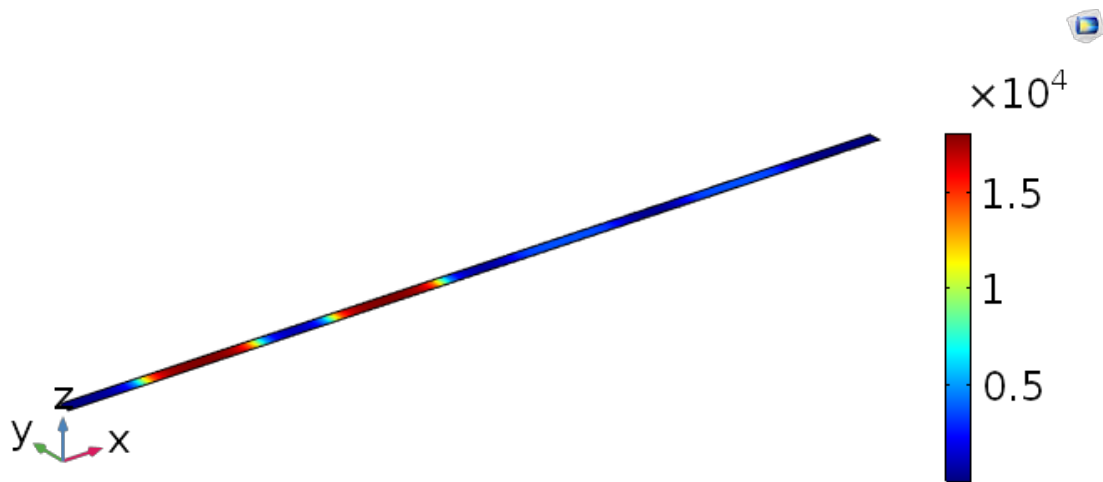


Figure 7.3 – Éclairement [W m^{-2}] de la surface supérieure du pré-imprégné : Essai C, 15 min

Au vu de la configuration de lampes utilisées, l'éclairement reçu est constant sur la largeur du pré-imprégné (direction y). Pour cette raison, dans la suite de ces travaux, une représentation 1D de l'éclairement en fonction de la position dans le four a été utilisée (Figure 7.4). En raison de la position du pré-imprégné dans le four, l'éclairement de la surface inférieure est plus élevé que celui reçu par la surface supérieure.

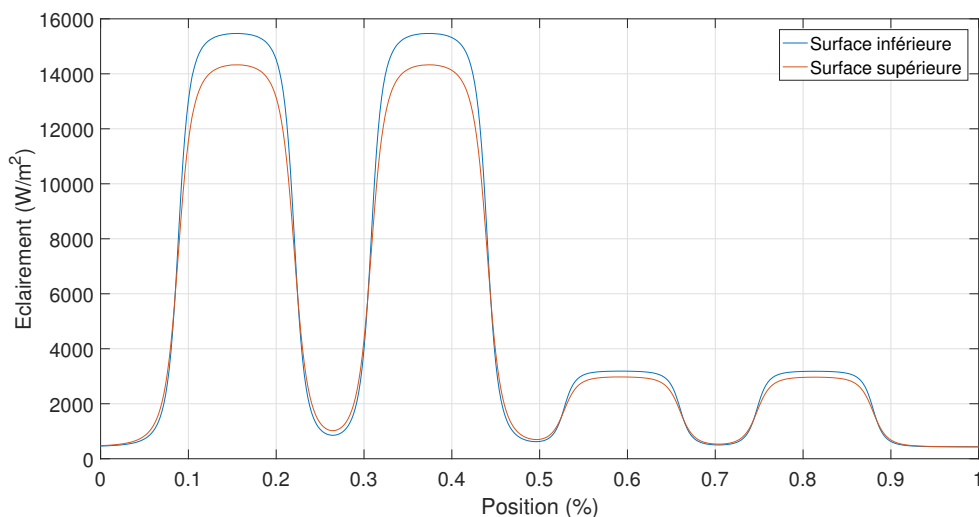


Figure 7.4 – Éclairement 1D des surfaces inférieure et supérieure du pré-imprégné en fonction de la position dans le four IR

Les conditions d'éclairement sont fixes par rapport au four mais le volume étudié ici se déplace dans celui-ci au cours de son chauffage, il est alors nécessaire de connaître

l'éclairement en fonction du temps. Le changement de variable utilisée pour tenir compte du déplacement est une fonction de la vitesse de la ligne d'imprégnation u : $t = x/u$. Pour calculer la puissance reçue par une portion de pré-imprégné d'une longueur de 1cm dans la direction x , l'éclairement a été intégré suivant l'équation 7.4.

$$P = \varepsilon \int_0^t S(E_s(t) + E_i(t)) dt \quad (7.4)$$

Dans l'équation 7.4, $E_s(t)$ et $E_i(t)$ désignent l'éclairement reçu respectivement par la surface supérieure et inférieure à l'instant t . Le pré-imprégné n'étant pas un corps noir, le résultat de l'intégration dans l'Equation 7.4, qui est la puissance totale qui arrive à la surface du pré-imprégné, doit être multiplié par l'émissivité ε du pré-imprégné pour obtenir la puissance absorbée.

L'énergie absorbée, calculée à partir de la puissance en tenant compte du temps de séjour dans le four, est donnée pour les deux essais B et C dans la Table 7.2.

Table 7.2 – Énergie et puissance fournies au pré-imprégné par les lampes IR au cours des essais B et C

Propriété	Unité	Essai	5min	10min	15min
Puissance	W	B	226.9	179.4	168.4
		C	196.9	179.2	179.2
Énergie	J	B	7147	5652	5306
		C	5593.9	5644	5029.2

Ces résultats montrent que l'énergie fournie pour le chauffage est plus de 8 fois supérieure à celle nécessaire pour effectuer le chauffage du pré-imprégné et les deux changements de phase. Ce résultat met en évidence de fortes pertes d'énergie au sein du four IR.

7.1.3 Calcul des pertes

Les pertes d'énergie du pré-imprégné ont deux origines :

- **Rayonnement** : l'émission propre du matériau suit la loi de Stephan Boltzmann (Équation 7.5)

$$M = \varepsilon \sigma T^4 \quad (7.5)$$

- **Convection** : dans les autres chapitres de ce manuscrit l'environnement convectif du four a été décrit et il a été montré que la convection forcée est dominante devant la convection naturelle (Chapitre 4 Section 4.4.2). Les échanges convectifs peuvent être modélisés par l'équation 7.6

$$P_c = h_{ech} S (T_{air} - T) \quad (7.6)$$

La table 7.3 montre l'estimation de la puissance perdue à différents moments des essais B et C. On peut noter que la puissance perdue diminue au cours d'un même essai. A ce jour, il est difficile de dire si cette diminution provient essentiellement d'une diminution de la puissance des lampes au cours des essais ou d'une baisse des échanges convectifs avec l'augmentation de température de l'air du four. En effet, au début du chauffage la puissance des lampes est élevée. Au cours de l'essai, les différents éléments du four (panneaux réflecteurs, plaques de verres, air) augmentent en température. La contribution radiative de ces éléments au chauffage du pré-imprégné augmente et les pertes par convection diminuent grâce au chauffage de l'air du four. La puissance des lampes est alors diminuée afin de maintenir la température du pré-imprégné constante aux points de mesure de la ligne.

Table 7.3 – Énergie et puissance perdue au cours des essais B et C

Propriété	Unité	Essai	5min	10min	15min
Puissance	W	B	209	161.7	150.7
		C	177.6	159.9	159.9
Énergie	J	B	6588.3	5093.3	4747.3
		C	5595	5036	5036

7.2 Mise en place de la simulation

Dans cette section, la modélisation du chauffage du pré-imprégné effectuée à l'aide de COMSOL[®] est décrite.

7.2.1 Géométrie

Du fait de la petite section du pré-imprégné dans l'environnement du four et des résultats obtenus dans le chapitre 6 sur les temps caractéristiques de diffusion (Chapitre 6), Section 6.2.3.3, une modélisation 1D dans l'épaisseur du pré-imprégné a été choisie. Cette configuration est modélisée par un élément avec deux nœuds dans l'épaisseur e du pré-imprégné à son entrée dans le four IR (Direction z sur la figure 7.1). Afin de résoudre l'équation de la chaleur, une surface effective $S = L u dt$ est utilisée. Ici L_i est la largeur du pré-imprégné, dt est le pas de temps de la simulation et u la vitesse de déroulement de la ligne d'imprégnation.

7.2.2 Propriétés matière

Les propriétés matière appliquées au pré-imprégné au cours du chauffage sont celles décrites dans le Chapitre 6 avec les fractions volumiques et massiques des différentes phases obtenues dans le Chapitre 5.

7.2.2.1 Prise en compte des changements de phase

Deux changements de phase doivent être pris en compte au cours de la simulation : l'évaporation de la phase aqueuse et la fusion de la matrice polymère. La modélisation de ces transitions doit permettre de modifier les propriétés thermo-physiques du pré-imprégné et de tenir compte de la nature endothermique des changements de phases. Ces transitions ont été modélisées avec la condition aux limites "Matériau avec changement de phase", dont les équations implémentées dans COMSOL® sont détaillées ci-après [22].

Les propriétés utilisées dans chaque phase sont les suivantes :

- **Avant évaporation** : État humide (1)
- **Après évaporation/ Avant fusion** : État sec (2)
- **Après fusion** : État fondu (3)

Le changement d'état a lieu de façon continue dans un intervalle de température ΔT_i autour de la température de changement d'état $T_{ce,i}$. Une fonction continue θ_i est introduite pour représenter la fraction massique de chaque phase i durant la transition. La Figure 7.5 montre l'exemple de la transition qui a lieu lors de l'évaporation de la phase humide.

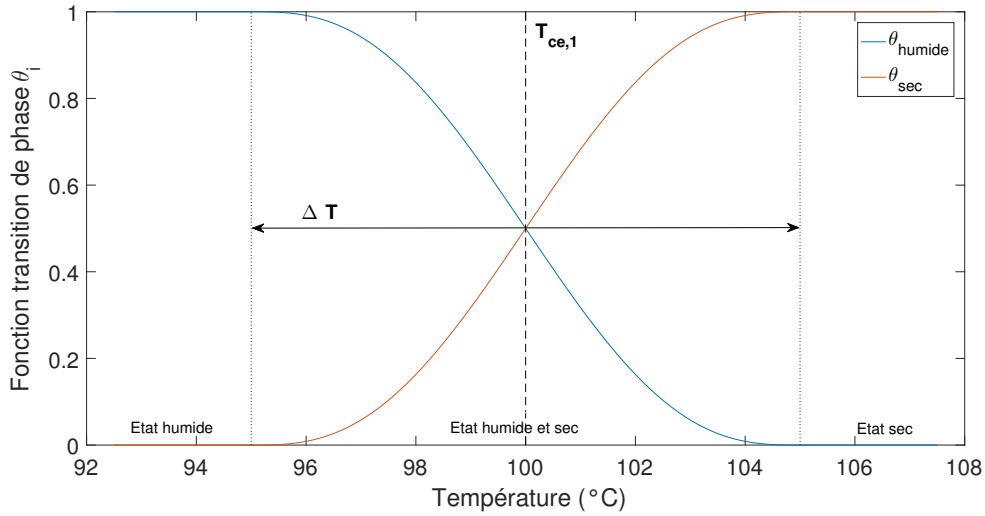


Figure 7.5 – Évolution des fonctions de transition de phase autour de la température d'évaporation de l'eau

Ainsi la masse volumique ρ et la conductivité thermique k sont données respectivement par les Équation 7.7 et 7.8.

$$\rho = \sum_i^{N_{phases}} \theta_i \rho_{phase i} \quad (7.7)$$

$$k = \sum_i^{N_{phases}} \theta_i k_{phase i} \quad (7.8)$$

Enfin l'enthalpie de changement de phase $\Delta H_{j \rightarrow j+1}$ est prise en compte à travers la capacité thermique du matériaux suivant l'Équation 7.9.

$$C_p = \frac{1}{\rho} \left(\sum_i^{N_{phases}} \theta_i \rho_{phase i} C_{p, phase i} \right) + \sum_j^{N_{phases}-1} L_{j \rightarrow j+1} \frac{d\alpha_{m, j \rightarrow j+1}}{dT} \quad (7.9)$$

Où $\alpha_{m, j \rightarrow j+1}$ est la fraction massique au cours de la transformation.

$$\alpha_{m, j \rightarrow j+1} = \frac{1}{2} \frac{\theta_{j+1} \rho_{phase(j+1)} - \theta_j \rho_{phase j}}{\theta_j \rho_{phase j} + \theta_{j+1} \rho_{phase(j+1)}} \quad (7.10)$$

Les paramètres utilisés pour effectuer le changement d'état sont résumés dans la Table 7.4. La valeur du paramètre ΔT a été choisit arbitrairement. L'augmentation de température au cours de la simulation est très rapide et les simulation ont montré que ce paramètre n'influençait pas la température du pré-imprégné dans les conditions imposées.

Table 7.4 – Paramètres de changement d'état

Changement d'état	Température (°C)	ΔT (°C)	Chaleur latente (kJ kg ⁻¹)
Évaporation	100	10	2257
Fusion	331	10	26

7.2.2.2 Changement de volume

Lors des changements d'état, le volume du pré-imprégné évolue. Dans cette modélisation, l'expansion après évaporation n'a pas été prise en compte. Devant le changement de volume à l'état fondu cette évolution est négligeable et son origine n'a pas été identifiée. Elle pourrait venir de la tension de surface de l'eau qui permet de resserrer les fibres entre elles à l'état humide ou bien cela pourrait être induit par la modification de la tension lors des prélèvements. Pour cette raison le volume d'air à l'état sec sera supposé égal au volume d'eau à l'état humide. La contraction qui a lieu lors de la fusion, plus marquée, a été prise en compte à travers les éléments suivants :

- **Volume Géométrique** : La géométrie et la section efficace restent constantes au cours de la simulation.
- **Propriétés matière** : Le ratio des masses volumiques φ est introduit (Équation 7.11).

$$\varphi = \frac{\rho_{sec}}{\rho_{fondu}} \quad (7.11)$$

Ce ratio est utilisé pour adapter la densité (Équation 7.12) et la conductivité thermique (Équation 7.13) afin d'assurer la conservation de la masse lors de la transformation.

$$\rho_3 = \varphi \rho_{fonde} \quad (7.12)$$

$$k_3 = \varphi k_{fonde} \quad (7.13)$$

- **Conditions aux limites** : Il est nécessaire de prendre en compte les changements de volume dans les conditions aux limites. En effet, si aucune considération n'est prise, l'application d'un flux induira un surplus d'énergie par rapport aux essais expérimentaux après les changements de volume. Pour éviter ce phénomène, les conditions aux limites en flux seront transformées en des conditions de puissance utilisant une surface de taille évolutive, différente de la section efficace imposée à la géométrie. Cette surface sera définie par sa largeur (Direction y, Figure 7.1) et sa longueur (Direction x). La largeur sera une fonction de la température $L(T)$ avec L_1 l'épaisseur avant la température de fusion et L_2 après. La longueur sera égale au déplacement effectué durant le temps dt correspondant au pas de temps du calcul : $l = udt$.

7.2.3 Conditions aux limites

7.2.3.1 Prise en compte du déplacement

L'éclairement des lampes dépend de la position dans le four. Or, le pré-imprégné se déplace à une vitesse u dans celui-ci. Les conditions aux limites spatiales ont donc été transformées en conditions aux limites temporelles afin de simuler le déplacement du pré-imprégné au cours de l'essai. Cette transformation se traduit par le changement de variable $t = x/u$.

