



HAL
open science

Conception d'un nouvel outil de caractérisation thermorhéologique des polymères

Qiao Lin

► **To cite this version:**

Qiao Lin. Conception d'un nouvel outil de caractérisation thermorhéologique des polymères. Autre. Nantes Université, 2022. Français. NNT : 2022NANU4046 . tel-04194168

HAL Id: tel-04194168

<https://theses.hal.science/tel-04194168>

Submitted on 2 Sep 2023

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.

THESE DE DOCTORAT DE

NANTES UNIVERSITE

ECOLE DOCTORALE N° 602

Sciences pour l'Ingénieur

Spécialité : « *Génie des Procédés et Bioprocédés* »

Par

Qiao LIN

Conception d'un nouvel outil de caractérisation thermorhéologique des polymères

Thèse présentée et soutenue à l'IUT de Nantes, le 14 décembre 2022

Unité de recherche : UMR CNRS 6144 GEPEA (Génie des Procédés–Environnement–Agro-alimentaire)

Rapporteurs avant soutenance :

Rudy VALETTE
Sandrine HOPPE

Professeur de l'Ecole des Mines, CEMEF, Mines Paris
Chargée de recherche HDR, LRGP, Université de Lorraine

Composition du Jury :

Président :

Benjamin REMY

Professeur des universités, LEMTA, Université de Lorraine

Examineurs :

Jean-Charles MAJESTÉ
Cathy CASTELAIN

Professeur des universités, IMP, Université Saint-Etienne
Directrice de recherche, LTeN, Nantes Université

Directrice de thèse :

Nadine ALLANIC

Professeure des universités, GEPEA, Nantes Université

Co-directeur :

Rémi DETERRE

Professeur émérite, GEPEA, Nantes Université

Co-encadrant :

Manuel GIRAULT

Chargé de recherche, Institut P', Université de Poitiers

Remerciements

Je remercie Nadine Allanic, Rémi Deterre, Pierre Mousseau et Manuel Girault qui ont accepté de diriger et d'encadrer ma thèse, malgré ma réponse « Non » à la question « Vous voyez ce que c'est la rhéologie ? » à notre première rencontre. Etant une personne un peu arrogante de manière cachée, je pense que ce sont mes qualités personnelles qui vous ont rassurés un peu pendant notre premier entretien. Etant une personne un peu arrogante sur mes capacités dialectiques depuis ma naissance, je trouve sincèrement que j'ai enfin compris comment vulgariser, analyser, discuter, justifier, débattre et rédiger autour d'un sujet scientifique pendant ces trois ans avec vous. Ce sont bien sûr des compétences de base pour les scientifiques. Cependant, ils font aussi partie du « développement continu » d'une carrière scientifique.

Je tiens à remercier Monsieur Rudy Valette et Madame Sandrine Hoppe d'avoir accepté de rapporter ma thèse. Merci également à tous les membres du jury, Madame Cathy Castelain, Monsieur Jean-Charles Majesté Labourdenne et Monsieur Benjamin Rémy, qui a présidé le jury.

Je remercie aussi les autres personnels de l'IUT : Julien Launay, Yves Béreaux et Gaël Colomines qui ont généreusement offert leurs aides pour mes « One Hundred Thousand Whys » ; Sophie Quillard, Alain Sarda et Yves Béreaux (encore une fois) pour m'avoir donné l'opportunité d'enseigner et de répondre aux « One Hundred Thousand Whys » des élèves ; Christine Bouthet et Cécile Buchoud qui sont en charge des démarches administratives et d'animer l'ambiance entre les personnels ; Loïc Leroy pour avoir résolu de nombreux problèmes informatiques, qui sont, à mon avis, des obstacles majeurs sur le chemin de la science si on compte le temps que chaque projet de recherche passe sur les problèmes informatiques.

En parlant de personnels de l'IUT, je dois mentionner les « murs porteurs » du laboratoire : Yannick Madec et Grégoire Beau sans qui le dispositif (celui qui fait partie du titre de cette thèse) ne serait pas fabriqué, instrumenté, réparé et re-réparé ; Christophe Plot pour son expertise en électronique ; Julien Grison, le « Doliprane » des machines/appareils qui tombent en panne ; Daniel Couedel pour son aide en programmation.

J'ai eu la chance d'avoir fait l'expérience de divers domaines liés au sujet de la thèse avant de commencer le doctorat. Je suis très reconnaissant à Gérard Mauvoisin, Xavier Hernot et Olivier Bartier qui m'ont initié au monde de la méthode inverse et de l'indentation instrumentée. Certaines méthodes de caractérisation proposées dans cette thèse sont

inséparables de vos influences. Je tiens aussi à remercier Sylvain Guégan, qui m'a formé en mécatronique après ma formation d'ingénieur en mécanique.

La scientifique qui m'a influencé le plus et continue de m'influencer, est ma maman, Professeur Su Ning à l'Université de Médecine Chinoise de Guangzhou. Les discussions en « table ronde » avec des baguettes ont favorisé l'esprit de recherche dès mon enfance. Malgré des malentendus de l'enfance, plus je grandis plus je comprends et admire mon père. Une des choses qui m'a motivé à avancer dans la thèse est de le rendre fier. Mon beau-père et ma belle-mère, précautionneux voire un peu timides dans nos relations, merci de m'avoir donné une enfance complète et d'avoir accompagné mes parents quand je suis à environ 10 000 km. Merci à Joséphine Meslier, ma compagne, qui m'a accompagné pour calculer la conductivité sur le sol de l'appartement, pour vérifier mon modèle de refroidissement sur le problème « riz collé au cuiseur » et pour manger au restaurant avec une discussion sur le destin du monde si chaque particule est modélisable. Elle m'a emmené à la mer pour rédiger cette thèse. Elle m'a apporté plein de joie dans ma vie.

En dernier mais pas des moindres, je remercie Pauline Plantard et Maxime Delamarre. Tapez « Delirium City » sur « Google » pour savoir plus.

Résumé

Dans le domaine de la plasturgie, la surveillance des grandeurs physiques sur une ligne de production est nécessaire pour assurer la qualité et la stabilité de production, optimiser des procédés et appliquer des méthodes de contrôle avancées, notamment face à l'augmentation des matériaux recyclés et biosourcés aux caractéristiques fluctuantes et mal connues. Laissant de côté ces matériaux non conventionnels, les viscosités de certains polymères commerciaux restent inconnues et leurs procédés de mise en forme sont paramétrés en fonction de leurs indices de fluidité donnés par les fournisseurs. Par ailleurs, la fiabilisation des prédictions basées sur des modèles physiques nécessite une bonne connaissance des propriétés thermo-rhéologiques des matériaux.

L'objectif de cette thèse consiste à concevoir un nouvel outil nécessaire à l'identification de la viscosité sur une ligne de production de polymère. La conception de l'outil inclut le développement du dispositif de mesure et des méthodologies associées. L'aspect novateur réside dans l'utilisation des mesures de températures tandis que les mesures de pressions sont déjà couramment utilisées dans les démarches classiques de mesure de viscosité. La base scientifique de l'utilisation des mesures de températures pour l'identification de la viscosité est la corrélation entre la dissipation visqueuse et la viscosité. L'échange thermique par convection s'avère également utile pour l'identification de la viscosité au cours de l'avancement de la thèse.

Afin de mesurer la variation de température au sein de l'écoulement, une géométrie annulaire, dont l'axe central peut être instrumenté, est proposée pour le dispositif de mesure (TRAC : « Thermo-Rhéologie Annular Cell »). D'une part, la géométrie annulaire permet de provoquer et de concentrer la dissipation visqueuse autour de l'axe central, et d'autre part, les mesures de températures à l'axe central sont immergées dans l'écoulement de polymère et donc plus sensibles à l'écoulement qu'à d'autres perturbations thermiques venant de l'extérieur de la TRAC. La présence d'un axe central permet également la protection des sondes pendant l'écoulement du polymère. Dans la démarche de la conception, des calculs analytiques et des simulations numériques sont effectués pour étudier les caractéristiques de la géométrie, déterminer les dimensions optimales, vérifier la résistance de la structure et fixer les emplacements des capteurs.

Ensuite, nous avons mené des études numériques pour analyser les phénomènes de dissipation visqueuse et de convection afin de trouver des stratégies d'identification de la viscosité à partir des mesures de températures.

Enfin, des expérimentations sont réalisées et montrent que la TRAC est capable de détecter de faibles variations de températures liées au changement de paramètres de production ou de l'état de matière. Grâce aux méthodes de caractérisation proposées dans la thèse, la viscosité peut être identifiée par la TRAC sur une ligne de production, sans utiliser aucune mesure de pression.

Table des matières

Liste des symboles	1
Introduction générale.....	5
Information générale de la thèse.....	5
Problématique.....	5
Objectifs.....	5
Démarche d'étude.....	6
Chapitre I. Etat de l'art	8
I.1 Rhéomètres sur une chaîne de production.....	9
I.1.1 Système de mesure de viscosité « sur-ligne »	9
I.1.2 Système de mesure de viscosité « en-ligne »	15
I.2 Quelques exemples de mesure d'autres quantités physiques « sur-ligne » ou « en-ligne »	18
I.3 Travaux de recherche en lien avec le laboratoire GEPEA sur la caractérisation « en-ligne » ou « sur-ligne »	22
I.4 Conclusion.....	25
Chapitre II. Analyses et adaptations des outils mathématiques.....	27
II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire	28
II.1.1 Formulation mathématique.....	31
II.1.2 Différentes approches pour l'estimation de λ	33
II.2 Equation de la chaleur	34
II.2.1 Résolution thermodynamique.....	34
II.2.2 Etudes sur le terme lié à la compressibilité	36
II.3 Méthode inverse	39
II.3.1 Algorithme du gradient conjugué.....	41
II.4 Conclusion.....	41
Chapitre III. Investigations, conception et instrumentation de la TRAC.....	43
III.1 Etude d'un écoulement annulaire non-isotherme	44
III.1.1 Choix de polymères pour l'étude	44
III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire	45
III.1.3 Robustesse des mesures à l'axe central.....	48
III.1.4 Simulations numériques en régime transitoire	51
III.2 Conception de la TRAC	57
III.2.1 Résistance mécanique.....	58
III.2.2 Simulation numérique 3D en tenant compte de la structure réelle.....	62

III.3	Instrumentation de la TRAC.....	69
III.4	Conclusion.....	73
Chapitre IV. Modèle direct et son exploitation pour la méthode inverse		74
IV.1	Modèle direct.....	75
IV.1.1	Conditions limites et initiales.....	75
IV.1.2	Méthode numérique et paramètres	76
IV.2	Analyse de corrélation entre les phénomènes thermo-rhéologiques et les paramètres de viscosité	77
IV.2.1	Dissipation visqueuse.....	78
IV.2.2	Convection thermique	85
IV.2.3	Pression	91
IV.3	Sensibilité des mesures thermiques par rapport à l'incertitude sur la température d'entrée de l'écoulement	92
IV.3.1	Dissipation visqueuse.....	92
IV.3.2	Convection thermique	94
IV.4	Analyse inverse.....	94
IV.4.1	Démonstration de la méthode inverse	96
IV.4.2	Analyse d'erreur de la méthode démontrée	99
IV.5	Conclusion.....	103
Chapitre V. Expérimentation et application de la méthode inverse		105
V.1	Matériel expérimental.....	106
V.2	Qualification des incertitudes des capteurs	108
V.2.1	Thermocouple.....	108
V.2.2	Capteur de pression	111
V.3	Résultat expérimental type obtenu sur presse à injecter.....	113
V.4	Application - monitoring	115
V.5	Application – identification de la viscosité via la dissipation visqueuse	118
V.5.1	Adaptation de la méthode de la dissipation visqueuse	118
V.5.2	Identification et sensibilité du paramètre K (étapes 1, 2 & 3 de la démarche).....	122
V.5.3	Résultat de l'identification de la viscosité (étape 4 de la démarche).....	124
V.5.4	Remplacement du modèle numérique dans la méthode inverse par un modèle réduit	129
V.6	Application – mesure de la convection.....	130
V.6.1	Élément chauffant.....	131
V.6.2	Résultat et analyses	131
V.6.3	Développements nécessaires pour une application de la méthode basée sur la convection	134
V.7	Conclusion.....	134
Conclusion générale et perspectives		136

Nouvelle géométrie.....	137
Nouvelles méthodes.....	137
Perspectives dans la recherche en transfert de masse et de chaleur	140
Points d'amélioration de la conception et perspectives vers des applications industrielles	140
Annexe I. Dissipation visqueuse sur une section circulaire perpendiculaire à l'écoulement	142
Annexe II. Gradient conjugué	143
A.II.1 Description du problème	143
A.II.2 Principe du gradient conjugué	143
A.II.3 Directions conjuguées et longueur de pas	144
A.II.4 Application à une fonction quelconque	149
A.II.5 Approximation sur la dérivée seconde (matrice Hessienne)	150
Annexe III. Plans de conception	153
Pièce 1 - Canal.....	153
Pièce 2 – Axe central	154
Pièce 3 – Bague de fixation	154
Pièce 4 – Cône	154
Pièce 7 – Connecteur de sortie	155
Pièce 8 – Connecteur d'entrée	155
Annexe IV. Etude d'incertitude de la méthode d'identification de la viscosité via la dissipation visqueuse	156
Références	158

Liste des symboles

Lettres grecques

α	Coefficient de dilatation isobare (K^{-1})
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement (s^{-1})
$\dot{\bar{\gamma}}$	Taux de cisaillement généralisé (s^{-1})
$\dot{\gamma}_c$	Taux de cisaillement critique (s^{-1})
Γ	Frontière
$\dot{\bar{\epsilon}}$	Tenseur des taux de déformation (s^{-1})
η	Viscosité (Pa.s)
η_0	Viscosité au taux de cisaillement nul (Pa.s)
η'	Seconde viscosité (Pa.s) [1]
η_c	Viscosité critique (Pa.s)
λ	Rapport entre la position radiale où le taux de cisaillement est nul (vitesse maximale) et le rayon supérieur d'un écoulement annulaire
λ_R	Temps de relaxation (s)
ρ	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)
ρ_f	Masse volumique du fluide ($kg.m^{-3}$)
ρ_s	Masse volumique du solide ($kg.m^{-3}$)
σ	Rapport entre le rayon inférieur et le rayon supérieur d'un écoulement annulaire
$\bar{\sigma}'$	Tenseur des extracontraintes (MPa)
τ	Contrainte de cisaillement (MPa)
τ^*	Contrainte de cisaillement caractéristique à la transition du plateau Newtonien vers le régime rhéo-fluidifiant (MPa)
ϕ	Puissance volumique ($W.m^{-3}$)
ϕ_v	Dissipation visqueuse ($W.m^{-3}$)
Φ	Flux surfacique ($W.m^{-2}$)
χ	Coefficient de compressibilité isotherme (Pa^{-1})
Ω	Domaine

Lettres latins

C_p	Capacité thermique massique isobare
$C_{p,f}$	Capacité thermique massique isobare du fluide ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)

$C_{p,s}$	Capacité thermique massique isobare du solide ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
e	Épaisseur de la paroi extérieure (m)
E_a	Énergie d'activation (J.mol^{-1})
\vec{g}	Vecteur accélération de la pesanteur (m.s^{-2})
h	Coefficient d'échange ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$)
J_c	Fonction de coût de la convection (K^2)
J_{c+v}	Fonction de coût de la convection avec la dissipation visqueuse (K^2)
$J_{c+v,p}$	Fonction de coût pondérée adimensionnée de la convection avec dissipation visqueuse en tenant compte de la mesure de perte de charge
J_p	Fonction de coût de la pression (Pa^2)
J_v	Fonction de coût de la dissipation visqueuse (K^2)
k	Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
k_f	Conductivité thermique du fluide ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
k_s	Conductivité thermique du solide ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
K	Coefficient de consistance de la loi de puissance (Pa.s^n)
L	Longueur de la partie annulaire dans la filière (m)
L'	Distance entre l'entrée et la partie annulaire dans la filière (m)
n	Index de la loi de puissance
N_{Th}	Nombre de thermocouples
N_t	Nombre d'instants enregistrés
p	Pression (Pa)
Q	Débit volume (cc.s^{-1})
R	Rayon supérieur d'un écoulement annulaire (m)
R_g	Constante des gaz parfaits ($\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$)
\bar{s}	Tenseur des contraintes de viscosité (MPa)
S	Entropie (J.K^{-1})
t	Temps (s)
t_0	Temps initial (s)
t_f	Temps final (s)
T	Température (K)
T_i	Température mesurée par le thermocouple numéro i (K)
$T_{i,j}$	Température mesurée par le thermocouple numéro i à l'instant j (K)

u	Vitesse (m.s^{-1})
u_z	Vitesse projetée sur l'axe z (m.s^{-1})
\bar{u}_z	Vitesse moyenne projetée sur l'axe z (m.s^{-1})
U	Energie interne (J)
v	Volume spécifique ($\text{m}^3.\text{kg}^{-1}$)

Introduction générale

Information générale de la thèse

Cette thèse est financée par une bourse du Ministère de l'Enseignement supérieur, de la Recherche et de l'Innovation et se déroule à l'Institut Universitaire de Technologie de Nantes, au sein de laboratoire « GENie des Procédés Environnement – Agroalimentaire (GEPEA) » dans l'équipe de recherche « Optimisation – Système – Energie (OSE) ».

Problématique

Dans la production de polymères, les machines sont équipées de capteurs de pression et de température, car ces grandeurs physiques sont des facteurs clés affectant non seulement la qualité du produit [2–4], mais aussi la consommation d'énergie [5]. Cependant, les capteurs de température mesurent souvent la température au niveau de la paroi du fourreau, qui est peu sensible à l'évolution de la température du polymère fondu [6,7]. Pour réaliser un suivi de production, les thermocouples originels sur les machines ne suffisent pas. Des écarts sont observés entre la température de consigne de la machine et la température de la matière lors de l'utilisation de dispositifs de mesure de température plus sensibles [8–10].

De plus, des études [11–13] ont montré la possibilité d'utiliser la dissipation visqueuse pour obtenir une estimation de la viscosité, qui est une indication directe de l'état des polymères. Le fait de disposer de mesures de températures fiables au sein de la matière permet à la fois le suivi de production et l'identification de la viscosité par des méthodes innovantes lors de la production.

Objectifs

Cette thèse a pour but de proposer un outil expérimental d'aide à la surveillance et à la modélisation des procédés de fabrication de pièce en thermoplastique, essentiellement par extrusion ou injection. La figure 1 représente le mode de fonctionnement de ce dispositif.