7.2.3.2 Rayonnement

Dans cette modélisation, le rayonnement n'est pas calculé de façon explicite. L'éclairement, calculé à l'aide de la modélisation du four IR, a été décrit dans la Section 7.1.2. La puissance équivalente $P_{r,i}$ est calculée en utilisant l'Équation 7.14.

$$P_{r,i}(t, T) = \varepsilon L(T) u dt . E_i(t) \quad (7.14)$$

Dans cette équation i désigne la surface inférieure ou supérieure et ε est l'émissivité du pré-imprégné. L'éclairement est supposé uniforme sur la surface $L(T) u dt$ à chaque pas de calcul.

7.2.3.3 Convection

Les échanges convectifs sont également exprimés sous forme de puissance P_c par l'Équation 7.15.

$$P_c = L(T) u dt . h_{ech}(T_{air} - T) \quad (7.15)$$

Ici h_{ech} [$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$] est le coefficient d'échange convectif, T_{air} est la température de l'air du four et T est la température à la surface du pré-imprégné.

Contrairement à la modélisation du four, réalisée dans le Chapitre 4, dans laquelle la convection a été introduite au travers d'une corrélation, la convection dans le cas du chauffage de pré-imprégné a été réduite à l'Équation 7.15. Les mesures expérimentales de vitesse de l'air qui ont permis la mise place des corrélations dans le cas du chauffage de la plaque de PEI n'ont en effet pas pu être réalisées durant le fonctionnement en production de la ligne. D'autre part, dans le cas du pré-imprégné, la vitesse de défilement du produit et l'air humide produit par l'évaporation de la phase aqueuse changent significativement les échanges convectifs, et il n'était donc pas possible d'utiliser les valeurs expérimentales obtenues au Chapitre 4.

7.2.4 Maillage

Un maillage de taille "extra-fin", pré-définie par COMSOL® a été appliqué, résultant en 50 éléments 1D uniformes le long de la géométrie.

7.3 Résultats

7.3.1 Configuration de référence

Dans cette partie, les données relatives à l'essai C après 15min sont utilisées. Les données de température du pré-imprégné et de l'air du four sont exposées dans la Table 7.5. La localisation des différentes mesures se trouve en Annexe A.1.

Table 7.5 – Données de température après 15min de chauffage , Essai C.

Propriété	Unité	Valeur
Température Pyromètre A	°C	200.8
Température Pyromètre B	°C	428.6
Localisation évaporation	%	10
Température air extraite	°C	61.9
Température bouche 2	°C	94.1
Température bouche 3	°C	118.9
Température bouche 4	°C	117.3

Les températures mesurées par les pyromètres sont données à titre indicatif. En effet, l'émissivité utilisée pour obtenir ces mesures $\varepsilon = 0.75$ est sous-estimée par rapport à l'émissivité réelle du matériau $\varepsilon = 0.857$, mesurée par Spectrométrie IRTF (Chapitre 6). La température mesurée par les pyromètres est alors sur-estimée par rapport à la température réelle du matériau.

La température de l'air a été mesurée de façon ponctuelle au niveau des lames d'extraction et du collecteur d'air commun à toutes les lames d'extraction de la

partie inférieure du four (air extrait). Dans un premier temps, c'est cette dernière valeur qui a été utilisée dans la simulation et un coefficient d'échange arbitraire $h_{ech} = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ a été appliqué. L'influence de ces deux paramètres sur la température du pré-imprégné au cours du chauffage est analysée dans les paragraphes suivants.

7.3.2 Évolution de la température

La Figure 7.6 montre l'évolution de la température moyenne dans la section du pré-imprégné au cours de son trajet dans le four IR pour les conditions décrites ci-dessus. Les températures expérimentales mesurées par les pyromètres et la localisation de la température d'évaporation sont également tracées sur cette figure afin de pouvoir comparer les résultats numériques et expérimentaux.

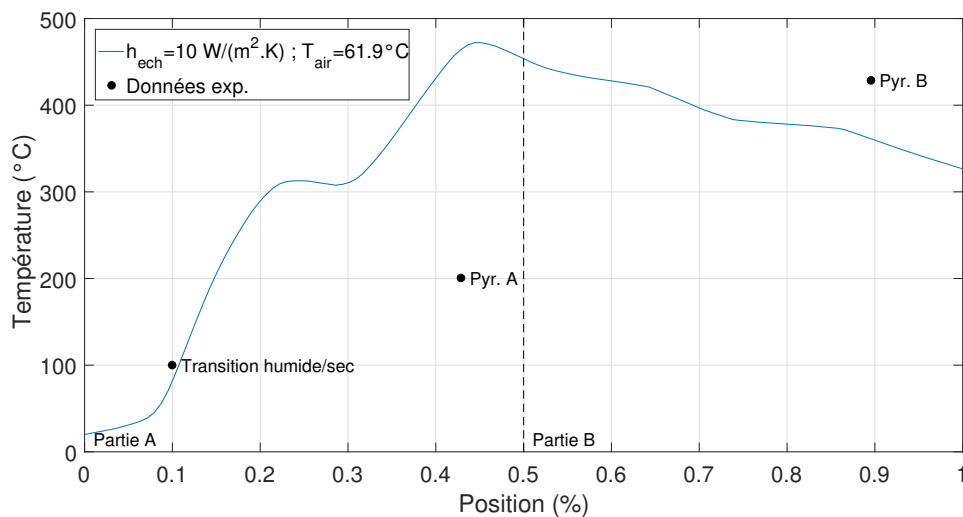


Figure 7.6 – Évolution de la température en fonction de la position dans le four

Sur cette figure, plusieurs éléments peuvent être remarqués. Tout d'abord, dans la partie A du four, la forte puissance des lampes IR (Figure 7.4) provoque un chauffage rapide du pré-imprégné. Dans la partie B, la puissance des lampes IR est insuffisante devant les échanges convectifs imposés dans la modélisation provoquant le refroidissement du pré-imprégné.

La présence d'une zone à faible éclairage entre deux modules provoque un léger refroidissement dans la partie A et contribue à accélérer le refroidissement dans la partie B.

Durant la phase de chauffage intense dans la partie A, la simulation sur-estime la température du pré-imprégné. La température au pyromètre A est presque 2.5 fois supérieure à la mesure expérimentale. Inversement, le refroidissement simulé sous-estime la température mesurée par le pyromètre B. Cependant, la localisation de la transition humide/sec semble être bien représentative des résultats expérimentaux.

7.3.3 Influence du coefficient d'échange

La Figure 7.7 montre l'évolution de la température du pré-imprégné obtenue par simulation numérique pour différentes valeurs du coefficient d'échange h_{ech} .

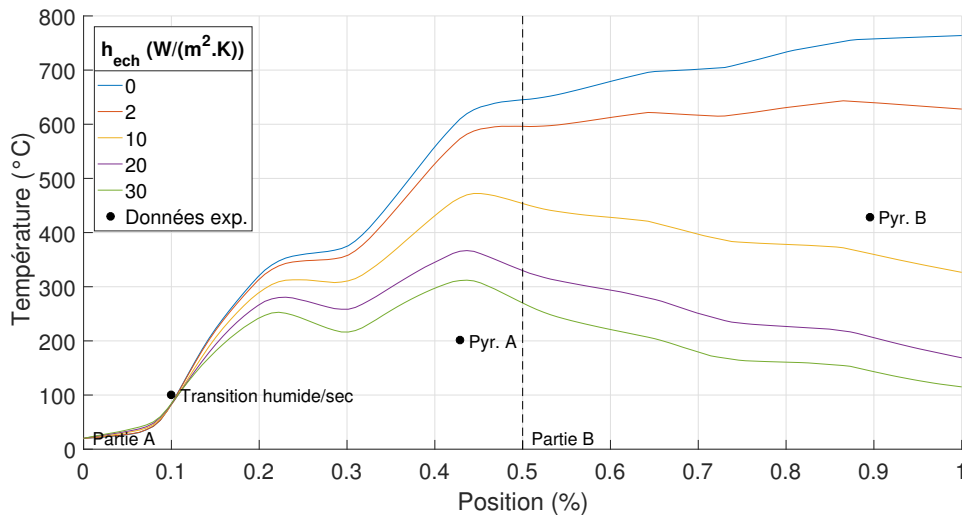


Figure 7.7 – Influence du coefficient d'échange h_{ech} sur le température du pré-imprégné

Dans les premiers 10% du four, le coefficient d'échange ne semble pas avoir d'impact sur la température du pré-imprégné. Pour des faibles valeurs du coefficient h_{ech} l'effet du chauffage radiatif est prépondérant, ce qui se traduit par un chauffage continu du pré-imprégné sur toute la longueur du four. Des plateaux ou un chauffage plus lent sont la conséquence de la présence des zones à faible éclaircissement (entre modules). Pour des valeurs plus élevées de h_{ech} , la température maximale atteinte en première partie du four est plus basse, se rapprochant de la valeur expérimentale. Cependant, l'effet en début de four est faible et a peu d'influence sur la position de la transition humide/sec qui a lieu à 100°C. Dans la partie B, le refroidissement est d'autant plus rapide que le coefficient est élevé. La température calculée numériquement s'écarte de la valeur expérimentale.

Ces résultats montrent que le coefficient d'échange a une très forte influence sur la température moyenne du pré-imprégné. Cependant, la variation de ce paramètre ne permet pas de retrouver les résultats expérimentaux. En conséquence, d'autres facteurs doivent influencer les échanges de chaleur du pré-imprégné avec le four IR.

7.3.4 Influence de la température de l'air

Un autre paramètre qui intervient dans les échanges convectifs à la surface du pré-imprégné est la température de l'air du four (Équation 7.6). Dans les simulations précédentes, la température d'air extraite du four a été utilisée (Table 7.5). Cette valeur a l'avantage d'être en quelque sorte une moyenne, après mélange, de l'air du four. Cependant, des températures plus élevées de l'air ont pu être relevés par les thermocouples, placés à l'entrée des vannes d'extraction 2, 3 et 4 (Annexe A.1).

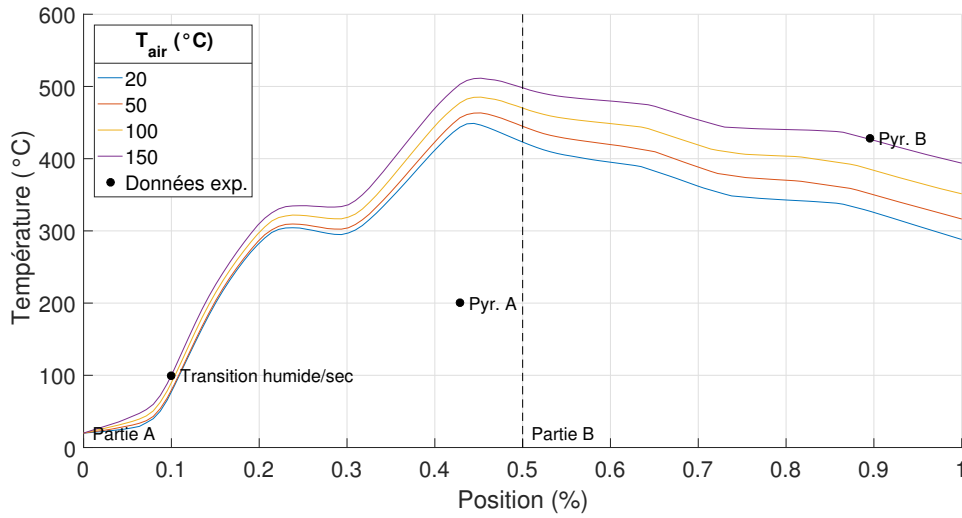


Figure 7.8 – Influence de la température de l’air du four T_{air} sur la température du pré-imprégné

La Figure 7.8 montre la température moyenne du pré-imprégné simulée le long du four IR pour différentes valeurs de T_{air} avec un coefficient d’échange $h_{ech} = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Contrairement à la valeur du coefficient d’échange, la température de l’air affecte la température du pré-imprégné dès son entrée dans le four. Pour des températures d’air plus élevées, la transition humide/sec est décalée vers l’entrée du four puisque l’air contribue au chauffage du pré-imprégné. En deuxième partie du four, la température T_{air} a une forte influence sur la vitesse de refroidissement. En effet, lorsque la température de l’air est plus chaude, le refroidissement est ralenti.

Ces résultats montrent que la température de l’air a également une forte influence sur la température moyenne du pré-imprégné. Ici, les simulations ont été effectuées pour une valeur constante de ce paramètre. Cependant, les mesures effectuées par les thermocouples montrent que ce n’est pas le cas. A partir de ces mesures, il est difficile de déterminer l’évolution de la température de l’air le long du four. Cependant, au vu de la température expérimentale mesurée pour le pré-imprégné et les mesures effectuées par les thermocouples situées dans les réflecteurs céramiques des modules 2 et 4 (Annexe B), il est possible d’imaginer une augmentation de celle-ci le long du four. Des mesures supplémentaires sont nécessaires pour améliorer la prise en compte de ce paramètre.

7.3.5 Influence d’une convection variable

De même que pour la température de l’air du four, le coefficient d’échange peut varier le long du four. D’une part, il dépend de la température et d’autre part de la vitesse de l’air. A titre d’exemple, un coefficient d’échange en fonction de la position a été implémenté dans la modélisation COMSOL® (Équation 7.16).

$$h_{ech}(x) = \frac{a}{2} \sin\left(8x + \frac{\pi}{2}\right) + \frac{a+4}{2} \quad (7.16)$$

Une variation sinusoïdale a été choisie, le maximum est pris au centre de chaque lame d'extraction où la vitesse de l'air est maximale et le minimum est localisé au centre des modules où la vitesse est plus faible. Le paramètre a permet de varier l'amplitude de la courbe avec une valeur maximale $h_{max} = a + 2$. Enfin, une valeur minimale arbitraire a été choisie $h_{min} = 2 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. La Figure 7.9 montre un exemple avec $a = 8$.