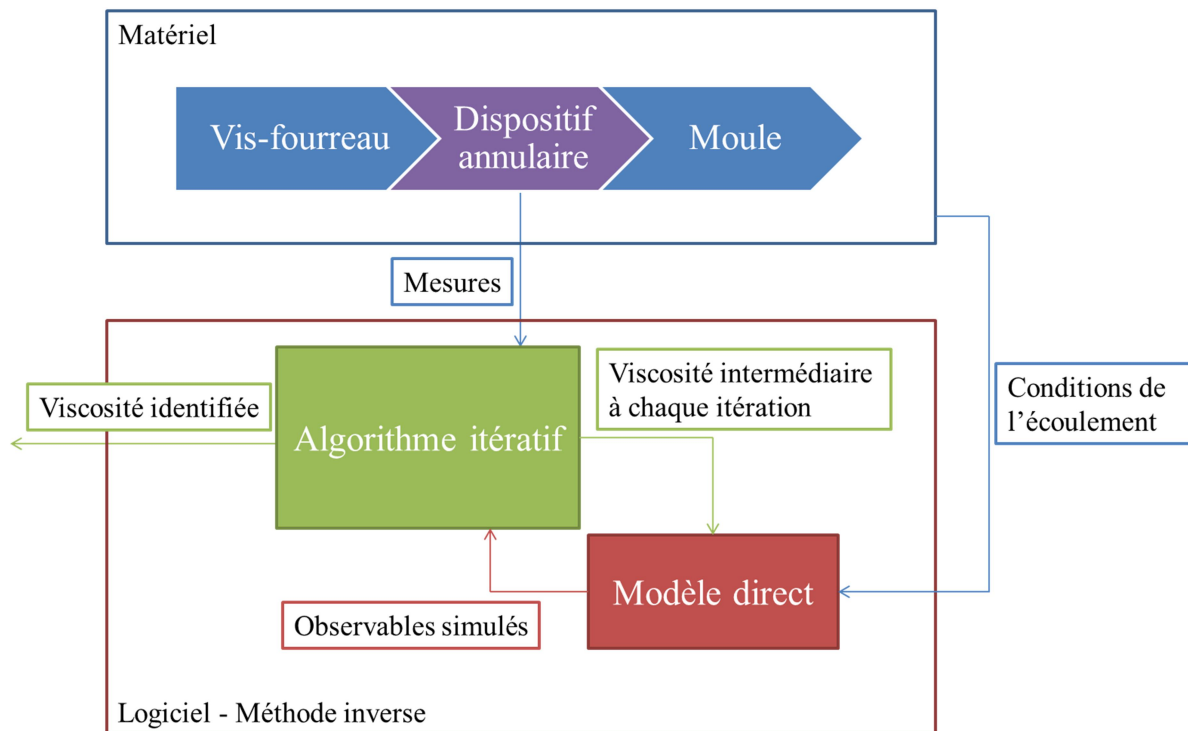


Figure 1 : Carte conceptuelle de l'outil

D'un côté, l'outil consiste en une cellule de mesure thermique originale positionnée en aval de la vis de plastification d'une presse à injecter (figure 1). Sa géométrie annulaire favorise la dissipation visqueuse au sein de l'écoulement et facilite la prise de mesure de température au cœur de l'écoulement via l'axe central. La lecture directe des profils de température est un indicateur de suivi de production pertinent.

De l'autre, l'outil consiste aussi en une méthode couplée avec le matériel de mesure, qui permet d'estimer la loi de comportement rhéologique du matériau sur une ligne de production par méthode inverse, à partir des mesures de températures, avec ou sans les mesures de pressions (figure 1).

Démarche d'étude

Dans le premier chapitre nous présentons, l'état de l'art des différents systèmes de mesure de viscosité sur une ligne de production thermoplastique. La différence entre les notions « en-ligne » et « sur-ligne » est expliquée. A la fin du chapitre, les antériorités (en lien avec le laboratoire « GEPEA ») sur les dispositifs de mesure thermo-rhéologique « en-ligne/sur-ligne » sont montrées pour introduire le point de départ et l'ambition de cette thèse.

Dans le deuxième chapitre, les principaux outils mathématiques utilisés dans cette thèse sont démontrés, discutés et adaptés à notre cas d'étude.

Ensuite, le dimensionnement, la conception et l'instrumentation du dispositif de mesure sont présentés dans le troisième chapitre. Des investigations analytiques et numériques sont effectuées en parallèle pour étudier les caractéristiques du dispositif.

Le quatrième chapitre, focalisé sur la méthode d'utilisation du dispositif, recherche des corrélations entre la rhéologie de la matière en écoulement et les observables (mesures de températures et de pressions du dispositif). Plusieurs stratégies d'identification de la viscosité sont établies. Une application virtuelle de la méthode inverse est démontrée.

Le cinquième chapitre montre d'abord comment le dispositif est utilisé comme outil de surveillance sur une ligne de production avec quelques remarques sur les incertitudes des capteurs lors d'une application réelle du dispositif. Dans un second temps, des méthodes d'identification de la viscosité sont testées.

Enfin, un bilan des résultats de la thèse est présenté avec des perspectives sur la poursuite de recherche et l'industrialisation du dispositif.

Chapitre I. Etat de l'art

Les caractérisations rhéologiques effectuées dans les laboratoires consomment souvent beaucoup de temps à cause de la préparation des échantillons et de la mise en condition des appareils. Pour les entreprises qui ont besoin de faire un suivi de la qualité de la matière, par exemple le niveau de dégradation du plastique recyclé [14] sur une ligne de production, il est coûteux de recréer les conditions de mesure en laboratoire dans une usine. De plus, les propriétés rhéologiques des matériaux peuvent être influencées par la température, par la pression, par les réactions chimiques (y compris l'oxydation) et par la contrainte, par exemple lors du cisaillement dans une extrudeuse [15]. Il est difficile de reproduire les environnements de production dans un laboratoire. De nombreuses études ont été réalisées pour développer des systèmes de mesures rhéologiques sur une ligne de production [16–37].

I.1 Rhéomètres sur une chaîne de production

Pour réaliser une mesure rhéologique sur une chaîne de production, il existe deux catégories de rhéomètres : rhéomètres « en-ligne » (« In-line » en anglais) ou rhéomètres « sur-ligne » (« On-line » en anglais) [16].

Certaines géométries d'écoulements sur des machines de production peuvent servir d'élément rhéométrique. C'est ainsi que des éléments d'écoulements viscométriques (rhéomètres « en-ligne ») sont positionnés parmi les autres éléments d'une chaîne de production. Pendant le processus de la mise en forme, la matière passe au travers de ces « rhéomètres », qui permettent d'effectuer une mesure de viscosité ainsi qu'un contrôle de qualité. Les rhéomètres « sur-ligne » sont montés quand la production est en pause ou restent en parallèle d'une ligne de production. En cas de besoin, ils reçoivent de la matière grâce à un écoulement dévié en dehors du flux de production. Pour les rhéomètres « sur-ligne » en parallèle d'une ligne de production, la caractérisation peut être réalisée avec un actionneur externe, par exemple une pompe indépendante de la chaîne de production. La matière à la sortie de ces rhéomètres « sur-ligne » ne retourne pas forcément dans la chaîne de production.

Les rhéomètres « en-ligne » sont plus adaptés pour faire du contrôle continu de la production. Cependant, leur présence entraîne une augmentation de la perte de pression et une perturbation du champ de température de la matière sur la chaîne de production. La caractérisation « en-ligne » doit être soumise aux conditions (température, débit) de la production. L'avantage des rhéomètres « sur-ligne » est qu'il n'y a pas d'influence permanente sur la ligne de production. La caractérisation « sur-ligne » est moins dépendante des conditions (température, débit) de la production, car l'utilisation de ces rhéomètres « sur-ligne » demande souvent une pause de production et un démontage des éléments d'une chaîne de production. Pour les rhéomètres « sur-ligne » montés en parallèle d'une chaîne de production, une partie du débit sera envoyée dans un canal dévié et ensuite pilotée par un actionneur externe.

Par la suite, des systèmes de mesure de viscosité seront présentés en fonction de leur catégorie (« en-ligne » ou « sur-ligne »).

1.1.1 Système de mesure de viscosité « sur-ligne »

En 1981, Crowson et al. [17] ont proposé un rhéomètre capillaire « sur-ligne » pour une presse à injecter (figure 2a). Ce système génère des taux de cisaillement élevés. Une configuration à double-étage est aussi proposée pour étudier l'influence de la pression sur la viscosité (figure 2b). Ils ont montré que les effets de la pression et de la dissipation visqueuse

peuvent influencer les mesures de viscosité dans les conditions de la mise en forme par injection.

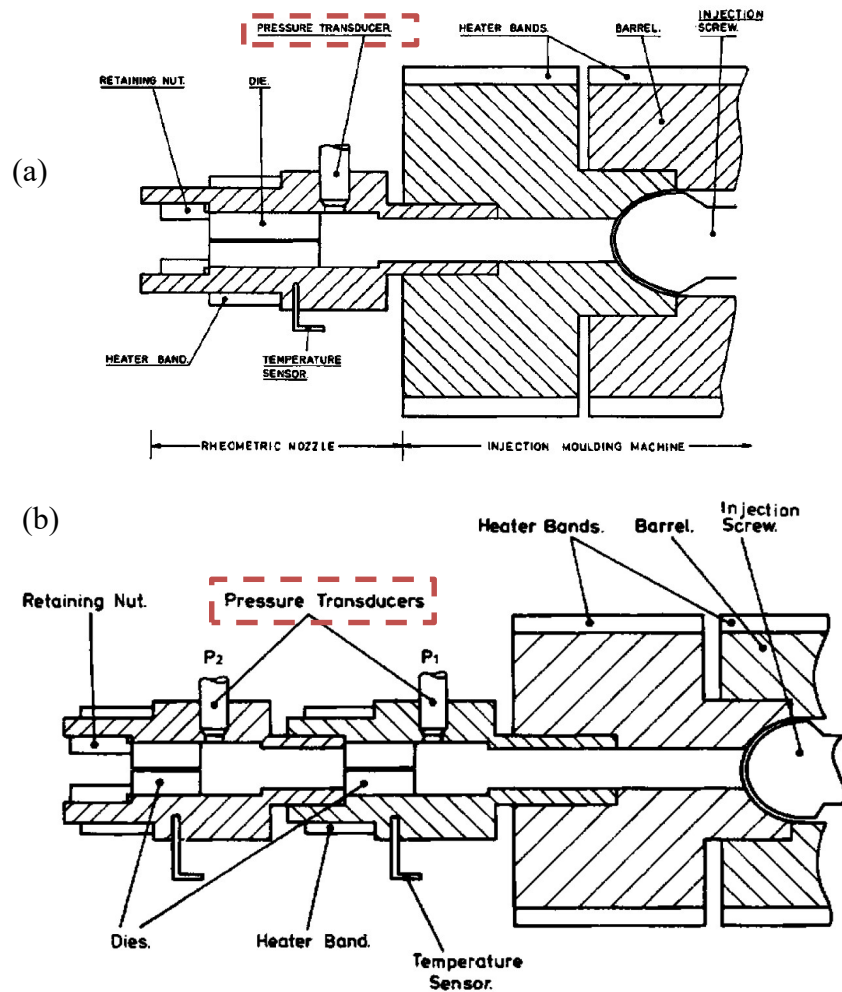


Figure 2 : Rhéomètres capillaires « sur-ligne » de Crowson et al. [17] (a) à simple-étage et (b) à double-étage

En 1991, Atluri et Malloy [18] ont aussi utilisé une filière capillaire sur une presse. Ils étaient obligés d'effectuer une série de mesures « sur-ligne » sous différents débits afin d'obtenir le rhéogramme complet du polycarbonate. Les auteurs ont limité la vitesse d'injection pour pouvoir négliger les effets de la dissipation visqueuse.

En 1998, Bonneau [19] a proposé d'utiliser des filières capillaires de différents rayons sur une presse. Chaque filière a été soumise aux mesures avec au moins trois débits différents, afin de balayer une large plage de taux de cisaillement. La caractérisation a été réalisée « sur-ligne » avec une estimation des effets de la pression et de la dissipation visqueuse sur la viscosité.

Lors d'études récentes en 2011, Gou et al. [20] utilisent également un dispositif « sur-ligne » similaire à celui à double-étage de Crowson et al. [17] sur une machine d'injection. Leur

dispositif est équipé de deux zones d'écoulement capillaire de même rayon mais de différentes longueurs, afin d'effectuer une correction de Bagley [38] pour compenser la perte de charge liée aux changements de section.

Il y a peu de rhéomètres « sur-ligne » dédiés aux machines d'injection dans la littérature. Il convient de noter que les rhéomètres « en-ligne » pour les machines d'injection peuvent aussi fonctionner comme des rhéomètres « sur-ligne ». Cependant, la géométrie de ces filières reste souvent limitée à une géométrie cylindrique (capillaire) ou plane (filière plate).

En extrusion, il existe de nombreux systèmes de mesure de viscosité « sur-ligne » dont certains ont été commercialisés. En 1985, Rauwendaal et Femandez [21] ont proposé un rhéomètre à filière plate « sur-ligne » en extrusion. Cependant, la viscosité mesurée sur ce rhéomètre « sur-ligne » avec une bonne reproductibilité diffère de celle obtenue avec des rhéomètres (capillaire et cône-plan) de laboratoire. Les auteurs soupçonnent une modification de propriété du HDPE due au cisaillement subi par la matière en amont dans l'extrudeuse.

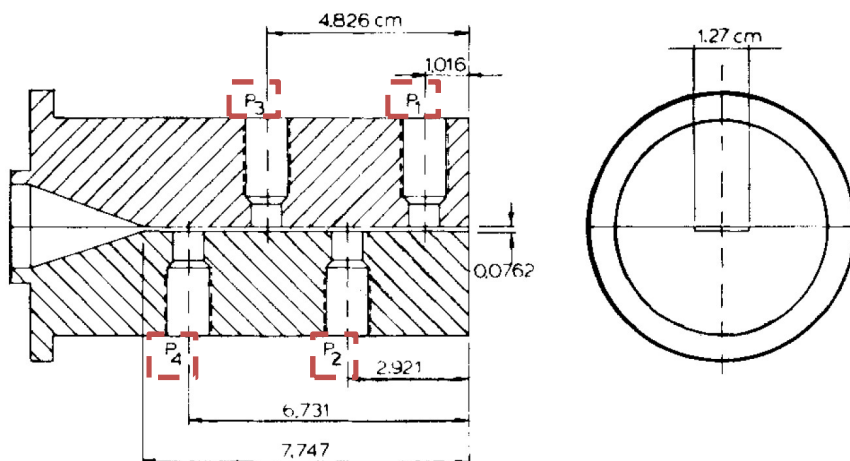


Figure 3 : Rhéomètre à filière plate « sur-ligne » de Rauwendaal et Femandez [21]

Todd et al. [22] ont développé un rhéomètre rotatif « sur-ligne » (figure 4). Ce rhéomètre est composé d'un axe tournant piloté par un moteur et d'une chambre cylindrique dotée d'une rainure hélicoïdale sur la surface intérieure. Lorsque la matière est introduite dans ce dispositif, la rainure hélicoïdale peut guider l'écoulement vers la sortie de ce rhéomètre. Le petit pas du taraudage et la grande largeur de la rainure sont choisis pour que les auteurs puissent assimiler cet écoulement à celui du modèle de Couette pour caractériser le comportement rhéologique de la matière. Lorsque la sortie du dispositif est bouchée et que l'axe tourne, une analyse sur le débit entraîné par le déplacement de la paroi et sur le débit entraîné par la pression permet de calculer une viscosité apparente pour chaque vitesse de rotation de l'axe.

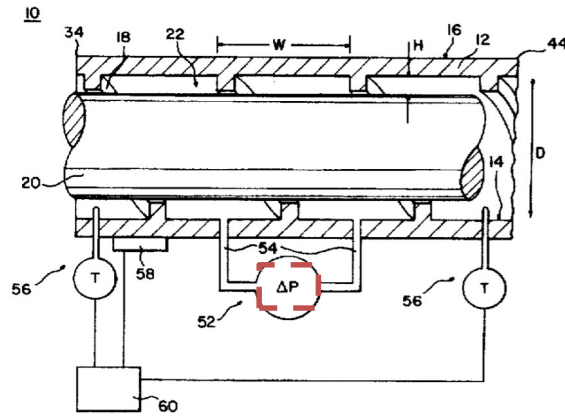


Figure 4 : Rhéomètre rotatif « sur-ligne » de Todd et al. [22]

Kelly et al. (annexe J du document [23]) ont développé un rhéomètre capillaire adaptable « sur-ligne » pour les processus d'extrusion, avec la société Rosand en 1996. Equipé d'une pompe à engrenages de précision, ce rhéomètre (figure 5) peut extraire de la matière de l'extrudeuse et la faire passer au travers des filières capillaires à débit imposé. Avant la sortie du rhéomètre, plusieurs filières de différentes longueurs sont disponibles et remplaçables. La mesure de pression est effectuée en amont des filières par un capteur de pression. L'ensemble du système est contrôlé par ordinateur. Avec une analyse des variations de pression générées par la pompe à engrenages, les auteurs montrent que l'écoulement est plus stable dans le rhéomètre que dans l'extrudeuse. Cependant, une pompe à piston pourra assurer une meilleure stabilité de l'écoulement dans le rhéomètre, pendant une durée limitée dépendant de la course du piston.

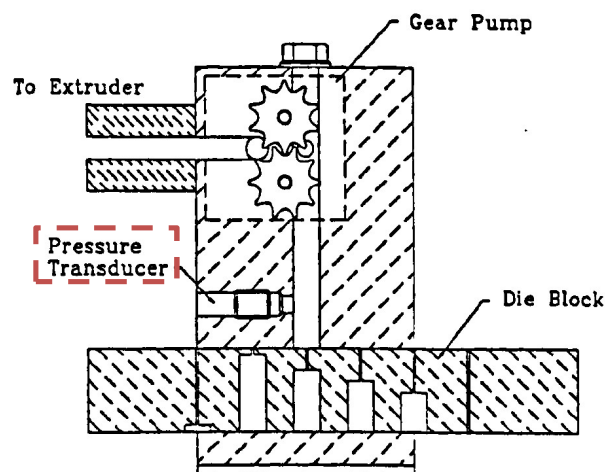


Figure 5 : Rhéomètre capillaire « sur-ligne » de Kelly et al. (annexe J du document [23])

En 2000, Covas et al. [24] ont réalisé un rhéomètre capillaire, équipé d'un piston comme actionneur, à côté d'une chaîne d'extrusion. Le remplissage de la matière se produit sous

l'influence du gradient de pression via un orifice sur le côté du rhéomètre et un autre sur l'extrudeuse. Au repos, les deux orifices ne sont pas connectés. Lorsque le rhéomètre effectue une rotation autour de son axe de révolution, son orifice se trouve en face de celui de la paroi de l'extrudeuse. A la fin de la phase du remplissage via l'orifice, le rhéomètre réalise une autre rotation pour bloquer son orifice. La matière est ensuite poussée par le piston et soumise à la mesure de viscosité. L'opération dure 15 secondes. Une configuration similaire mais avec un rhéomètre rotatif plan-plan a aussi été proposée en 2008 [25] et améliorée en 2011 [26].