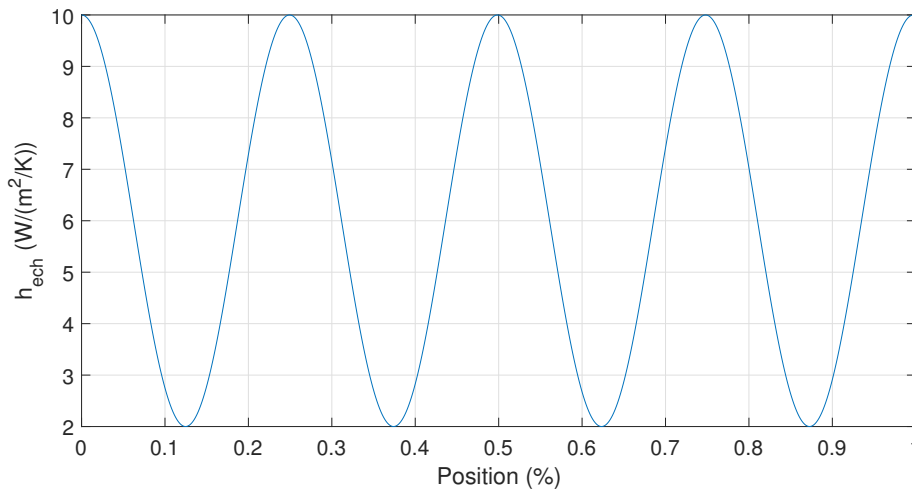


Figure 7.9 – Coefficient d'échange variable en fonction de la position dans le four

La Figure 7.10 montre les résultats pour plusieurs valeurs de h_{max} . La nature oscillatoire du coefficient d'échange implémenté se reflète dans la température moyenne du pré-imprégné, creusant les pics et les vallées. Il est également intéressant de noter que pour $h_{max} = 20$ l'évolution globale de la température est très similaire au cas d'un coefficient d'échange constant $h = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

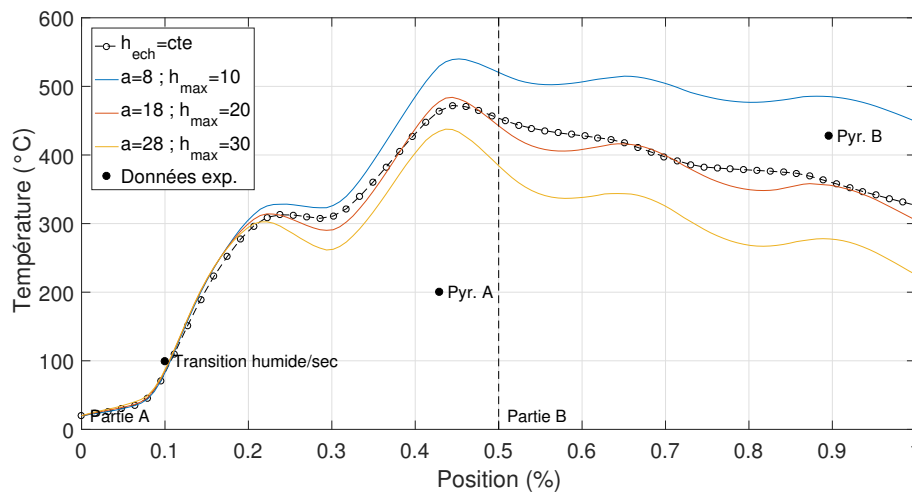


Figure 7.10 – Influence d'un coefficient d'échange variable sur la température du pré-imprégné

L'implémentation d'un coefficient variable et une température d'air du four représentative des conditions expérimentales contribuerait à améliorer la simulation effectuée dans ce chapitre. Cependant, la variation de ces derniers ne semble pas impacter considérablement la température dans la partie A du four.

7.3.6 Autres facteurs d'influences

Un écart considérable entre les températures expérimentales et numériques dans la partie A du four n'a pas pu être compensé par la modification des paramètres convectifs. L'étude des lampes et des modules chauffants a été effectuée dans la Partie I de ces travaux. Bien qu'un écart entre température expérimentale et numérique ait été relevé pour l'étude de la plaque instrumentée de [PEI](#), il reste faible devant les différences de températures obtenues pour le chauffage du pré-imprégné.

Un élément qui pourrait expliquer un chauffage plus lent dans la partie A dans le cas expérimental est la présence de vapeur d'eau. Dans ces travaux les échanges radiatifs sont effectués sans tenir compte d'un milieu participatif. Cependant, la vapeur d'eau a des zones de forte absorption dans le domaine spectral des lampes [\[76\]](#). En fonction de la saturation de l'air en vapeur, la présence de la vapeur pourrait réduire la quantité de rayonnement reçu par le pré-imprégné (milieu participatif). Les échanges convectifs peuvent également être modifiés par rapport à un air sec puisque ces échanges dépendent de la nature du gaz.

Un second facteur, qui pourrait influencer la température sur l'ensemble de la longueur du four, est l'angle d'incidence du rayonnement. En effet, l'étude bibliographique sur les propriétés optiques des pré-imprégnées, menée dans le Chapitre 6 Section 6.1.1.4, a permis de mettre en évidence un lien entre l'angle d'incidence du rayonnement et la réflectance spectrale du matériau. Dans le cas étudié ici, plusieurs zones du four IR ont été utilisées pour réaliser le chauffage. Les Zones 1 (Partie A) et 7 (Partie B) sont parallèles au pré-imprégné, le rayonnement provenant de ces lampes devrait être majoritairement absorbé par le pré-imprégné. Cependant, devant la faible largeur du pré-imprégné, l'angle d'incidence des différentes zones augmente progressivement. De ce fait, il est possible qu'une majorité du rayonnement, provenant de ces zones, soit réfléchi à la surface du pré-imprégné, réduisant ainsi l'énergie absorbée par celui-ci et donc sa température par rapport aux résultats montrés ici.

Plusieurs autres facteurs, du second ordre par rapport à la convection et les autres éléments évoqués dans ce paragraphe, peuvent jouer sur la précision du modèle :

- Les fractions volumiques et massiques des différents phases au cours du chauffage
- La modélisation des paramètres thermo-physiques
- La diffusion thermique dans la direction parallèle aux fibres est négligée,
- L'émissivité du pré-imprégné à l'état humide n'est pas connu,
- Le rayonnement propre des éléments du four : La température des réflecteurs est considérée constante et égale à la température ambiante lors du calcul de l'éclairement. Les mesures, effectuées avec les thermocouples des réflecteurs des modules 2 et 4, montrent que ces réflecteurs ont atteint une température de

40°C dans le module 2 et 60°C dans le module 4 (Annexe A.1). La contribution optique à température ambiante des plaques de verre a été prise en compte dans la modélisation des lampes IR à réflecteur intégré mais son émission propre, en fonction de la température, n'a pas été prise en compte.

7.4 Conclusion partielle

Les résultats obtenus au cours de ces travaux, et qui ont été présentés dans les six premiers chapitres de ce manuscrit, ont permis de développer un modèle de chauffage du pré-imprégné sur la ligne d'imprégnation.

La quantité d'énergie nécessaire pour effectuer le traitement thermique du pré-imprégné a été calculée. Grâce aux simulations du four IR, la quantité d'énergie délivrée par les lampes IR en condition de la fabrication a pu être calculée. La confrontation de ces deux valeurs a permis de mettre en évidence de fortes pertes énergétiques au niveau du pré-imprégné dont l'origine principale est la convection forcée du four IR.

La simulation de la température du pré-imprégné au cours du traitement a été réalisée à l'aide du logiciel COMSOL[®]. Ce modèle propose une première approche prometteuse vers la modélisation de la température au cours du procédé de chauffage des pré-imprégnés. Le profil thermique obtenu est en bon accord avec les résultats expérimentaux mais la température numérique est sur-estimée.

En effet, cette confrontation a permis de mettre en évidence la complexité de la convection au sein du four durant le chauffage. L'étude des écoulements au sein du four, d'un point de vue cinématique et thermique, devra être menée afin d'améliorer la prise en compte de ce phénomène. Le couplage de notre approche radiative avec un logiciel de CFD permettra une meilleure prise en compte des phénomènes convectifs.

Cependant, la température numérique dans la première partie du four présente des écarts qui ne peuvent être expliqués uniquement par les échanges convectifs. Une meilleure prise en compte de l'humidité dans l'air environnant du four et au sein du pré-imprégné permettra d'améliorer ce point. En effet, dans ce modèle, d'une part, le transfert de chaleur est pris en compte en considérant une transition entre l'état humide et sec arbitrairement sur un intervalle de température de 10°C, et d'autre part, les phénomènes de transfert de masse ont été négligés. De plus, la présence de vapeur d'eau au sein du pré-imprégné modifie ses propriétés thermo physiques vis-à-vis des états humide et sec.

Conclusions générales et perspectives

L'étape clé du procédé d'imprégnation par voie aqueuse est le cycle thermique appliqué pour effectuer l'évaporation de la phase aqueuse et la fusion de la matrice. Pour être parfaitement contrôlé, le conditionnement thermique réalisé à l'aide de modules chauffants équipés d'émetteurs IR nécessite une parfaite compréhension des transferts de chaleur avec le pré-imprégné. D'autre part, la maîtrise des paramètres matériau est essentielle pour contrôler la température au cours du procédé. Les travaux présentés dans ce manuscrit ont ainsi consisté en une étude du four IR de la ligne d'imprégnation de l'IRT Saint-Exupéry. Une première étape a permis une compréhension du procédé indépendamment du matériau. Le second volet de ces travaux a consisté en une étude du matériau afin d'apporter une meilleure compréhension des transferts de chaleur lors de son interaction avec le four IR.

La Partie I de ce manuscrit était centrée sur le four IR. Dans un premier temps, une étude expérimentale de cet équipement a été réalisée à l'aide de plaques instrumentées et des différents moyens de mesures présents sur la ligne d'imprégnation. Cette étude a permis de mettre en évidence les principaux paramètres procédé impliqués dans l'étape de chauffage : le zonage et la puissance des émetteurs IR et les paramètres de ventilation. Dans le Chapitre 3, les émetteurs IR ont été étudiés en détail. La ligne d'imprégnation est équipée de lampes halogènes tubulaires émettant dans le proche IR. Ces lampes tubulaires ont la particularité d'être revêtues d'une fine couche de peinture céramique en face arrière. Ce revêtement joue le rôle de réflecteur permettant, dès l'émission de la lampe, de réfléchir la majorité du rayonnement dans une direction privilégiée. Ces lampes sont modélisées en mesurant la température du filament, fonction de la tension d'alimentation, et d'une fonction de pondération permettant de tenir compte de la distribution spatiale du rayonnement. Une approche d'identification par méthode inverse a été retenue pour déterminer les paramètres de la fonction de pondération. Ce travail avait déjà été réalisé au sein de l'Institut Clément Ader pour l'étude de lampes claires (sans réflecteur). Cependant, les dimensions de la lampe et de la plaque chauffée par celle-ci sont plus importantes par rapport à celles des travaux ultérieurs. Les échanges convectifs engendrés par ces changements d'échelle ont complexifié la détermination des paramètres du modèle. Pour palier cette difficulté, un modèle phénoménologique a été établi pour prendre en compte la convection naturelle induite par le chauffage de la plaque. La relation entre la tension d'alimentation et la température de la lampe n'était pas connue. Dans un premier temps, l'ensemble des paramètres du modèle ont été déterminés à partir d'essais avec la lampe à réflecteur intégré. Les résultats n'étaient pas suffisants, car la fonction de pondération et la température sont interdépendantes. Afin de découpler les effets, la température filament a été déterminée avec une lampe claire et la fonction de pondération a été déterminée avec la lampe à réflecteur.

Ces résultats ont permis d'établir un modèle du module chauffant du four IR. Ce modèle tient compte du zonage du four IR et de la tension d'alimentation. Les plaques de verre présentes dans ces modules ont été prises en compte à travers un ajustement de l'émissivité des lampes IR. Les propriétés optiques de la plaque de verre ont été caractérisées et la plaque a été ajoutée au montage d'identification inverse afin d'établir ce modèle. Cette approche permet de prendre en compte l'effet de la plaque de verre sur la transmission du rayonnement mais ne permet pas de rendre compte de la température de celle-ci, son apport aux échanges thermiques dans le four et son émission propre. Par ailleurs, un des verrous principaux de ces travaux est la convection. Des mesures expérimentales, ponctuelles, pour estimer la température de l'air ont été réalisées, lesquelles ont permis d'implémenter des corrélations issues de la littérature pour simuler la convection forcée. Cette modélisation a été comparée aux essais effectués avec la plaque instrumentée PEI. Malgré les simplifications apportées, le profil numérique donne une bonne approximation de la température expérimentale mesurée au cours des essais.

La Partie II de ces travaux a consisté en une étude du pré-imprégné. Dans le Chapitre 5, une étude des interactions du four IR avec le pré-imprégné a été menée. Une série d'essais a été réalisée sur la ligne d'imprégnation en conditions de fabrication. Dans un premier temps, ces essais ont permis de comprendre l'impact des paramètres procédé. Une attention particulière a été apportée à l'évolution de la température de l'air du four au cours des essais. Aucun lien explicite entre la température de l'air et le taux d'extraction n'a pu être établi à partir de ces essais. Cependant, une tendance forte montrant une accélération du chauffage de l'air avec la diminution du taux d'extraction a tout de même été constatée. Ce résultat montre que les conditions environnantes du four ne sont pas stationnaires (cinétique et thermique) durant les essais. La deuxième problématique mise en avant dans ce chapitre est le prélèvement d'échantillons permettant la caractérisation du matériau aux différents stades du conditionnement thermique. La nature des échantillons constitue une des difficultés de ces travaux. La microstructure n'est pas figée avant l'étape de fusion. En conséquence, il a été nécessaire de maintenir les échantillons sous tension durant leur prélèvement. Une attention particulière a été apportée afin d'altérer le moins possible la microstructure lors des prélèvements. Les échantillons humides n'ont pas pu être prélevés pour la caractérisation, car la présence de la phase aqueuse induit une difficulté supplémentaire. En plus de maintenir la microstructure sous tension, la conservation de la phase humide pour caractérisation n'a pas pu être réalisée. Des échantillons humides ont toutefois permis d'étudier la cinétique de séchage qui a lieu très rapidement, dans les premiers 10% de la longueur du four.

A partir des échantillons prélevés, les fractions volumiques et massiques des différentes phases composant le pré-imprégné aux différentes étapes de chauffage ont été calculées. Différentes méthodes ont été utilisées pour déterminer ces fractions : des méthodes macroscopiques de pesée et de mesure de longueur, ainsi que des méthodes de caractérisation de la microstructure à l'aide d'observations microscopiques et tomographique. Le protocole mis en œuvre s'avère prometteur pour effectuer cette analyse. Dans le Chapitre 5, l'étude des propriétés optiques et thermo-physique du pré-imprégné a été menée. Les propriétés optiques des échantillons sec et fondu à température ambiante ont été calculées. L'opacité des échantillons dans la gamme

spectrale des lampes IR du four $\lambda_{four} = [0.58; 10.6]\mu\text{m}$, a été confirmée. La caractérisation de la réflexion normale-hémisphérique a permis de déduire l'émissivité du pré-imprégné en fonction de la température de l'émetteur IR. Les propriétés thermo-physiques ont été modélisées à partir de données de la littérature et des fractions massiques et volumiques déterminées dans le Chapitre 5.

Enfin, dans le Chapitre 7, l'ensemble des éléments étudiés dans ce manuscrit ont permis d'établir une modélisation 1D du conditionnement thermique du pré-imprégné le long du four IR. L'éclairement du pré-imprégné a été calculé à l'aide de la modélisation des modules chauffants effectué dans la Partie I. Les propriétés thermo-physiques modélisés dans le Chapitre 6 ont été appliquées pour l'étude du chauffage en utilisant les paramètres du four IR. Cette modélisation, représentative du chauffage mais avec une sur-estimation de la température du pré-imprégné, a permis de mettre en évidence l'importance des échanges convectifs entre l'air du four et le pré-imprégné. En conclusion, l'étude des transferts thermiques dans le four et au sein du pré-imprégné, a conduit à l'établissement d'un modèle préliminaire de chauffage de celui-ci, permettant un pas décisif vers la maîtrise de l'étape de chauffage dans le procédé d'imprégnation par voie aqueuse.

Ce travail défricheur, ouvre la voie à d'autres perspectives intéressantes, afin d'aboutir à une modélisation encore plus aboutie, laquelle conduirait à l'optimisation de la qualité du pré-imprégné. Cet outil numérique permettrait de tester l'utilisation de différentes configurations, par exemple différentes taux d'emports ou différents matériaux.