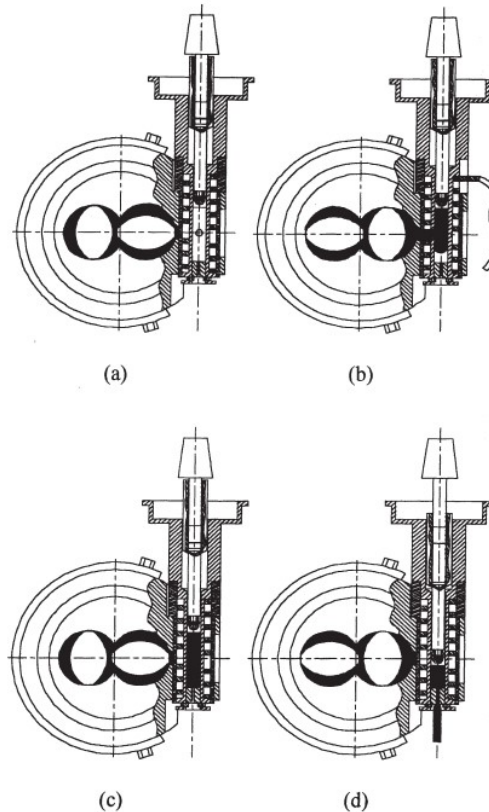


Figure 6 : Rhéomètre capillaire « sur-ligne » de Covas et al. [24] (double-vis d'extrusion perpendiculaire au plan, rhéomètre en vertical)

La société Göttfert a commercialisé des rhéomètres « sur-ligne » en extrusion, par exemple le rhéomètre capillaire BPR (By-Pass Rheograph). En 1986, Göttfert [27] a validé la précision du rhéomètre capillaire BPR en utilisant les mesures sur un rhéomètre capillaire de laboratoire comme référence. Cependant, la caractérisation complète durait 80 minutes à l'époque. Aujourd'hui, ces dispositifs sont améliorés et optimisés avec les technologies (électroniques, informatiques) récentes. Le temps de calcul est fortement réduit. Il existe des modèles qui extraient et renvoient la matière dans la chaîne de production en continu (figure 7). Le monitoring avec ce type de rhéomètre « sur-ligne » ne perturbe pas trop la cadence de

production. Il existe aussi des modèles avec deux filières capillaires de différents rayons pour obtenir une courbe de viscosité (figure 7).

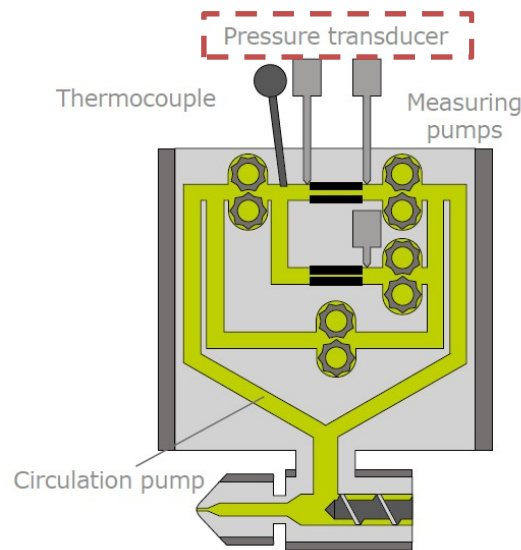


Figure 7 : Rhéomètre à deux filières capillaires « sur-ligne » de Göttfert (RTS-TD)

Lors des études les plus récentes en 2019, Luger et Miethlinger [28] ont utilisé deux filières plates de différentes tailles pour obtenir deux résultats de viscosité apparente avec un seul débit. Des essais ont été effectués sur une extrudeuse.

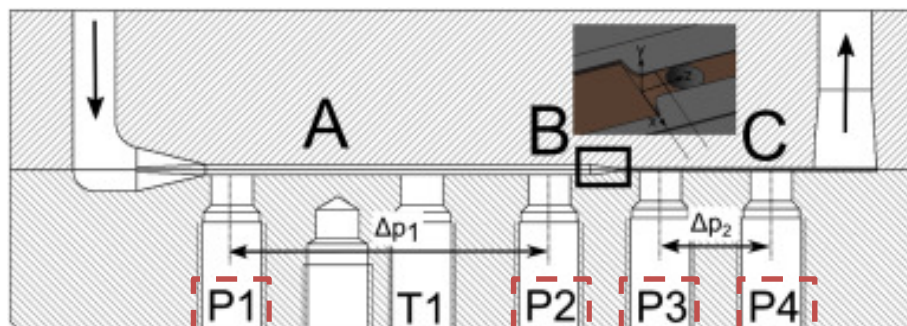


Figure 8 : Rhéomètre à deux filières plates « sur-ligne » de Luger et al. [28]

En résumé, les rhéomètres capillaires, à filière plate ou plus rarement rotatifs « sur-ligne » sont des outils très intéressants du fait de leur robustesse et de la maîtrise de ces géométries par rapport aux rhéomètres de laboratoires. Nous n'avons pas trouvé de rhéomètre avec une géométrie plus complexe dans la littérature. Les rhéomètres « sur-ligne » commercialisés sont dédiés aux lignes d'extrusion. Ces rhéomètres utilisent des actionneurs supplémentaires pour extraire de la matière de la ligne de production et pour contrôler le taux de cisaillement dans la zone de mesure. Certains rhéomètres « sur-ligne » permettent d'obtenir plusieurs taux de cisaillement en une seule opération. Certains sont capables d'extraire et de renvoyer de la

matière simultanément afin de réaliser un monitoring continu comme un rhéomètre « en-ligne ». Le seul inconvénient est l'encombrement important de ces dispositifs avec leurs actionneurs.

1.1.2 Système de mesure de viscosité « en-ligne »

Comme pour les rhéomètres « sur-ligne », il existe peu de dispositifs dédiés à l'injection pour les rhéomètres « en-ligne ». En 1990, Ross et al. [29] ont développé un rhéomètre capillaire « en-ligne » monté sur la buse d'une presse d'injection. Ce dispositif a réussi à détecter la variation de viscosité du PBT due à l'humidité. Néanmoins, ce rhéomètre n'est capable de mesurer la viscosité apparente, qu'au taux de cisaillement correspondant au débit du procédé.

En 1993, Coates et al. [30] ont réalisé des mesures de viscosité « en-ligne » d'extrusion et d'injection, avec une filière capillaire ou plate. A l'aide d'une analyse statistique, les auteurs ont réussi à identifier une partie de la courbe de viscosité. Cependant, ils ont aussi montré que pour caractériser le matériau sur une plage de taux de cisaillement plus large, il est nécessaire de faire varier le débit du processus. Dans ce cas, la qualité de production ne peut pas être assurée.

Dans les études les plus récentes, Aho et Syrjälä [31] ont utilisé un dispositif avec une filière plate pour la caractérisation « en-ligne » en injection en 2011. Le même type de dispositif (filière plate) a été utilisé par Zhang et Gilchrist [32] en 2012 pour étudier le procédé de micro-injection, par Fernandez et al. [33] en 2014 sur les polymères recyclés, par Mazzanti et Mollica [34] en 2015 pour caractériser un polymère chargé avec des farines de bois (wood plastic composite) et par Kloziński et Jakubowska [39] en 2019 pour étudier du Polyéthylène chargé de carbonate de calcium.

Les rhéomètres « en-ligne » mentionnés ci-dessus ne peuvent mesurer qu'une viscosité apparente pour un débit donné. Le débit est souvent imposé par le procédé et par les propriétés du matériau. Pour contourner cette restriction (taux de cisaillement correspondant au débit du procédé), Pabedinskas et al. [35] ont proposé un rhéomètre « en-ligne » d'extrusion avec une fente trapézoïdale (figure 9). Grâce à cette géométrie, le taux de cisaillement à la paroi augmente le long de la filière dont la section est un convergent. A l'aide de trois capteurs de pression et d'un modèle analytique, leur démarche permet d'obtenir une loi de puissance en viscosité à partir d'une mesure à un seul débit. Il convient de noter qu'une filière cylindrique convergente permet aussi de réaliser une démarche similaire. Le système à fente trapézoïdale a été validé en effectuant une comparaison de résultat avec des mesures réalisées sur un rhéomètre capillaire.

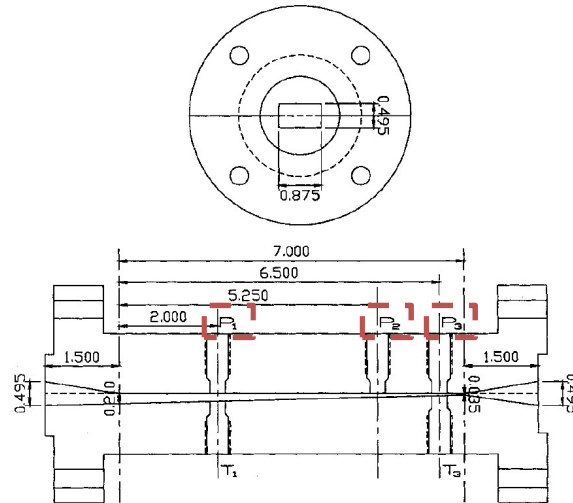


Figure 9 : Rhéomètre à fente trapézoïdale « en-ligne » de Pabedinskas et al. [35]

En 2021, Wappler et al. [40] ont présenté un rhéomètre capillaire avec un changement de section et trois capteurs de pression (figure 10). Ils mesurent trois valeurs de pression en amont, en aval et au sein de la zone dont la section est réduite pour s'affranchir de la correction de Bagley. Le dispositif a été testé sur une presse d'injection et permet de calculer deux viscosités apparentes pour chaque débit grâce au changement de diamètre et à un modèle analytique.

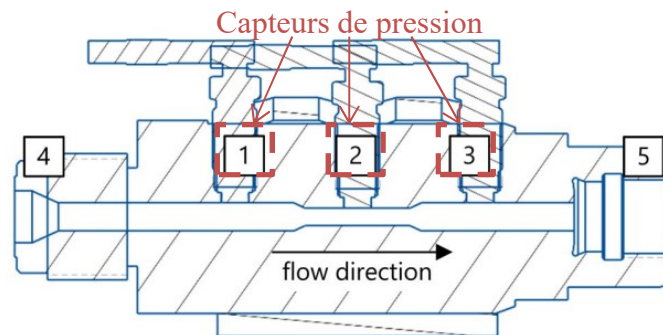


Figure 10 : Rhéomètre capillaire avec un changement de section « en-ligne » de Wappler et al. [40]

Inspirés par des travaux de recherche sur la caractérisation rhéologique dans les lignes de production de nourriture, Teixeira et al. [41] ont conçu un dispositif à double filière plate (figure 11). Grâce à plusieurs valves, le débit dans chaque canal plat peut être modifié sans faire varier le débit total de la production. Le dispositif a été testé sous différentes conditions d'extrusion sur des mélanges de MDPE/PS. Les résultats sont en bon accord avec ceux obtenus par un rhéomètre rotatif.

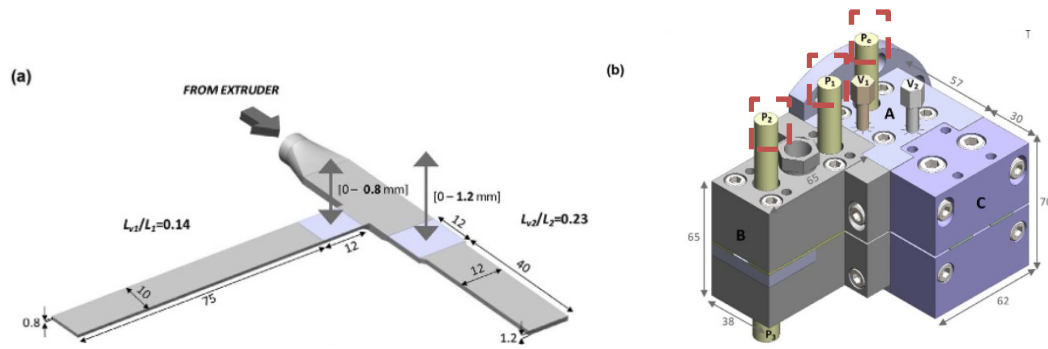


Figure 11 : Rhéomètre à double filière plate « en-ligne » de Teixeira et al. [41]

Tadros [36] a proposé de monter des cames sur les vis d'extrusion (figure 12) en 1992. L'instrumentation (capteur de pression) du mouvement rotatif relatif entre deux surfaces (came – paroi) permet de calculer une viscosité apparente, à l'aide d'un modèle analytique. Avec plusieurs cames sur une vis d'extrusion (figure 12b) ou deux cames sur une machine à double vis d'extrusion (figure 12c), plusieurs viscosités apparentes à différents taux de caillement peuvent être obtenues, ainsi que la loi de puissance décrivant la viscosité.

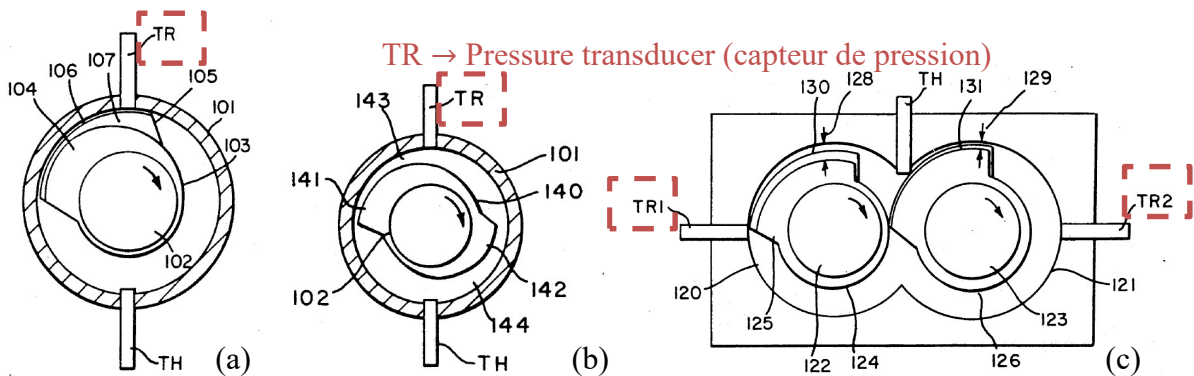


Figure 12 : Vue axiale des rhéomètres rotatifs « en-ligne » de Tadros [36] avec (a) une came sur une vis d'extrusion, (b) deux cames sur une vis d'extrusion et (c) deux cames sur deux vis d'extrusion

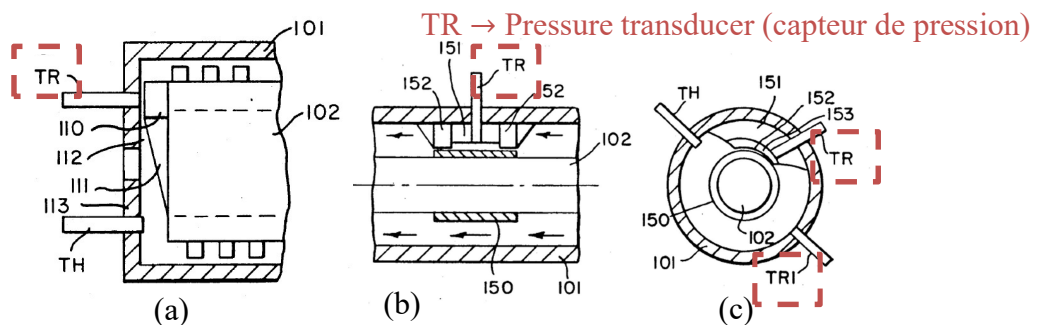


Figure 13 : Rhéomètres rotatifs « en-ligne » de Tadros [36] avec une modification (a) à l'extrémité d'une vis d'extrusion (vue transversale), (b) à la paroi (vue transversale) et (c) à la paroi (vue axiale)

L'inventeur a aussi proposé d'autres configurations avec des éléments ajoutés à l'extrémité d'une vis (figure 13a) ou à la paroi (figures 13b et 13c).

En résumé, les systèmes de mesure de viscosité « en-ligne » sont très contraints par les conditions aux limites imposées par le procédé. D'un côté, ils se situent au sein d'une chaîne de production et de l'autre, ils ne sont pas équipés de leurs propres actionneurs. A cause de ces restrictions, il est quasiment impossible d'avoir une géométrie dont les dimensions sont adaptées à tous les polymères et toutes les machines de mise en forme. Pour le rhéomètre à fente trapézoïdale de Pabedinskas et al. [35] et celui avec les cames de Tadros [36], qui sont capables de produire plusieurs taux de cisaillement à un débit donné, un compromis doit être fait entre la plage de taux de cisaillement explorée et la perte de charge engendrée par le rhéomètre sur une ligne de production.

I.2 Quelques exemples de mesure d'autres quantités physiques « sur-ligne » ou « en-ligne »

En se basant sur une méthode énergétique (débit \times pression), Jang et al [42] ont proposé un modèle analytique pour l'identification de la viscosité. Leur modèle calcule une viscosité effective liée à la dissipation énergétique dans une filière quelconque [43]. Il est donc nécessaire de faire varier le débit ou la géométrie pour obtenir plusieurs viscosités effectives. L'avantage de cette méthode est que le bilan d'énergie dans une filière peut être calculé à partir de la pression et du débit de chaque entrée/sortie de la filière. Cette méthode est donc bien adaptée pour identifier la viscosité du polymère dans une géométrie complexe dont les entrées/sorties sont connues et instrumentées.

Pour remplacer les mesures directes des pressions en contact avec l'écoulement et pour éviter d'utiliser les capteurs de pression dans des conditions sévères (haute température, écoulement abrasif, stagnation de la matière), Bonneau [19] a proposé de mesurer la déformation d'une filière « en-ligne ». Chiu et al. [44] ont aussi placé une jauge de contrainte pour mesurer la déformation d'une structure dans laquelle le polymère coule. Peng et al. [45] ont collé des jauges capacitives sur un moule pour mesurer les déformations lors d'un moulage par compression. Certains auteurs observent directement le couple moteur ou la vitesse de rotation d'une vis d'extrusion pour faire un monitoring sur la fluctuation du processus [7,46] ou sur la viscosité [47].

Afin de déterminer la première différence des contraintes normales et la viscosité élongationnelle, Padmanabhan et Bhattacharya [37] ont recommandé une filière plate qui est capable de réaliser une mesure de perte de pression d'orifice (P6 dans la figure 14). La mesure de perte de pression dans l'orifice se fait par une comparaison des pressions mesurées par les capteurs P5 et P6 (figure 14). Cette mesure permet de déterminer la première différence des

contraintes normales aux taux de cisaillement élevés ($> 10 \text{ s}^{-1}$). Une autre démarche pour estimer cette première différence est d'utiliser la méthode de pression de sortie. La caractérisation de la viscosité élongationnelle se fait par une estimation de la perte de pression à l'entrée du dispositif, à l'aide d'un capteur de pression en amont. Cependant, il n'existe pas de méthode de référence pour vérifier et valider l'estimation de la première différence des contraintes normales avec ce dispositif. Le résultat de la viscosité élongationnelle varie en fonction de la méthode employée.

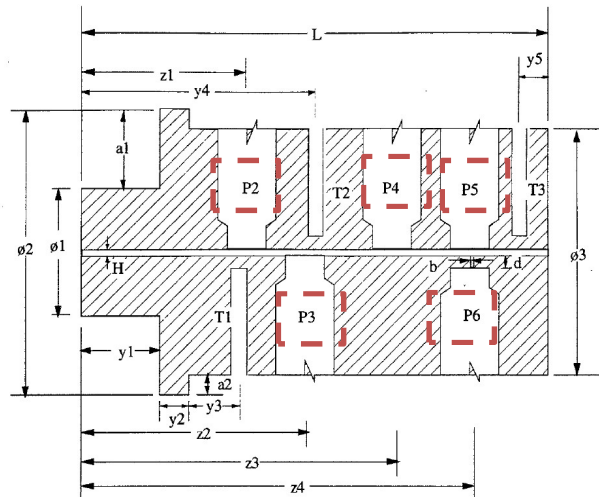


Figure 14 : Rhéomètre à filière plate « en-ligne » de Padmanabhan et Bhattacharya [37]

La viscosité élongationnelle peut aussi être caractérisée « sur-ligne » avec le dispositif de Luger et Miethlinger [28] (figure 8) mentionné plus haut. En effet, les auteurs ont exploité la forme convergente entre les deux filières plates de différentes tailles. Grâce à un modèle analytique, la viscosité élongationnelle peut être calculée [48]. Le résultat a été validé sur du LDPE et plusieurs gammes de PP.