Une étude approfondie de la température et de l'écoulement de l'air du four en fonction des différents paramètres procédé devra être réalisée. Des approches autant expérimentales que numériques (basées par exemple sur le couplage avec un logiciel CFD) devront être mises en œuvre afin d'améliorer la compréhension et la maîtrise de la circulation de l'air sur le chauffage du pré-imprégné. Un autre élément qui contribuerait à l'amélioration de la modélisation du four IR serait une modélisation radiative explicite des plaques de verre et la prise en compte des réflecteurs dans le calcul des échanges thermiques. La maîtrise des conditions aux limites convectives sur le banc expérimental de caractérisation inverse, devra également permettre d'améliorer la précision de la modélisation de la lampe à réflecteur intégré.

En dehors des problématiques liées à la convection, la caractérisation du pré-imprégné pourra être améliorée. Pour l'instant, la modélisation du four est basée sur les résultats d'essais spécifiques, elle n'est pas complètement prédictive. Pour permettre une utilisation du modèle indépendamment d'essais spécifiques il faudrait établir un lien entre les différentes fractions volumiques ou massiques. Une première piste à creuser est basée sur l'existence d'un lien entre la largeur du pré-imprégné et le taux d'emport de la résine, mentionné dans la littérature. Ensuite, un lien entre taux d'emport et taux d'humidité pourra être investigué. La connaissance de ces relations permettrait d'utiliser la simulation numérique pour déterminer la faisabilité de différentes compositions de pré-imprégné, tandis que les paramètres procédé optimaux pourraient être étudiés en amont des essais expérimentaux.

La caractérisation optique pourra être approfondie avec la caractérisation de la réponse spéculaire du pré-imprégné (BRDF). Un tel travail permettrait de déterminer

l'influence du choix des différentes zones lors du chauffage sur la réponse optique du pré-imprégné.

La modélisation des paramètres thermo-physiques pourra également être approfondie , notamment en ce qui concerne la conductivité thermique. L'utilisation de modèles plus complexes ou bien le développement de moyens expérimentaux spécifiques pourrait être intéressant pour mieux caractériser cette propriété physique, même si la mesure quantitative de la conductivité thermique d'un composite reste complexe.

Globalement, une stratégie pour caractériser le matériaux à l'état humide devra être développée. La caractérisation des propriétés optiques reste un point important à améliorer, car pour l'instant, l'impact de l'eau sur la réponse optique du pré-imprégné n'est pas connue. Les transferts de masse pourront également être davantage étudiés. D'une part pour améliorer la prise en compte des propriétés matériaux au cours de l'évaporation et d'autre part pour améliorer la prise en compte des échanges convectifs entre le pré-imprégné et l'air humide. Dans ces travaux, la présence de vapeur d'eau a été négligée.

Enfin, tous ces éléments permettront une amélioration du modèle final de chauffage induisant une meilleure maîtrise du procédé et du produit final.

Fonctionnement du Four IR

A.1	Localisation des moyens de mesure	199
A.2	Chauffage d'une plaque instrumentée	200
A.2.1	Zone 1 à différentes puissances	200
A.2.2	Différentes zones à 20% de puissance	202
A.2.3	Chauffage à plusieurs zones	204

A.1 Localisation des moyens de mesure

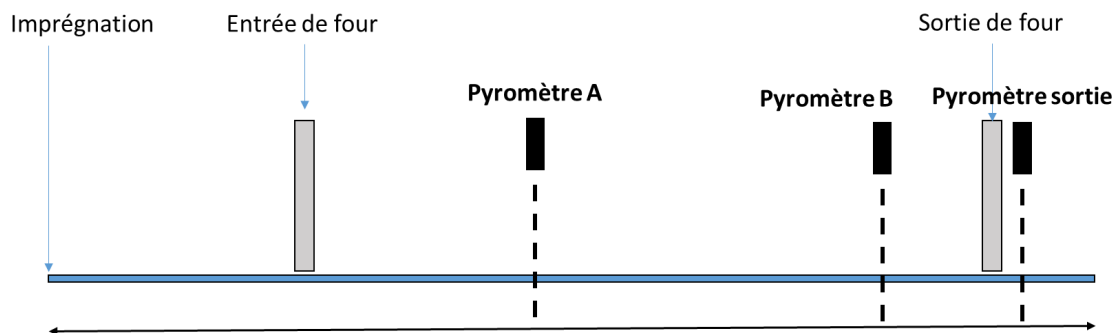


Figure A.1 – Placement des pyromètres sur la ligne d'imprégnation

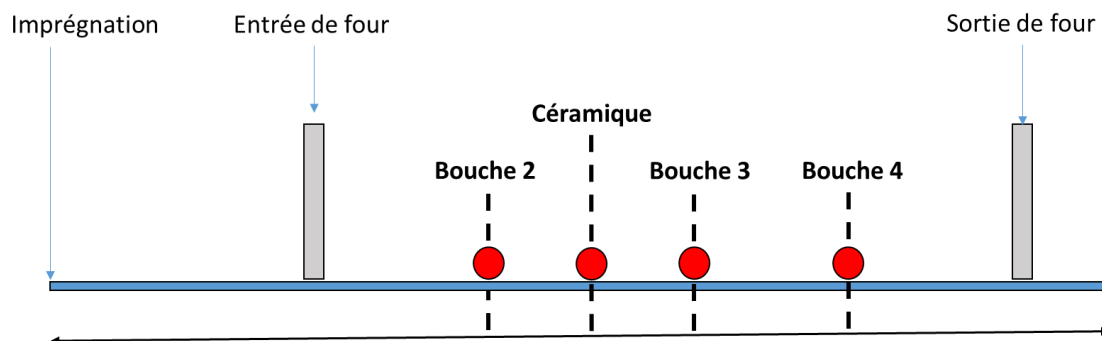


Figure A.2 – Placement des thermocouples sur la ligne d'imprégnation

A.2 Chauffage d'une plaque instrumentée

Dans le Chapitre 1 des champs thermiques obtenus à partir des mesures de température réalisées avec des thermocouples situés dans la plaque instrumentée de PEI ont été discutés. Dans cette section, les graphes temporels correspondant à ces essais sont donnés.