Une méthode diélectrique a été proposée par Perusich et McBrearty [49], qui ont étudié la proportionnalité entre la permittivité diélectrique et la composition (longueur, morphologie, structure chimique) des chaînes latérales des polymères. Malgré la difficulté d'effectuer cette mesure au-delà de la température de la transition vitreuse, à cause des signaux influencés par les ions et les dipôles à haute température, les auteurs ont réalisé des expérimentations avec des polymères fondus et observé une variation de composition des monomères dans les polymères. Le dispositif « en-ligne » (figure 15) est une bague céramique avec un circuit de 27 paires d'électrodes sur la surface intérieure, qui est en contact avec l'écoulement. Le même dispositif a été utilisé pour faire du contrôle de procédé de polymère chargé grâce à une mesure de permittivité diélectrique [50]. Abu-Zahra [51] a aussi utilisé la méthode

diélectrique pour caractériser la viscosité. Cette approche est développée en tenant compte de la force de traînée (loi de Stokes [52]) dans le bilan de forces d'un ion [53]. A partir d'une mesure de perte diélectrique, l'auteur calcule la résistivité électrique et ensuite la viscosité d'un polymère avec un modèle. Cette méthode permet d'estimer la viscosité d'un polymère au repos (à taux de cisaillement nul). Néanmoins, des expérimentations complémentaires sont nécessaires pour déterminer à quelle profondeur dans l'écoulement ont lieu les mesures par le dispositif diélectrique d'Abu-Zahra.

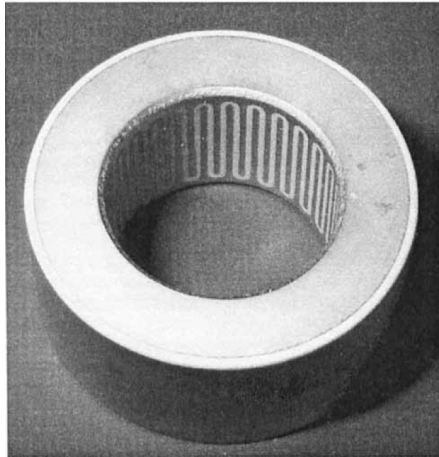


Figure 15 : Dispositif diélectrique « en-ligne » de Perusich et McBrearty [49]

Les systèmes de mesure à base d'ultrasons ont aussi beaucoup été étudiés pour faire du monitoring sur une ligne de production [51,54–59]. Des auteurs ont réalisé des mesures sur la vitesse de propagation et l'impédance acoustique d'ultrasons dans des mélanges de polymères « en-ligne » ou « sur-ligne ». Ces grandeurs physiques d'ultrasons sont sensibles à l'élasticité et à la masse volumique d'un matériau et présentent une corrélation avec la composition des mélanges. Cela permet de faire un suivi d'un mélange de polymères dans une ligne de production, si cette dernière est équipée des capteurs d'ultrasons qui résistent à l'environnement du procédé. Cependant, le module d'élasticité isostatique et la masse volumique d'un polymère varient en fonction de la température et de la pression. La mesure par ultrasons est donc aussi sensible à la température et à la pression. Des mesures de températures et de pressions doivent être réalisées pour apporter des corrections à la mesure par ultrasons pour réaliser un suivi de l'élasticité et de la masse volumique de l'écoulement [54–58]. Une autre application des ultrasons a été proposée en 2014 par Praher et al. [59], qui ont réussi à obtenir un profil de température radial par mesure de vitesse de propagation d'ultrasons avec des mesures de pressions « sur-ligne » d'injection. Il convient de noter que le profil de vitesse d'un écoulement peut être aussi estimé par l'effet Doppler des ultrasons [60],

quand il y a une impureté dans l'écoulement, par exemple des microparticules ou des microbulles.

L'imagerie par résonance magnétique nucléaire peut être utilisée pour mesurer un profil de vitesse d'un écoulement. Le système d'Arola et al. [61] permet d'obtenir une résolution de 1 mm.s⁻¹ sur la vitesse et une résolution de 0,2-1 mm en position radiale (110 à 22 points de mesure spatiaux). Uludag et al. [62] ont réussi à calculer, avec une erreur inférieure à 7%, la viscosité du LDPE à partir d'un profil de vitesse mesuré. Cependant, la caractérisation totale de la viscosité dure 2 min. Gottwald et Scheler [63] ont proposé de mesurer le temps de relaxation en résonance magnétique nucléaire pour observer les fluctuations (la température, la composition et l'homogénéité) de l'écoulement sur une ligne d'extrusion. Ils ont mentionné que la température élevée peut réduire de manière réversible ou irréversible la puissance de champ magnétique des aimants. Pour obtenir des mesures sensibles, il faut augmenter le temps d'expérimentation pour amplifier les signaux mesurés [63]. Une autre limitation de cette technologie est que les composants proches de la zone de test doivent être non-ferromagnétiques afin d'éviter la perturbation du champ magnétique [63,64].

Les spectroscopies infrarouge, infrarouge proche et Raman peuvent être utilisées pour observer la composition des monomères dans un polymère [58,65,66] ou la composition d'un mélange de polymères [55,56,58,66], comme la méthode diélectrique mentionnée précédemment. Nagata et al. [67] ont estimé la masse volumique du PE grâce aux mesures de composition des groupes -CH₂ et -CH₃ par la spectroscopie infrarouge proche. Witschnigg et al. [68] ont utilisé le même type de mesure pour optimiser un modèle chimiométrique et caractériser le module d'Young et la distance des couches d'un nanocomposite. Wang et Min [57] ont utilisé la spectroscopie ultraviolet-visible pour faire un suivi de la dégradation thermique de PLLA.

Du colorant fluorescent thermosensible peut être ajouté dans le polymère pour la mesure de champs de température dans différentes procédures industrielles, comme rapporté par Bur et al. [69-75]. Le colorant doit résister à la température du processus, être soluble dans le polymère et être inerte chimiquement. La commodité et l'efficacité de mesure dépendent du design de la sonde. La mesure de température peut être influencée dans les zones où le cisaillement est élevé. Des mesures de pressions sont nécessaires pour apporter des corrections à la mesure de température.

Il existe aussi des systèmes de mesure optiques. Pinheiro et al. [76] ont utilisé ce dispositif pour mesurer la taille des particules et la concentration des phases dans un mélange de PP/PA6.

Concernant la mesure classique de la température avec les thermocouples, il existe deux configurations : mesures intrusives ou mesures non-intrusives. Les mesures intrusives consistent à installer les thermocouples dans l'écoulement [7,8]. Ils peuvent être soudés sur une grille [9,77,78] ou sur une structure plus encombrante, par exemple une plaque [79]. Ce type de configuration peut perturber l'écoulement et augmenter la température à cause de la dissipation visqueuse autour des éléments intrusifs. Les chercheurs sont obligés d'intégrer cette perturbation dans leurs modèles [80] ou de négliger cette influence en gardant des modèles simplifiés. Les mesures non-intrusives consistent à installer les thermocouples dans les parois des canaux, des outillages ou des machines par exemple. Bien que ces mesures ne perturbent pas mécaniquement l'écoulement, elles représentent souvent soit une estimation de la température moyenne de l'écoulement, soit une température à la paroi, soit une température dans la structure, soit la température de régulation. En effet, les thermocouples non-intrusifs sont souvent proches des systèmes de régulation de température, qui ont pour but de stabiliser la température d'une zone vers une valeur ciblée. Quand il n'y a pas de système de régulation de température à proximité, les thermocouples non-intrusifs risquent quand même d'être perturbés par l'environnement, surtout s'ils sont montés sur des composants métalliques qui sont de bons conducteurs thermiques. Ces mesures non-intrusives peuvent être très peu sensibles à l'écoulement de polymère et plus affectées par le système de régulation de la température [6,7].

Au sein du laboratoire GEPEA, les caractérisations thermo-rhéologiques « en-ligne » et « sur-ligne » avec des capteurs classiques (thermocouple, capteur de pression) ont fait l'objet de plusieurs d'études ou de projets coopératifs avec d'autres établissements. Par la suite, ces recherches seront présentées de façon chronologique.

I.3 Travaux de recherche en lien avec le laboratoire GEPEA sur la caractérisation « en-ligne » ou « sur-ligne »

Il existe, à notre connaissance, très peu de recherches expérimentales sur les transferts thermiques au sein d'un écoulement en prenant en compte la dissipation visqueuse comme une information. Parmi les études ou les projets coopératifs du laboratoire GEPEA, certains travaux [11,81,82] ont consisté à développer une filière, équipée de thermocouples et de capteurs de pression dans une section longitudinale, en sortie de machine de mise en œuvre. Un système de moulage instrumenté a aussi été développé pour caractériser des propriétés thermiques des mélanges caoutchoucs [83]. Enfin, l'étude la plus récente a pour but de

développer une cellule de mesure intrusive qui est capable de mesurer le profil de température radial dans un écoulement cylindrique [10,80].