A.2.1 Zone 1 à différentes puissances

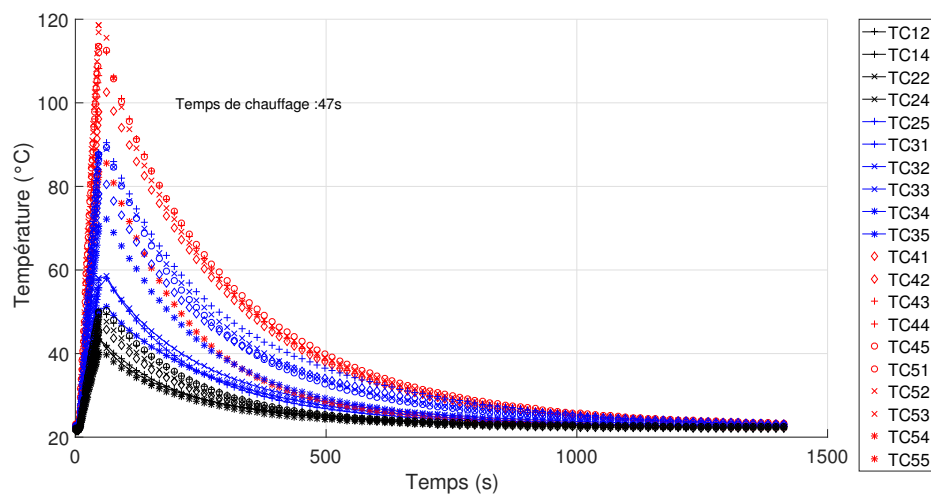


Figure A.3 – Zone 1, Puissance 20%

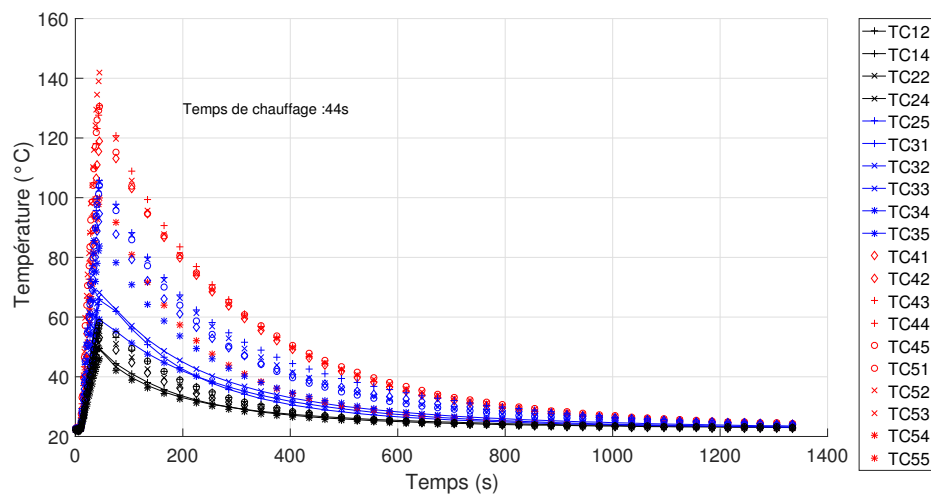


Figure A.4 – Zone 1, Puissance 30%

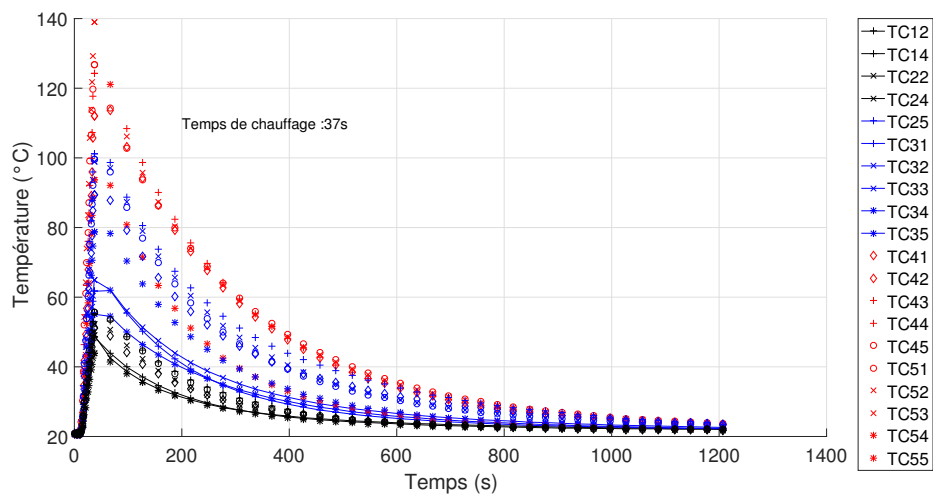


Figure A.5 – Zone 1, Puissance 40%

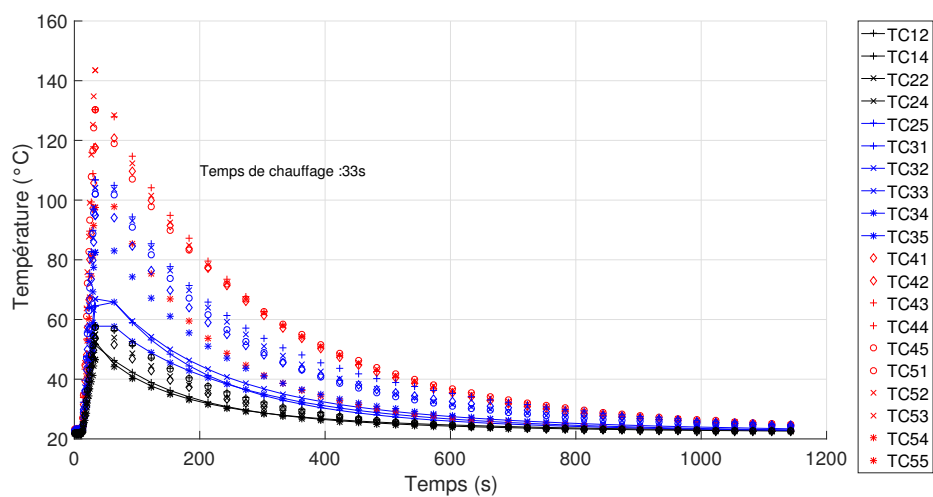


Figure A.6 – Zone 1, Puissance 50%

A.2.2 Différentes zones à 20% de puissance

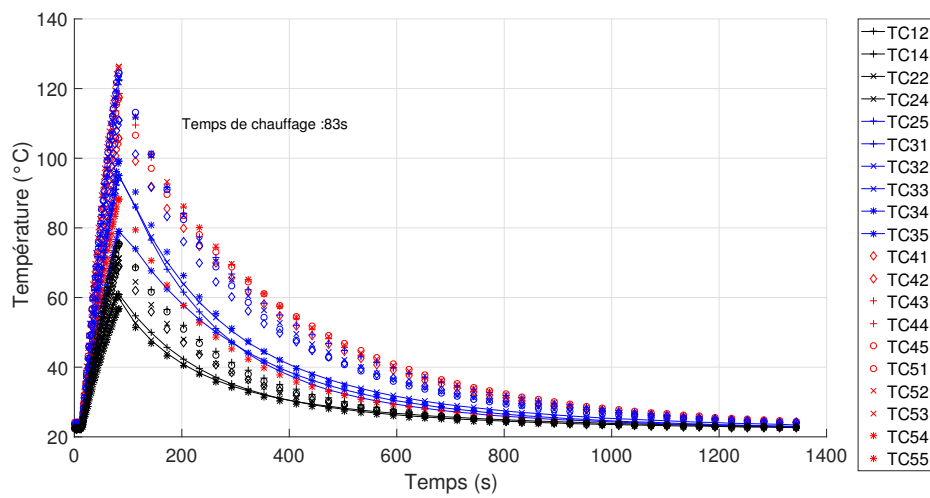


Figure A.7 – Zone 2, Puissance 20%

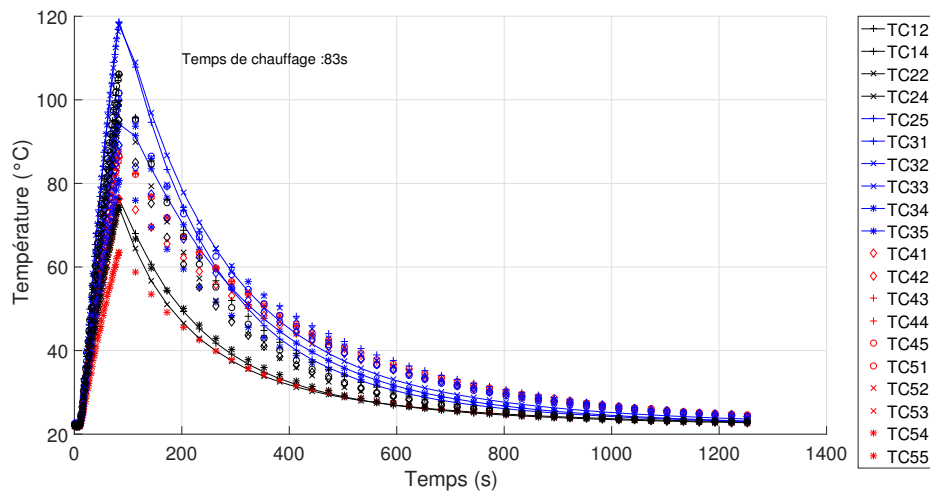


Figure A.8 – Zone 3, Puissance 20%

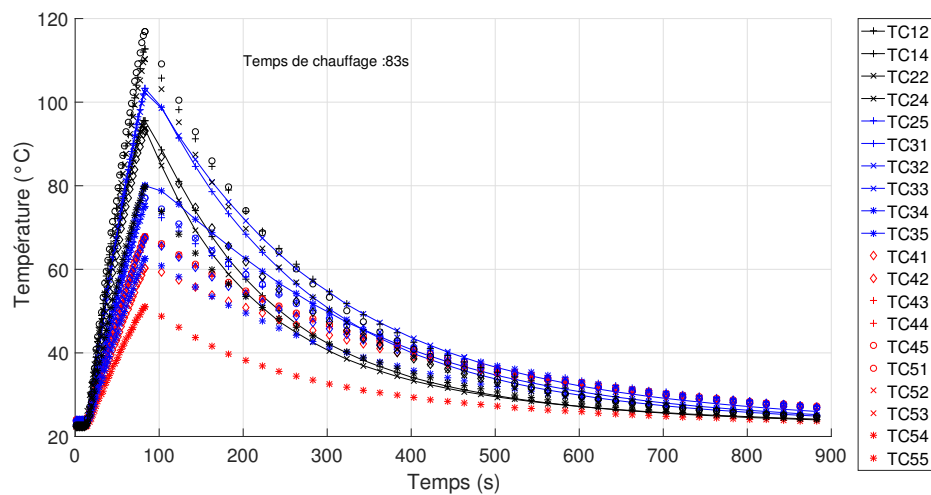


Figure A.9 – Zone 4, Puissance 20%

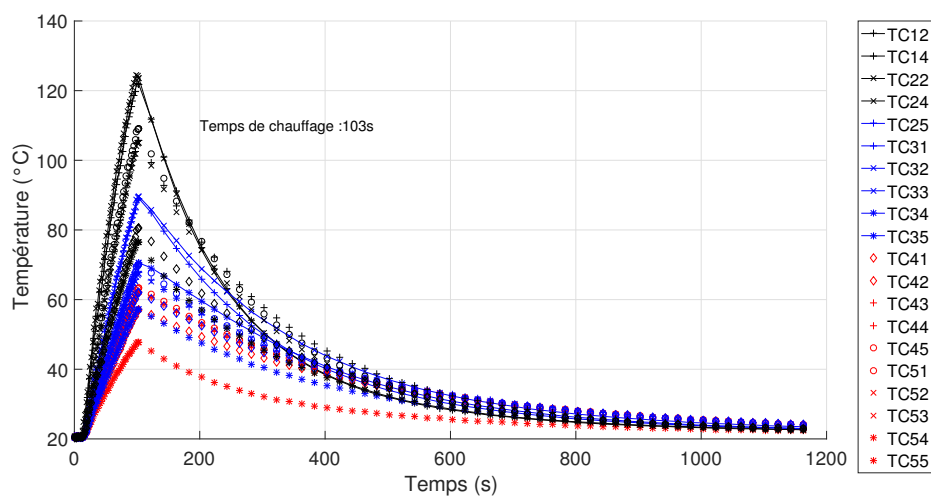


Figure A.10 – Zone 5, Puissance 20%

A.2.3 Chauffage à plusieurs zones

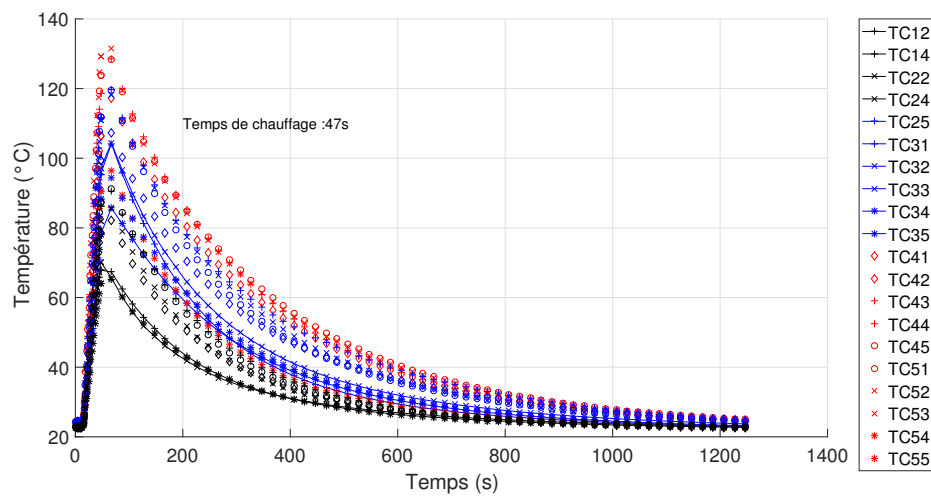


Figure A.11 – Zones 1 et 3, Puissance 20%

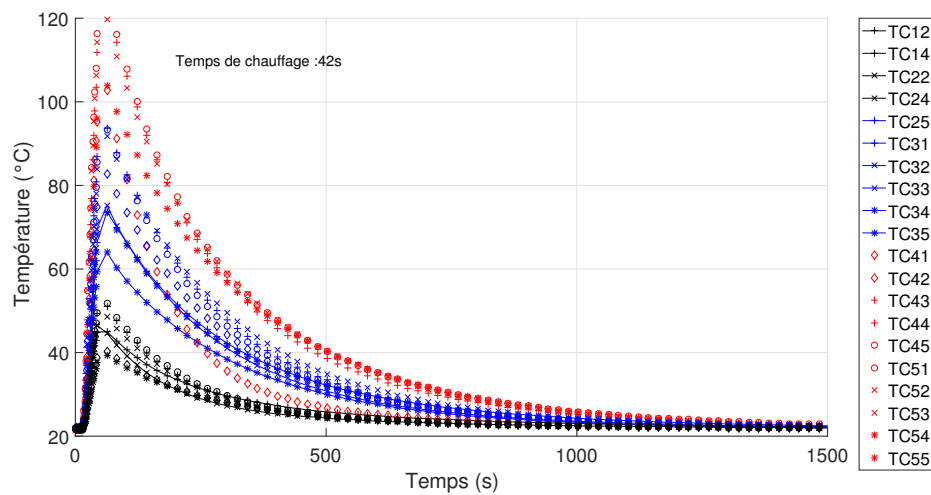


Figure A.12 – Zones 1, 2 et 3, Puissance 50%

ANNEXE B

Essais lignes d'imprégnation

Trois essais d'imprégnation ont été effectués afin de réaliser des prélèvements de matière et obtenir des données process pour réaliser les caractérisations et modélisations exposées dans la Partie II de ce manuscrit.

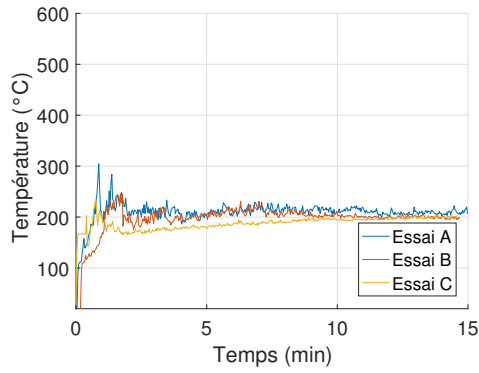
Ces essais ont duré chacun 15min et ont été réalisés dans les conditions STD T0 METEOR sans calandrage (voir Chapitre 5).

Ici sont présentés quelques résultats obtenus au cours de ces essais, pertinents pour appuyer les analyses effectuées dans ces travaux.

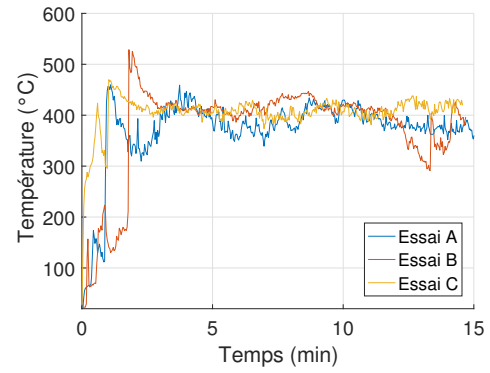
La Figure B.1 montre :

- B.1a et B.1b La température relevée par les pyromètres A et B (Figure A.1).
- B.1c et B.1d La puissance appliquée dans les Parties 1 et 2 du four au cours des essais.
- B.1e et B.1f La température mesurée par thermocouples de la voute céramique

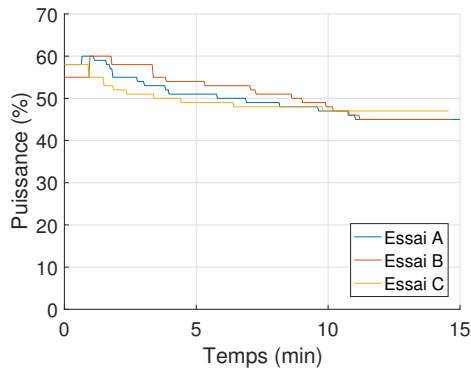
La Figure B.2 montre l'évolution de la température de l'air extrait du four et la température mesurée par les thermocouples placés à l'entrée des bouches 2, 3 et 4 (Figure A.2).



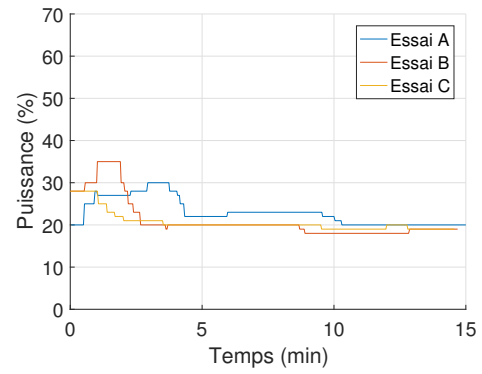
(a) Pyromètre A



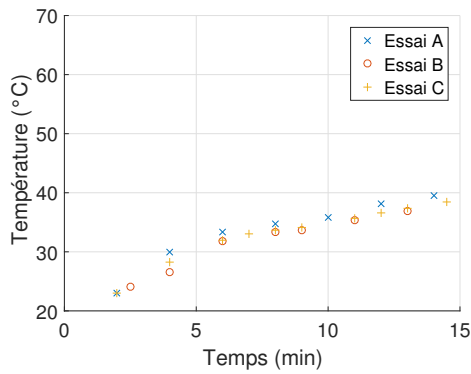
(b) Pyromètre B



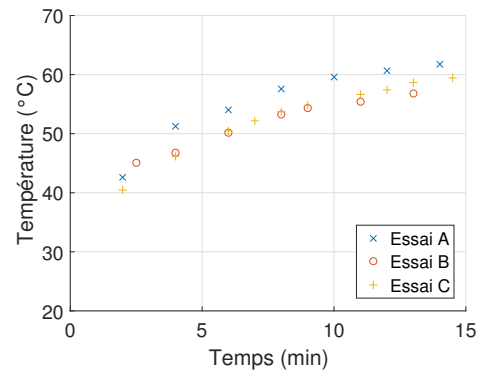
(c) Partie 1 : Zones 1-3



(d) PARTIE 2 : Zones 7-9



(e) Céramique Partie 1



(f) Céramique Partie 2

Figure B.1 – Evolution de la température et des puissances au cours des essais d'imprégnation

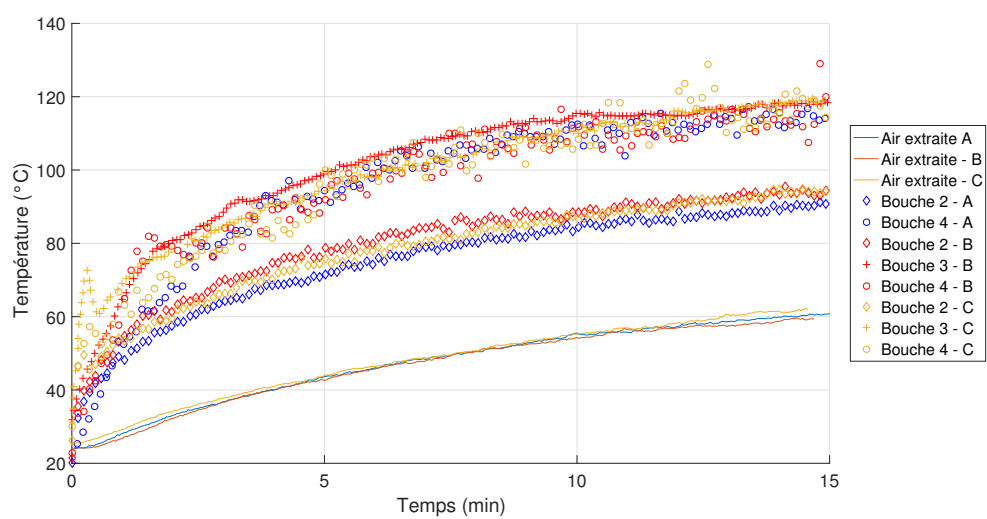


Figure B.2 – Évolution de la température de l'air au cours des essais d'imprégnation.

ANNEXE C

Nombres adimensionnels

Table C.1 – Nombres adimensionnels

Groupe	Définition	Interprétation
Nombre de Biot (B_i)	$\frac{hL}{k_s}$	Rapport entre la résistance thermique de conduction et la résistance thermique de convection
Nombre de Grashof (Gr)	$\frac{g\beta(T_s - T_\infty)L^3}{\nu^2}$	Rapport entre la flottabilité et les forces visqueuses
Nombre de Nusselt (Nu_L)	$\frac{hL}{k_f}$	Rapport entre les échanges convectifs et conductifs
Nombre de Prandtl (Pr)	$\frac{c_p^*\mu}{k} = \frac{\nu}{\alpha}$	Rapport entre l'épaisseur de la couche limite et l'épaisseur de la couche limite thermique
Nombre de Reynolds (Re_L)	$\frac{VL}{\nu}$	Rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses
Nombre de Richardson (Ri)	$\frac{Gr}{Re_L^2}$	Rapport entre la convection naturelle et forcée

Table des figures

1	Différents montages pour une imprégnation par voie aqueuse. (a) Inspiré de [46], (b) Inspiré de [70] et (c) Vodermayr [87]	4
2	Schéma de principe de la ligne de l'IRT Saint Exupéry.	6
3	Vision schématique de l'évolution de la largeur du pré-imprégné au cours du procédé [87]	7
4	Etapes de séchage et de transfert de masse dans un milieu poreux capillaire. Inspiré de [70]	7
1.1	Vue globale du four IR de la ligne d'imprégnation (IRT-SE) en position ouverte	14
1.2	Coupe transversale d'un module chauffant du four IR	15
1.3	Organisation du pilotage des lampes halogènes au sein du four IR (partie inférieure ou supérieure)	17
1.4	Emplacement des thermocouples au sein des plaques instrumentées. Plaque d'ABS-N (a) Schématique et (b) Avant consolidation. Plaque de PEI (c) Schématique et (d) Avant consolidation	19
1.5	Réponse des thermocouples de la plaque instrumentée d'ABS-N lors d'un cycle thermique comportant des paliers isothermes réalisé en étuve. 20	
1.6	Réponse des thermocouples de la plaque instrumentée de PEI lors d'un cycle thermique en étuve.	21
1.7	Comparaison de la température relevée par les thermocouples de la plaque après 1000s de chauffage, (a) en position de chauffage normale et (b) tournée de 180° autour de l'axe y (Figure 1.4c)	22
1.8	Configuration 1 : Emplacement des plaques dans le four IR sur le deuxième module chauffant de la partie A du four IR. (a)&(b) Plaque d'ABS-N, (c)&(d) Plaque de PEI	23
1.9	Configuration 2 : Emplacement de la plaque d'ABS-N au dessus de la vanne d'extraction séparant les deux modules de la partie A du four IR 24	
1.10	Isocontours de température après 47s de chauffage à 20% de puissance utilisant différentes zones de chauffage.	26

1.11	Isocontours de température après 31s de chauffage à 20% de puissance utilisant plusieurs zones de chauffage simultanément.	27
1.12	Isocontours de température après 27s de chauffage avec la zone 1 pour différentes puissances de lampe	28
1.13	Évolution de la température maximale à demi-épaisseur de la plaque au cours du chauffage avec la zone 1 à différentes puissances de chauffage	29
1.14	Évolution de la température maximale atteinte par la plaque de PEI au cours du chauffage à 40% avec la zone 1 pour différentes valeurs du taux d'extraction	30
2.1	Spectre électromagnétique	35
2.2	Différents types de réflexion	36
2.3	Émittance de Planck en fonction de la longueur d'onde et de la température	37
2.4	Facteur de forme entre deux surfaces [8]	39
2.5	Comparaison entre la méthode de la sphère unité et l'hémicube. [8] .	40
2.6	Représentation schématique en coupe transverse d'une lampe halogène tubulaire (a) Claire et (b) à réflecteur intégré	42
2.7	Lampe claire (haut) et lampe à réflecteur de l'étude. (a) Vue d'ensemble et (b) Vue rapprochée mettant en avant le filament de tungstène et le réflecteur	43
2.8	Flux à 50cm du centre d'une lampe claire et d'une lampe à réflecteur intégré en fonction de l'angle [30]	43
2.9	Emissivité spectrale du tungstène pour différentes températures [63].	45
2.10	Emissivité intégrée du tungstène en fonction de la température [61] .	45
2.11	Propriétés spectrales du quartz [61]	46
2.12	Diamètre équivalent d'un filament spiralé [61]	47
2.13	Transferts thermiques au sein d'une lampe halogène [61]	47
2.14	Comparaison de différentes méthodes pour le calcul de température du filament de tungstène [61]	49
2.15	Schématisation de l'efficacité angulaire des réflecteurs [61]	50
2.16	Coefficient d'efficacité directionnelle du réflecteur diffus [61]	50
2.17	Configuration géométrique pour le calcul de l'éclairement d'une lampe tubulaire sur une plaque [57]	51
3.1	Filament spiralé en tungstène des lampes de l'étude avec son diamètre d_W et son pas d'hélice e_W	56

3.2	Modélisation par zones d'une lampe à réflecteur intégré. $N = 6$, $\theta = 30^\circ$	57
3.3	Montage expérimental utilisé pour caractériser les propriétés d'émission d'une lampe halogène tubulaire	59
3.4	Schématisation des différentes configurations de chauffage et champs de température expérimentaux correspondants obtenus pour une puissance de 100% (400V) après 39s. (a-b) Lampe claire, (c-d) Lampe à réflecteur intégré, position est, (e-f) Lampe à réflecteur intégré, position nord	61
3.5	(a) Représentation géométrique de l'expérience de chauffage, (b) Représentation du cylindre équivalent montrant le découpage de la surface de l'émetteur en $N = 6$ zones	62
3.6	Emissivité du tungstène en fonction de la température [61]	63
3.7	Maillage éléments finis (a) Plaque , (b) Cylindre équivalent	64
3.8	Comparaison entre les données expérimentales de température en un pixel (Lampe claire , 100% de puissance), et la température calculée après optimisation du coefficient d'échange convectif h	66
3.9	Coefficient d'échange h sur la plaque d'ABS-N après un chauffage jusqu'à 74°C avec une lampe claire à 100% de puissance	67
3.10	Détermination de la dépendance spatiale du coefficient de convection. Lampe claire [40 – 100]% de puissance. (a) Approximation polynômiale du coefficient d'échange indépendamment pour chaque essai, (b) Approximation du coefficient d'échange par un polynôme moyen, (c) Différence entre le coefficient d'échange expérimental et l'approximation polynomiale moyenne en fonction de la hauteur	69
3.11	Relation entre la température maximale T_{max} atteinte par la plaque lors du chauffage et le coefficient d'échange convectif maximal h_{max} mesuré au cours du refroidissement	70
3.12	Démarche d'identification par caractérisation inverse des paramètres du modèle de lampe claire ou de lampe à réflecteur intégré.	73
3.13	Températures mesurées expérimentalement lors de l'essai 1 à 100% de puissance (400V), (a) Champ thermique sur la face arrière de la plaque après 55s de chauffage (b) Température en fonction du temps au point T_{max} , (c) Coupe perpendiculaire : Profil de température vertical en fonction de la hauteur, (d) Coupe parallèle : Profil de température horizontal en fonction de la largeur ($t = 55\text{s}$)	75
3.14	Chauffage lampe claire Essai 1 à 100% de puissance (400V), comparaison entre données numériques et expérimentales (a) Coupe perpendiculaire, (b) Coupe parallèle	76
3.15	Température du filament de tungstène en fonction de la tension d'alimentation	77

3.16	Configurations expérimentales utilisées avec la lampes à réflecteur intégré : (a) Position Nord et (b) Position Est	78
3.17	Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré en position Est et à 100% de puissance (400V) (Essai 1). (a) Champ thermique sur la face arrière de la plaque après 39s de chauffage montrant les coupes perpendiculaire et parallèle à la lampe passant par le point de température maximale. (b) Température en fonction du temps au point T_{max} , (c) Profil de température vertical en fonction de la hauteur c , (d) Profil de température horizontal en fonction de la largeur ($t = 39s$)	80
3.18	Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré en position Nord et à 100% de puissance (400V) (Essai 1). (a) Champ thermique sur la face arrière de la plaque après 50s de chauffage montrant les coupes perpendiculaire et parallèle à la lampe passant par le point de température maximale. (b) Température en fonction du temps au point T_{max} , (c) Profil de température vertical en fonction de la hauteur, (d) Profil de température horizontal en fonction de la largeur ($t = 50s$)	81
3.19	Évolution de l'écart modèle/mesure sur le profil perpendiculaire en fonction du nombre de zones N du modèle lampe à réflecteur intégré.	84
3.20	Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré à 100% de puissance. Comparaison entre données numériques et expérimentales. Est (a) Profil de température vertical, (b) Profil de température horizontal. Nord (c) Profil de température vertical, (d) Profil de température horizontal	85
3.21	Écart entre la température numérique et expérimentale par calcul direct avec le modèle de lampe à réflecteur	86
3.22	Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré à 50% de puissance. Comparaison entre données numériques et expérimentales. Est (a) Profil de température vertical, (b) Profil de température horizontal. Nord (c) Profil de température vertical, (d) Profil de température horizontal	87
3.23	Chauffage de la plaque avec la lampe à réflecteur intégré à 20% de puissance. Comparaison entre données numériques et expérimentales. Est (a) Coupe perpendiculaire, (b) Coupe parallèle. Nord (c) Coupe perpendiculaire, (d) Coupe parallèle	88
4.1	Spectromètre IRTF : Configurations de mesures (a) Mesure de transmission normale-normale, (b) Mesure de la réflexion normale-hémisphérique	93
4.2	Réflectance spectrale des réflecteurs céramiques du four IR de la ligne d'imprégnation en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident	95
4.3	Emissivité et réflectivité totale des réflecteurs céramiques en fonction de la température des lampes IR	95

4.4	Propriétés optiques de la plaque instrumentée PEI (a) Transmission normale spectrale, (b) Réflectivité hémisphérique spectrale	97
4.5	Emissivité totale ε de la plaque instrumentée de PEI en fonction de la température T de la source	98
4.6	(a)Facteur de transmission T_λ et (b) Facteur de réflexion R_λ , de la plaque protectrice de verre	99
4.7	Propriétés optiques de la plaque protectrice de verre (a) Transmission normale spectrale, (b) Réflectivité hémisphérique spectrale (c) Absorption spectrale	101
4.8	Emissivité totale ε de la plaque de verre en fonction de la température de la source	102
4.9	Montage expérimental utilisé pour caractériser la plaque de verre protectrice	103
4.10	Erreur relative entre la température mesurée sur la surface arrière de la plaque d'ABS-N pour des chauffages avec et sans la plaque de verre protectrice	105
4.11	Évolution de la température en fonction de la hauteur [m] sur la face arrière de la plaque (profil perpendiculaire), pour différentes puissances de lampe, avec et sans la plaque de verre protectrice	106
4.12	Transmission intégrée τ de la plaque protectrice de verre	107
4.13	Comparaison entre résultats expérimentaux et numériques (avec et sans modélisation de la plaque protectrice de verre), sur le profil central perpendiculaire aux lampes	108
4.14	Température dans la plaque instrumentée, après 37s de chauffage avec la zone 1 à 40% de puissance, en fonction du taux d'extraction (%)	110
4.15	Représentation géométrique : (a) d'un module chauffant du four IR de la ligne d'imprégnation, (b) de la moitié inférieure du module et de la plaque instrumentée.	111
4.16	Représentation géométrique : (a) Lampes du module chauffant. Les lampes de la zone 1 de chauffage sont représentées en bleu. (b) Plaque instrumentée	112
4.17	Réflecteurs céramiques de la moitié inférieure d'un module chauffant. Conditions aux limites : (a) Surfaces diffuses, (b) Température	113
4.18	Maillage éléments finis : (a) Plaque, (b) Réflecteur céramique (partie basse)	114
4.19	Localisation des thermocouples dans la plaque instrumentée de PEI	115
4.20	Comparaison du champ de température expérimental (gauche) et numérique (droite). Chauffage de 27s avec la zone 1 à différentes puissances.	117

4.21	Chauffage d'une plaque instrumentée de PEI avec la première zone à différentes puissances. Comparaison entre données expérimentales et numériques. Profils parallèles (gauche) et perpendiculaire (droite) aux lampes IR	118
4.22	Comparaison du champ de température expérimental (gauche) et numérique (droite) obtenu après 47s de chauffage pour différents zones de lampes à 20% de puissance.	119
4.23	Comparaison du champ de température expérimentale (gauche) et numérique (droite). Chauffage de 47s avec différents zones à 20% de puissance.	120
4.24	Chauffage d'une plaque instrumentée de PEI avec différentes zones à 20% de puissance. Comparaison entre données expérimentales et numériques. Profils perpendiculaires aux lampes IR	122
4.25	Résultats expérimentaux et numériques d'un chauffage de 31s, avec les zones 1 et 3 simultanément, pour (a-d) 20% et (e-h) 40% de puissance	124
4.26	Résultats expérimentaux et numériques d'un chauffage de 31s, avec les zones 2 et 3 simultanément, pour 30% de puissance	125
4.27	Résultats expérimentaux et numériques d'un chauffage de 31s, avec les zones 1, 2 et 3 simultanément, pour 20% de puissance	126
5.1	Temps de chauffage en fonction de la gamme de température pour différentes puissances d'extraction de l'air	136
5.2	Exemple de dispositif de prélèvement utilisé dans le four IR de la ligne d'imprégnation. (a) Un dispositif et son échantillon prélevé, vue de dessus, (b) Placement du dispositif dans le four IR	138
5.3	Localisations des prélèvements dans le four IR.	138
5.4	Vue de-dessus de deux prélèvements P3 de pré-imprégné à la sortie du four et localisation de la zone de transition sec-fondu	139
5.5	Prélèvements des échantillons pour mesurer l'évolution du taux d'humidité. (a) Préparation des échantillons, (b) Exemple d'échantillons obtenus	139
5.6	Échantillons pour la caractérisation des propriétés optiques	140
5.7	Observations tomographiques. (a) Échantillon de pré-imprégné (b) Montage expérimental	141
5.8	Pré-imprégné sec. La poudre PEKK n'a pas encore atteint sa température de fusion. (a) Épaisseur du pré-imprégné (b) Zoom à cœur	142
5.9	Pré-imprégné fondu. Le PEKK a atteint sa température de fusion, la coalescence des particules et la formation de ponts sont en cours. (a) Épaisseur, (b) Zoom à cœur	143

5.10	Évolution de la largeur (a) et de l'épaisseur (b) du pré-imprégné. . . .	144
5.11	Évolution de la masse des échantillons humides au cours du temps. Mesure réalisée à l'aide d'un dessiccateur.	147
5.12	Évolution du taux d'humidité au cours du séchage	148
5.13	Surface d'un échantillon de pré-imprégné à l'état fondu. Résolution = 2.86nm	150
5.14	Représentation 3D de l'échantillon à partir de mesures par tomographie à rayons X (a) et coupe prise au centre d'un échantillon sec (b) . . .	151
5.15	Pré-imprégné à l'état fondu prélevé dans le four à la fin de l'essai A .	151
5.16	Illustration du procédé de traitement d'image utilisé pour déterminer le taux de porosités à l'état sec ou fondu. (a) Sous région de l'échantillon fondu provenant de l'essai A, (b) Binarisation et post-traitement de la sous région, (c) Image inversée et rognée pour inclure uniquement le pré-imprégné, utilisé pour calculer le taux de porosités.	152
5.17	Exemple de l'évolution du taux de porosités en fonction de l'épaisseur de l'échantillon	153
5.18	Synthèse de l'évaluation du taux de porosités à (a) l'état sec et (b) fondu	154
5.19	Synthèse : (a) Fractions massiques et (b) Fractions volumiques	156
6.1	Principe du procédé de dépose de bandes composites avec source laser [54]	158
6.2	Spectre de réflectance normale-normale (noir) et de réflectance normale- hémisphérique (rouge) d'un pré-imprégné CF/PEEK[29]	160
6.3	Clichés MEB d'une bande de pré-imprégné CF-PEEK, grossissement x40 (à gauche) et x220 (à droite) [29]	160
6.4	Profil de diffusion qualitative en fonction de l'orientation [83]; (a) Montage expérimental, (b) Résultats	161
6.5	Réflectance d'un pré-imprégné AS4/PEEK en fonction de l'angle d'incidence pour différentes longueurs d'ondes [83]	161
6.6	Réflectance normale-normale (expérimental) et normale-hémisphérique (extrapolation) d'un pré-imprégné AS4/PEEK pour $\lambda = 980\text{nm}$ en fonction de la température [55]	162
6.7	Coefficient de réflexion spectrale ρ_λ en fonction de la longueur d'onde λ	165
6.8	Emmissivité totale en fonction de la température de la source. (a) État sec, (b) État intermédiaire, (c) État fondu et (d) Comparaison des 3 états	166
6.9	Masse volumique équivalente du pré-imprégné aux différents stades du chauffage	167

6.10	Capacité thermique équivalente du composite en fonction de la température.	169
6.11	Représentation d'un composite unidirectionnel consolidé pour la détermination de la conductivité thermique.	171
6.12	Conductivité équivalente de la matrice aux différents stades du chauffage	173
6.13	Conductivité thermique équivalente du pré-imprégné au cours du chauffage : (a) Longitudinale et (b) Transverse	174
7.1	Vision globale de la géométrie de la modélisation du four IR	180
7.2	Vision de la partie basse du four IR et le pré-imprégné.	180
7.3	Éclairement [W m^{-2}] de la surface supérieure du pré-imprégné : Essai C, 15 min	181
7.4	Éclairement 1D des surfaces inférieure et supérieure du pré-imprégné en fonction de la position dans le four IR	181
7.5	Évolution des fonctions de transition de phase autour de la température d'évaporation de l'eau	184
7.6	Évolution de la température en fonction de la position dans le four . .	188
7.7	Influence du coefficient d'échange h_{ech} sur la température du pré-imprégné	189
7.8	Influence de la température de l'air du four T_{air} sur la température du pré-imprégné	190
7.9	Coefficient d'échange variable en fonction de la position dans le four .	191
7.10	Influence d'un coefficient d'échange variable sur la température du pré-imprégné	191
A.1	Placement des pyromètres sur la ligne d'imprégnation	199
A.2	Placement des thermocouples sur la ligne d'imprégnation	199
A.3	Zone 1, Puissance 20%	200
A.4	Zone 1, Puissance 30%	200
A.5	Zone 1, Puissance 40%	201
A.6	Zone 1, Puissance 50%	201
A.7	Zone 2, Puissance 20%	202
A.8	Zone 3, Puissance 20%	202
A.9	Zone 4, Puissance 20%	203
A.10	Zone 5, Puissance 20%	203
A.11	Zones 1 et 3, Puissance 20%	204

A.12 Zones 1, 2 et 3, Puissance 50%	204
B.1 Evolution de la température et des puissances au cours des essais d'imprégnation	206
B.2 Évolution de la température de l'air au cours des essais d'imprégnation.	207

Liste des tableaux

1.1	Propriétés physiques de l'ABS-N et du PEI	18
1.2	Paramètres variables lors des essais de chauffage dans le four IR de la ligne d'imprégnation	24
2.1	Caractéristiques techniques de la lampe claire et de la lampe à réflecteur intégré [30]	42
3.1	Caractéristiques techniques de la lampe claire et de la lampe à réflecteur intégré [30]	55
3.2	Caractéristiques du filament spiralé des lampes de l'étude	56
3.3	Dimensions de la plaque d'ABS-N utilisée sur le banc d'identification inverse	59
3.4	Propriétés physiques [4, 27] de la plaque d'ABS-N utilisée sur le banc d'identification inverse	59
3.5	Conditions d'essais	60
3.6	Hauteur limite dans la détermination de la fonction $h(z)$	68
3.7	Coefficients de la fonction $h(z)$	68
3.8	Coefficients de la fonction $h(z)$ (Équation 3.13)	71
3.9	Configurations d'essais avec la lampe claire utilisées pour la détermination de la température du filament en fonction de la tension d'alimentation	74
3.10	Configurations d'essai dans le cas de la lampe avec réflecteur, utilisées pour la détermination et la validation de la fonction de pondération	79
3.11	Écart modèle/mesure calculé pour chaque position, en fonction de la position utilisée lors de l'optimisation pour déterminer les coefficients de pondération	82
3.12	Écart modèle/mesure calculé pour chaque position, en fonction du rayon du cylindre équivalent	83
3.13	Coefficients de la fonction de pondération du modèle de la lampe à réflecteur intégré pour $N=6$	85

4.1	Dimensions de la plaque de verre et positionnement des éléments . .	104
4.2	Propriétés matériaux utilisées pour la modélisation du module chauffant IR	112
4.3	Propriétés du maillage du module chauffant	114
4.4	Configurations expérimentales : Plaque instrumentée PEI	114
4.5	Écart de température entre données expérimentales et numériques pour un chauffage avec la zone 1 après 27s	116
4.6	Écart de température entre données expérimentales et numériques pour un chauffage avec différentes zones à 20% de puissance après 47s	121
4.7	Écart de température entre données expérimentale et numérique pour un chauffage avec plusieurs zones après 31s	123
5.1	Caractéristiques cibles du pré-imprégné carbone/PEKK réalisé dans le cadre de cette étude	133
5.2	Influence de l'extraction de l'air : configurations et durée des essais .	135
5.3	Masse volumique des différentes phases du pré-imprégné , et la masse linéique des fibres de carbone	141
5.4	Fractions massiques de carbone et de PEKK dans le pré-imprégné aux états sec et fondu	147
5.5	Fractions massiques du pré-imprégné à l'état humide	147
5.6	Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état humide	148
5.7	Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état sec. Valeurs calculées à partir d'un volume de contrôle de longueur $l = 15\text{cm}$	149
5.8	Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état fondu. Valeurs calculées à partir d'un volume de contrôle de longueur $l = 15\text{cm}$	149
5.9	Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état sec, calculées par analyse d'image	153
5.10	Fractions volumiques du pré-imprégné à l'état fondu, calculées par analyse d'image	153
6.1	Emissivité de pré-imprégnés carbone/PEEK [54]	163
6.2	Écart-type moyen en fonction de l'état du pré-imprégné	165
6.3		167
6.4	Capacité thermique des différents matériaux dans la littérature	168
6.5	Interpolation linéaire de la capacité thermique de la matrice PEKK .	168
6.6	Capacité thermique équivalente du composite $C_{p,pp}^i$ ($\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$) à l'état humide et fondu	169

6.7	Conductivité thermique des différents composants des pré-imprégnés au cours du chauffage	173
7.1	Énergie ou puissance nécessaire pour augmenter la température de 1cm de pré-imprégné de 22°C à 400°C	179
7.2	Énergie et puissance fournies au pré-imprégné par les lampes IR au cours des essais B et C	182
7.3	Énergie et puissance perdue au cours des essais B et C	183
7.4	Paramètres de changement d'état	185
7.5	Données de température après 15min de chauffage , Essai C.	187
C.1	Nombres adimensionnels	209

Liste des symboles

Alphanumériques	225
Lettres grecques	225

Alphanumériques

B_i	-	Nombre de Biot	209
C_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	Capacité thermique à pression constant	18, 58, 112
Gr	-	Nombre de Grashof	109, 209
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Conductivité thermique	18, 58, 112
Nu_L	-	Nombre de Nusselt	209
Pr	-	Nombre de Prandtl	209
Re_L	-	Nombre de Reynolds	109, 209
Ri	-	Nombre de Richardson	109, 209
T_g	K	Température de transition vitreuse	18

Lettres grecques

ε	-	Emissivité hémisphérique totale	58, 112
ρ	kg m^{-3}	Masse volumique	18, 58, 112
τ_λ	-	Transmission normale spectrale	96

Liste des fonctions *Matlab*

fmincon

<https://fr.mathworks.com/help/optim/ug/fmincon.html>.

griddatta

<https://fr.mathworks.com/help/matlab/ref/griddata.html>.

Acronymes

ABS-N Acrylonitrile butadiène styrène	17–24, 29, 58, 62, 63, 66, 73, 74, 84, 89, 103, 104, 107–109, 116, 211, 213, 215, 221
METEOR coMpEtitive ThErmOplastic pRepreg	5, 6
PAEK Polyaryléthercétone	5
PEEK Polyétheréthercétone	5, 158–160, 168, 217
PEI Polyétherimide	17, 18, 20–25, 27, 29, 92, 96, 109, 112, 113, 115, 119, 121, 187, 192, 195, 200, 211, 212, 215, 216, 221
PEKK Polyéthercétonecétone	5–7, 132, 133, 137, 142, 144, 146, 147, 149, 178, 179, 216, 222

Bibliographie

- [1] Vivek Agarwal, S.I. Guçeri, R.L. Mccullough, and J.M. Schultz. “[Thermal Characterization of the Laser-Assisted Consolidation Process.](#)” In: *J. Thermoplast. Compos. Mater.* 5.2 (Apr. 1992), pp. 115–135 (cit. on p. 161).
- [2] Christophe Ageorges, Lin Ye, Yiu Wing Mai, and Meng Hou. “[Characteristics of resistance welding of lap shear coupons. Part I: Heat transfer.](#)” In: *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 29.8 (1998), pp. 899–909 (cit. on pp. 168, 173).
- [3] Christophe Ageorges, Lin Ye, Yiu-wing Mai, and Meng Hou. “Characteristics of resistance welding of lap shear coupons. Part II. Consolidation _Ageorges_1998.pdf.” In: 98 (2006), pp. 921–932 (cit. on p. 172).
- [4] Sylvia Andrieu. “Etude expérimentale et numérique du chauffage infrarouge de plaques thermoplastiques pour le thermoformage.” PhD thesis. Jan. 2005 (cit. on pp. 52, 59).
- [5] A. Aranda, M. Strojnik, G. Paez, and G. Moreno. “[Two-wavelength differential thermometry for microscopic extended source.](#)” In: *Infrared Phys. Technol.* 49.3 SPEC. ISS. (Jan. 2007), pp. 205–209 (cit. on p. 48).
- [6] Arkema. “Technical Data Sheet: Kepstan 7000 Series” (cit. on pp. 132, 167, 168).
- [7] André Chateau Akué Asséko, Benoît Cosson, Fabrice Schmidt, Yannick Le Maout, and Eric Lafranche. [Laser transmission welding of composites-Part A: Thermo-physical and optical characterization of materials.](#) Sept. 2015 (cit. on pp. 52, 93, 158).
- [8] Théo Baumard. “Modelling the influence of infrared preheating and temperature uniformity in forming of powder-impregnated thermoplastic composites.” PhD thesis. 2019 (cit. on pp. 39, 40, 48, 52, 84).
- [9] Maxime Bordival. “Modélisation et optimisation numérique de l’étape de chauffage infrarouge pour la fabrication de bouteilles en PET par injection-soufflage.” PhD thesis. Jan. 2009 (cit. on p. 52).
- [10] Nicolas Boyard. “[Heat Transfer in Polymer Composite Materials: Forming Processes.](#)” In: January (2016), p. 429 (cit. on p. 170).
- [11] Sinan Boztepe. “Understanding of infrared heating for thermoforming of semi-crystalline thermoplastics.” In: <http://www.theses.fr> (Dec. 2018) (cit. on p. 52).
- [12] E Brandes and G Brook. [Smithells Metals Reference Book.](#) Elsevier, 1992 (cit. on pp. 44, 48).

- [13] Daniel Cassidy, Asuquo B. Ebiana, Asad Salem, and Majid Rashidi. “[Numerical analysis of a radiant drying oven for web applications.](#)” In: *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 32.3-4 (Mar. 2007), pp. 238–256 (cit. on p. 1).
- [14] M Cédric CHAMPIN, Michel Bellet, Fabrice Schmidt, and Luc LE CHEVALIER Président du jury Martin RAYNAUD Rapporteur Erwan VERRON Rapporteur Yannick MAOULT Examineur M Cédric BOULAY Examineur Jean-François AGASSANT Membre invité. “[MODELISATION 3D DU CHAUFFAGE PAR.](#)” In: (2007) (cit. on p. 52).
- [15] Ozan Çelik, Daniël Peeters, Clemens Dransfeld, and Julie Teuwen. “[Intimate contact development during laser assisted fiber placement: Microstructure and effect of process parameters.](#)” In: *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 134 (July 2020), p. 105888 (cit. on p. 158).
- [16] I.Y Chang and B.S Hsiao. “36th International SAMPE symposium.” In: *Int. Conf. Compos. Mater. 12.* International Conference on Composite materials 12, 1991 (cit. on p. 179).
- [17] Saber Chelaghma. “Fonctionnalisation de composites C/PEKK pour application aérospatiale : caractérisation, modélisation et influence sur les propriétés du composite.” In: (2018), p. 249 (cit. on p. 179).
- [18] Frederic Neil Cogswell. [FIBRE REINFORCED COMPOSITIONS AND METHODS FOR PRODUCING SUCH COMPOSITIONS, Patent number 4599262.](#) Sept. 1985 (cit. on p. 2).
- [19] F Cohen. “THE HEHL-CUBE A RADIOSITY SOLUTION FOR COMPLEX EI4VIROI~II4EI~ITS.” In: 19.3 (1985), pp. 22–26 (cit. on p. 41).
- [20] Thomas F. Coleman and Yuying Li. “[On the convergence of interior-reflective Newton methods for nonlinear minimization subject to bounds.](#)” In: *Math. Program.* 67.1-3 (Oct. 1994), pp. 189–224 (cit. on p. 66).
- [21] Thomas F. Coleman and Yuying Li. “[An interior trust region approach for nonlinear minimization subject to bounds.](#)” In: *SIAM J. Optim.* 6.2 (July 1996), pp. 418–445 (cit. on p. 66).
- [22] *COMSOL Multiphysics: Reference manual, 5.2a* (cit. on pp. 112, 184).
- [23] M. Connor, S. Toll, and J.-a. E. Manson. [A Model for the Consolidation of Aligned Thermoplastic Powder Impregnated Composites.](#) 1995 (cit. on pp. 164, 168).
- [24] Marco Tom Connor. “[Consolidation mechanisms and interfacial phenomena in thermoplastic powder impregnated composites.](#)” In: (Jan. 1995) (cit. on p. 6).
- [25] Benoit Cosson, Fabrice Schmidt, Yannick Le Maoult, and Maxime Bordival. “[Infrared heating stage simulation of semi-transparent media \(PET\) using ray tracing method.](#)” In: *Int. J. Mater. Form.* 4.1 (2011), pp. 1–10 (cit. on pp. 51, 52).
- [26] Mike Coulson, Eric Dantras, Philippe Olivier, Nathalie Gleizes, and Colette Lacabanne. “[Thermal conductivity and diffusivity of carbon-reinforced polyetherketoneketone composites.](#)” In: *J. Appl. Polym. Sci.* 136.38 (Oct. 2019), p. 47975 (cit. on p. 173).

- [27] Myriam Dauphin. “Amélioration des simulations thermiques dans les systèmes d’éclairage automobiles.” PhD thesis. Ecole Nationale des Mines d’Albi-Carmaux conjointement avec l’INP Toulouse, 2014, p. 197 (cit. on pp. 18, 48, 52, 59).
- [28] Myriam Dauphin, Stéphane Albin, Fabrice Schmidt, and Mouna El Hafi. “Modélisation des échanges radiatifs dans un système d ’ éclairage automobile par la méthode de Monte-.” In: figure 2 (2013) (cit. on p. 52).
- [29] Julie Dausseins, Steven Le Corre, Benoit Rousseau, Julie Dausseins, Steven Le Corre, and Benoit Rousseau. “Modélisation des propriétés thermo-radiatives de composites fibres de carbone / matrice PEEK jusqu ’ à $T = 700$ K dans le cadre du procédé de dépose de bande automatisé To cite this version : HAL Id : hal-01621607.” In: *Journées Natl. sur les Compos.* Champs sur Marne, 2017 (cit. on pp. 52, 159, 160, 162).
- [30] “Document de référence fournit par Dr. Fischer” (cit. on pp. 42, 43, 55).
- [31] Leonid Dombrovsky, Jaona Randrianalisoa, and Dominique Baillis. “[Modified two-flux approximation for identification of radiative properties of absorbing and scattering media from directional-hemispherical measurements.](#)” In: *J. Opt. Soc. Am. A* 23.1 (Jan. 2006), p. 91 (cit. on p. 162).
- [32] Abdelmagid El Bakali, Olivier de Almeida, Jérôme Bikard, Maxime Villière, Fabrice Schmidt, Yannick Le Maoult, and Myriam Dauphin. “[Simulation of IR Heating for Composite Stamping.](#)” In: *Key Eng. Mater.* 554-557 (2013), pp. 1523–1529 (cit. on p. 52).
- [33] A F Emery, O Johansson, M Lobo, and A Abrous. “A Comparative Study of Methods for Computing the Diffuse Radiation Viewfactors for Complex Structures.” In: *J. Heat Transf. – Trans. ASME* 113.May 1991 (1991), pp. 413–422 (cit. on p. 52).
- [34] Modest Michael F. [Radiative heat transfer](#). eng. 3rd edition. New York [etc.: Academic Press, 2013 (cit. on p. 40).
- [35] Desvignes François. [Rayonnements optiques : radiométrie, photométrie](#). fre. 2e édition. Enseignement de la physique. Paris: Masson, 1997 (cit. on p. 44).
- [36] William F. Gale and Terry C. Totemeier. [Smithells Metals Reference Book](#). Elsevier Ltd, 2003, pp. 1–2033 (cit. on p. 48).
- [37] Renaud Gantois. “Contribution à la modélisation de l’écoulement de résine dans les procédés de moulage des composites par voie liquide.” In: <http://www.theses.fr> (Jan. 2012) (cit. on p. 170).
- [38] R. Gilblas, T. Sentenac, D. Hernandez, and Y. Le Maoult. “Thermoreflectometry: a new system to determine the true temperature fields on surface with unknown emissivities.” In: *Thermosense Therm. Infrared Appl. XXXIII*. Ed. by Morteza Safai and Jeff R. Brown. Vol. 8013. SPIE, May 2011, p. 801305 (cit. on p. 48).
- [39] Remi Gilblas. “[Mesure de champs de températures vraies par thermo-réfectométrie proche infrarouge.](#)” In: <http://www.theses.fr> (Oct. 2012) (cit. on p. 48).

- [40] W Grouve. “Weld Strength of Laser-Assisted Tape-Placed Thermoplastic Composites.” PhD thesis. 2013, pp. 1689–1699. arXiv: [arXiv:1011.1669v3](#) (cit. on p. 160).
- [41] S.M. Grove. “[Thermal modelling of tape laying with continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic.](#)” In: *Composites* 19.5 (Sept. 1988), pp. 367–375 (cit. on pp. 159, 160).
- [42] Manoj Kumar Gupta, Kuldip J Bumtariya, HA. Shukla, Pranav Patel, and Ziauddin Khan. “[Methods for Evaluation of Radiation View Factor: A Review.](#)” In: *Mater. Today Proc.* 4.2 (Jan. 2017), pp. 1236–1243 (cit. on p. 52).
- [43] Jürgen Hartmann. [High-temperature measurement techniques for the application in photometry, radiometry and thermometry.](#) Jan. 2009 (cit. on p. 48).
- [44] Zvi Hashin. “Theory of fiber reinforced materials.” In: (1974) (cit. on p. 172).
- [45] Hexcel. “Product Data Sheet: HexTow AS7” (cit. on pp. 132, 167).
- [46] K K C Ho, S-R Shamsuddin, S Riaz, S Lamorinere, M Q Tran, A Javaid, and A Bismarck. “[Wet impregnation as route to unidirectional carbon fibre reinforced thermoplastic composites manufacturing.](#)” In: *Plast. Rubber Compos.* 40.2 (2011), pp. 100–107 (cit. on pp. 1, 3–5).
- [47] J. R. Howell. “[The Monte Carlo Method in Radiative Heat Transfer.](#)” In: *J. Heat Transfer* 120.3 (Aug. 1998), p. 547 (cit. on p. 52).
- [48] John R. Howell. [Thermal Radiation](#) (cit. on p. 40).
- [49] John R. Howell and M. Pinar Mengüç. “[Radiative transfer configuration factor catalog: A listing of relations for common geometries.](#)” In: *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.* 112.5 (Mar. 2011), pp. 910–912 (cit. on p. 40).
- [50] John R. Howell, Robert Siegel, and M. Pinar. Mengüç. [Thermal radiation heat transfer](#), p. 957 (cit. on pp. 44, 93).
- [51] Shridhar R. Iyer and Lawrence T. Drzal. “[Manufacture of Powder-Impregnated Thermoplastic Composites.](#)” In: *J. Thermoplast. Compos. Mater.* 3.4 (Oct. 1990), pp. 325–355 (cit. on pp. 1, 3).
- [52] Charles de Izarra and Jean-Michel Gitton. “[Calibration and temperature profile of a tungsten filament lamp.](#)” In: *Eur. J. Phys.* 31.4 (July 2010), pp. 933–942 (cit. on p. 48).
- [53] Hubert Jopek and Tomasz Strek. “[Optimization of the Effective Thermal Conductivity of a Composite.](#)” In: *Convect. Conduct. Heat Transf.* InTech, Oct. 2011 (cit. on p. 171).
- [54] Violaine Le Louët. “Etude du comportement thermique de bandes composites pré-imprégnées au cours du procédé de fabrication AFP avec chauffage laser.” PhD thesis (cit. on pp. 1, 52, 158, 161–163).
- [55] Violaine Le Louët, Benoît Rousseau, Steven Le Corre, Nicolas Boyard, Xavier Tardif, Jérôme Delmas, and Didier Delaunay. “[Directional spectral reflectivity measurements of a carbon fibre reinforced composite up to 450 C.](#)” In: *Int. J. Heat Mass Transf.* 112 (2017), pp. 882–890 (cit. on pp. 161, 162).

- [56] Violaine Le, Lo Et, Benoit Rousseau, Nicolas Boyard, Steven Le Corre, Didier Delaunay, and Xavier Tardif. “Mesures des propriétés radiatives en transmission et réflexion d’ un composite carbone / PEEK - Influence de la température.” In: 2016 (cit. on p. 159).
- [57] H Leuenberger and R.A Person. “Compilation of radiation shape factors for cylindrical assemblies.” In: *ASME* (1956) (cit. on pp. 50, 51).
- [58] Jennifer Mackie. *LIV-M-041-L3.5-493-V0-rapport Jennifer Mackie*. Tech. rep. 2018 (cit. on p. 51).
- [59] Simone Mattei. “Rayonnement thermique des matériaux opaques.” In: *Tech. l’ingénieur* (2005), pp. 1–24 (cit. on p. 36).
- [60] James Clerk (1831-1879). Auteur du texte Maxwell. “A treatise on electricity and magnetism. Vol. 1 / by James Clerk Maxwell,...” In: (1873) (cit. on p. 172).
- [61] Serge Monteix. “Modélisation du chauffage convecto-radiatif de préformes en PET pour la réalisation de corps creux.” In: (2001) (cit. on pp. 42, 44–50, 55, 63, 77, 112).
- [62] S. Nakouzi, F. Berthet, D. Delaunay, Y. Le Maout, Fabrice Schmidt, and Vincent Sobotka. “Optimization of the Incident IR Heat Flux upon a 3D Geometry Composite Part (Carbon/Epoxy).” In: *Key Eng. Mater.* 504-506. February 2016 (Feb. 2012), pp. 1085–1090 (cit. on p. 52).
- [63] Sawsane Nakouzi. “Modélisation du procédé de cuisson de composites infusés par chauffae infrarouge.” PhD thesis. 2012 (cit. on pp. 45, 48, 51, 52).
- [64] Maija Ojanen, Petri Kärhä, and Erkki Ikonen. “Spectral irradiance model for tungsten halogen lamps in 340-850nm wavelength range.” In: *Appl. Opt.* 49.5 (Feb. 2010), pp. 880–886 (cit. on p. 48).
- [65] Frank P Incropera, DeWitt, and Bergman. “Fundamentals of Heat and Mass Transfer 6th Edition.” In: 32.1 (2006), p. 997 (cit. on pp. 65, 113, 167, 168, 173, 179).
- [66] M Pettersson and Stig Stenström. “Absorption of infrared radiation and the radiation transfer mechanism in paper. Part II: Application to infrared dryers.” eng. In: *Journal of Pulp and Paper Science* 24.11 (1998), pp. 356–363 (cit. on p. 41).
- [67] Magnus Pettersson and Stig Stenström. “Modelling of an electric IR heater at transient and steady state conditions: Part I: model and validation.” In: *Int. J. Heat Mass Transf.* 43.7 (Apr. 2000), pp. 1209–1222 (cit. on p. 134).
- [68] Richard Phillips, Thierry Glauser, and Jan-Anders E. Månson. “Thermal stability of PEEK/carbon fiber in air and its influence on consolidation.” In: *Polym. Compos.* 18.4 (1997), pp. 500–508 (cit. on p. 1).
- [69] B. S. N. Prasad and Rita Mascarenhas. “A laboratory experiment on the application of Stefan’s law to tungsten filament electric lamps.” In: *Am. J. Phys.* 46.4 (Apr. 1978), pp. 420–423 (cit. on p. 48).

- [70] Karthik Ramani and Chris Hoyle. “Processing of Thermoplastic Composites Using a Powder Slurry Technique. I. Impregnation and Preheating.” In: *Mater. Manuf. Process.* 10.6 (1995), pp. 1169–1182 (cit. on pp. 3–5, 7, 172).
- [71] Karthik Ramani and Chris Hoyle. “Processing of Thermoplastic Composites Using a Powder Slurry Technique. II. Coating and Consolidation.” In: *Mater. Manuf. Process.* 10.6 (1995), pp. 1183–1200 (cit. on pp. 7, 8, 168).
- [72] S. J. Hoff and K. A. Janni. “Monte Carlo Technique for the Determination of Thermal Radiation Shape Factors.” In: *Trans. ASAE* 32.3 (May 1989), pp. 1023–1028 (cit. on pp. 41, 52).
- [73] Michael Schaub, Martin Kriegel, and Stefan Brandt. “Analytical prediction of heat transfer by unsteady natural convection at vertical flat plates in air.” In: *Int. J. Heat Mass Transf.* 144 (Dec. 2019) (cit. on p. 65).
- [74] Michael Schaub, Martin Kriegel, and Stefan Brandt. “Experimental investigation of heat transfer by unsteady natural convection at a vertical flat plate.” In: *Int. J. Heat Mass Transf.* 136 (2019), pp. 1186–1198 (cit. on p. 65).
- [75] Jeong Wook Seo and Woo Il Lee. “A Model of the Resin Impregnation in Thermoplastic Composites.” In: *J. Compos. Mater.* 25.9 (1991), pp. 1127–1142 (cit. on p. 1).
- [76] Robert Siegel and John R. Howell. *Thermal radiation heat transfer*. Taylor & Francis, 1968, p. 868 (cit. on p. 192).
- [77] Larry Singer. *Method of manufacturing composite board*. Apr. 2006 (cit. on p. 2).
- [78] E. M. Sparrow. “A New and Simpler Formulation for Radiative Angle Factors.” In: *Journal of Heat Transfer* 85.2 (May 1963), pp. 81–87. eprint: https://asmedigitalcollection.asme.org/heattransfer/article-pdf/85/2/81/5754802/81_1.pdf (cit. on p. 40).
- [79] B. J. Stagg and T. T. Charalampopoulos. “Refractive indices of pyrolytic graphite, amorphous carbon, and flame soot in the temperature range 25 to 600C.” In: *Combust. Flame* 94.4 (Sept. 1993), pp. 381–396 (cit. on p. 161).
- [80] *Standard handbook for electrical engineers*. und. 16th ed. New York: McGraw-Hill, 2013 (cit. on p. 48).
- [81] Claire Steggall-Murphy, Pavel Simacek, Suresh G. Advani, Shridhar Yargadda, and Shawn Walsh. “A model for thermoplastic melt impregnation of fiber bundles during consolidation of powder-impregnated continuous fiber composites.” In: *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* (2010) (cit. on pp. 1, 6).
- [82] C. M. Stokes-Griffin and P. Compston. “A combined optical-thermal model for near-infrared laser heating of thermoplastic composites in an automated tape placement process.” In: *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 75 (2015), pp. 104–115 (cit. on pp. 52, 159, 162).
- [83] C.M. Stokes-Griffin and P. Compston. “Optical characterisation and modelling for oblique near-infrared laser heating of carbon fibre reinforced thermoplastic composites.” In: *Opt. Lasers Eng.* 72 (Sept. 2015), pp. 1–11 (cit. on pp. 159–162).

- [84] Jean-Louis Tanguier. “Étude fondamentale et appliquée du réchauffage du cristal au plomb par rayonnement infra-rouge.” In: <http://www.theses.fr> (Jan. 1989) (cit. on p. 42).
- [85] A Texier, R M Davist, K R Lyon~, A Gungor~, J E Mcgrath~, H Marand, and J S Riffle~. “Fabrication of PEEK/carbon fibre composites by aqueous suspension prepregging.” In: (1992) (cit. on p. 5).
- [86] *Ultem TM Resin 1000 Europe technical data sheet* (cit. on pp. 18, 112).
- [87] A. M. Vodermyer, J. C. Kaerger, and G. Hinrichsen. “[Manufacture of high performance fibre-reinforced thermoplastics by aqueous powder impregnation.](#)” In: *Compos. Manuf.* (1993) (cit. on pp. 3–7).
- [88] P. Vueghs and P. Beckers. “Presentation of the hemisphere method.” In: *WIT Trans. Eng. Sci.* Vol. 53. WIT Press, June 2006, pp. 121–130 (cit. on p. 40).
- [89] M. D. Wakeman, T. A. Cain, C. D. Rudd, R. Brooks, and A. C. Long. “[Compression moulding of glass and polypropylene composites for optimised macro- and micro- mechanical properties - 1 commingled glass and polypropylene.](#)” In: *Compos. Sci. Technol.* 58.12 (Dec. 1998), pp. 1879–1898 (cit. on p. 3).
- [90] L. Ye and K. Friedrich. “[Processing of thermoplastic composites from powder/sheath-fibre bundles.](#)” In: *J. Mater. Process. Tech.* 48.1-4 (1995), pp. 317–324 (cit. on p. 3).

Résumé

Modélisation de la phase de fusion/imprégnation dans le procédé de fabrication de tape composite thermoplastique

Cette thèse a pour but de développer la modélisation et la simulation des opérations de chauffage dans le procédé de fabrication de pré-imprégnés en voie aqueuse. Dans la première partie du manuscrit, l'étude du four IR est menée. Une campagne expérimentale a été menée afin de comprendre le fonctionnement du four IR et l'influence des paramètres procédé sur son fonctionnement. Ensuite, la source de rayonnement du four : des lampes IR dotées d'un réflecteur céramique, a été étudiée et modélisée en utilisant une approche d'identification inverse. A l'aide de ces résultats une modélisation plus complète du four IR a pu être établie et les résultats numériques confrontés aux essais expérimentaux effectués dans le premier chapitre. Dans la seconde partie du manuscrit, l'étude du pré-imprégné au cours du chauffage a été menée. Une campagne expérimentale a permis d'obtenir des données expérimentales concernant les paramètres procédés de fabrication et la température du produit au cours du chauffage. La caractérisation des propriétés optiques des matériaux, le calcul de la vitesse de chauffage et l'observation de la microstructure ont été réalisés. Ensuite les propriétés thermo-physiques ont été modélisées à partir des observations expérimentales. Enfin, l'ensemble des informations obtenues ont permis d'établir un modèle préliminaire du chauffage du pré-imprégné.

MOTS-CLÉS : Transferts de chaleur, Transferts radiatifs, Modélisation, Thermoplastique, Composite

Abstract

Modeling of melting and impregnation phenomena in the thermoplastic composite tape manufacturing process

The aim of this thesis is to develop the modelling and simulation of heating operations in the manufacturing process of preregs using slurry impregnation. In the first part of the manuscript, the study of the IR oven is carried out. An experimental campaign was conducted in order to understand the operation of the IR oven and the influence of process parameters on its functioning. Then the ovens radiation source: IR lamps equipped with a ceramic reflector was studied and modelled using an inverse identification approach. Using these results, a more complete modelling of the IR oven could be established and the numerical results compared with the experimental tests carried out in the first chapter. In the second part of the manuscript, the study of the prepreg during heating was carried out. An experimental campaign was used to obtain experimental data concerning the manufacturing process parameters and the temperature of the product during heating. The characterization of the optical properties of the material, the calculation of the heating rate and the observation of the microstructure were carried out. Then the thermo-physical properties were modelled from the experimental observations. Finally, all of the information obtained made it possible to establish a preliminary model of the heating of the prepreg.

KEYWORDS: Heat transfer, Radiative heat transfer, Modeling, Thermoplastic, Composite