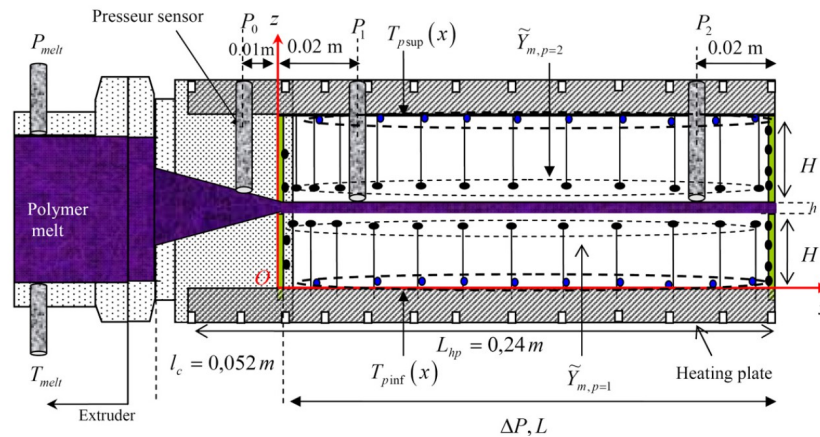


Figure 16 :Filière rectangulaire de Karkri [81]

La filière de Karkri [81] a une section rectangulaire de 2 mm x 30 mm, des thermocouples (points noirs dans la figure 16) ainsi que trois capteurs de pression sont installés dans les parois. Avec la filière de Karkri, Pujos [12] a proposé l'utilisation d'une méthode inverse pour déterminer la courbe de viscosité du matériau, sans se baser sur un modèle rhéologique existant. En effet, une mesure de pression pour un débit donné peut conduire à une infinité de solutions de courbe de viscosité. La mesure de champs de température complète cette information grâce à une corrélation thermo-rhéologique via la dissipation visqueuse. Cependant, le problème inverse, avec les incertitudes des expériences réelles prises en compte, reste mal conditionné et nécessite une bonne initialisation lors de sa résolution. En supposant que les propriétés thermo-rhéologiques de l'écoulement soient connues, la mesure de pression ainsi que le champ de température mesuré avec de nombreux thermocouples permettent aussi d'estimer, par méthode inverse, les profils de température à l'entrée et à la sortie de l'écoulement [11,81]. Cependant, l'ensemble du système avec les capteurs présente un fort encombrement qui génère de fortes pertes thermiques. Le dispositif est limité à de faibles vitesses de cisaillement et la thermique de l'écoulement est surtout pilotée par les pertes par conduction et non par la dissipation visqueuse.

Wielhorski [82] a développé une filière analogue à celle de Karkri. La filière est cylindrique et capable de travailler dans les conditions d'extrusion et d'injection, bien que la perte de charge engendrée par le dispositif soit importante pour être monté « en-ligne ». Une température moyenne en fonction du temps à l'entrée de l'écoulement peut être estimée par méthode inverse. Lors de l'analyse par méthode inverse, une partie des thermocouples (TC^{bc} dans la figure 17) a été utilisée pour fournir les conditions limites au modèle et d'autres

thermocouples (TC^{inv} dans la figure 17) servent de données pour le problème inverse. Il convient de noter qu'une configuration différente de celle dans la figure 17 est tout de même possible.

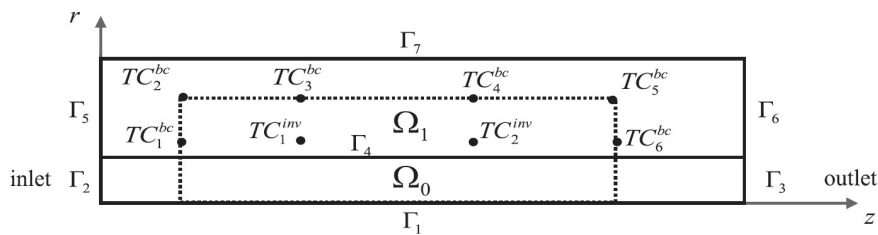


Figure 17 :Filière cylindrique de Wielhorski [82]

Les travaux de Wielhorski ont montré les limites des mesures indirectes dans une analyse par méthode inverse. En effet, les thermocouples installés dans les parois sont facilement influencés par des conditions de régulation des outillages. Pour augmenter la sensibilité des mesures par rapport aux quantités physiques à estimer, les paramètres de production (débit, pression) et la géométrie des canaux (diamètre/épaisseur, longueur) peuvent être optimisés lors d'une opération « sur-ligne » mais rarement « en-ligne ». Les dispositifs de Karkri et Wielhorski n'ont pas été développés à l'échelle industrielle.

Pour pouvoir caractériser les paramètres thermiques des caoutchoucs dans les conditions industrielles, Cheheb [83] a développé un moule instrumenté. Sur chacun des demi-moules, il y a un système de régulation de température (chauffage, circuit de refroidissement) asservi, des thermocouples et un capteur de flux de chaleur. Pour contrôler la pression d'expérimentation, le piston d'injection a aussi été asservi en pression et en position. A l'aide de ce dispositif, Cheheb a réussi à estimer simultanément et respectivement la conductivité thermique et la capacité calorifique. Néanmoins, le système reste complexe et encombrant. Le moule lui-même peut être considéré comme un dispositif « sur-ligne » : dispositif de mesure monté sur une machine pendant la pause de production.

Les études les plus récentes sont celles de Launay [10,80,84] qui a conçu une cellule de mesure de température qui peut être insérée dans un canal cylindrique (figures 18b et 18c). La cellule a été fabriquée en céramique. Sur la section perpendiculaire au sens d'écoulement, une structure en croix nous permet d'y installer des thermocouples (figure 18a).

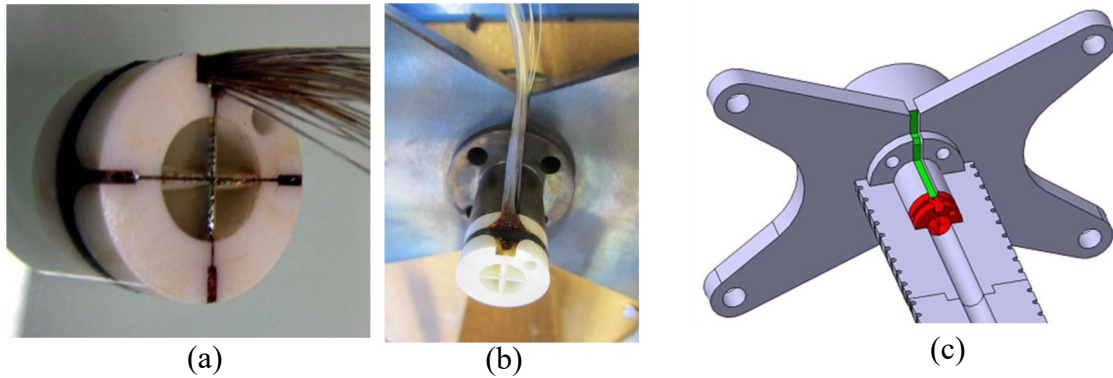


Figure 18 : Cellule de mesure de Launay [10,80,84] (a) instrumentée, (b) montée sur un canal et (c) dans son montage dessiné avec le logiciel CATIA

Ce dispositif permet de mesurer deux profils de température en fonction du rayon dans un écoulement cylindrique et d'observer la non-homogénéité radiale en température due à la dissipation visqueuse. Ces informations ne pouvaient être obtenues que par méthode inverse dans les travaux de Karkri [81], Pujos [11] et Wielhorski [82]. Avec une cellule en amont et une autre en aval de l'écoulement, il est possible de mesurer l'évolution du champ de température. Ces mesures de températures peuvent être prises en compte pour compléter les mesures standards (débit-pression) de viscosité afin d'augmenter la précision de la caractérisation [10]. L'inconvénient du dispositif de Launay réside dans les perturbations rhéologique et thermique à cause de la structure intrusive [84]. Afin de pouvoir utiliser un modèle cylindrique et simple pour calculer/simuler l'écoulement, sans besoin d'intégrer la géométrie complexe et non-axisymétrique des cellules, des corrections aux mesures sont nécessaires pour compenser les effets intrusifs des cellules. Ce dispositif a été utilisé par El Hajj Sleiman [85] pour étudier un mélange de PP/PE et proposer un nouveau modèle de viscosité [86] pour les polymères mélangés.

I.4 Conclusion

Cet état de l'art met en évidence les avantages et les inconvénients des diverses solutions pour le monitoring « en-ligne » et « sur-ligne ». La viscosité, qui peut être caractérisée par de multiples mesures de couples pression-débit selon des méthodes conventionnelles, a toujours été l'un des paramètres clés pour assurer le fonctionnement d'une ligne de production. Il convient aussi de noter que les mesures de températures sont indispensables sur tous les dispositifs. Ainsi, les travaux du laboratoire GEPEA sont centrés sur la caractérisation de la viscosité complétée avec des mesures de température. Ces mesures thermiques permettent de prendre en compte l'influence de la température pendant la caractérisation rhéologique ou de

contribuer à l'estimation de la viscosité grâce à l'information rhéologique apportée par la dissipation visqueuse [12]. Suite aux précédents travaux, on cherche une nouvelle configuration de dispositif qui nous permet :

- d'installer les thermocouples au sein de l'écoulement ;
- de limiter les parties intrusives pour pouvoir utiliser un modèle simple et axisymétrique ;
- d'avoir des mesures thermiques robustes par rapport aux perturbations venant de l'extérieur ;
- de provoquer une forte dissipation visqueuse par rapport au travail mécanique fourni par une machine de production.

Pour répondre aux besoins industriels dans un futur proche, nous travaillons sur une solution avec des thermocouples, une technologie de mesure déjà largement utilisée dans la production de polymères. Bien que les thermocouples aient démontré leur capacité à détecter les phénomènes thermiques sur une ligne de production des polymères [87–89], des recherches sont nécessaires pour trouver un équilibre entre la sensibilité des mesures thermiques, le degré de perturbation à l'écoulement de polymère et la résistance de la structure de mesure dans des conditions de production industrielle [7].

Enfin, une géométrie annulaire est choisie. La géométrie annulaire permettra de provoquer de la dissipation visqueuse autour de l'axe central au sein de l'écoulement, d'instrumenter l'axe central avec des thermocouples (dont les sondes sont protégées) et donc d'avoir une meilleure sensibilité de mesure thermique par rapport aux filières de Karkri [81] et de Wielhorski [82]. La géométrie annulaire est aussi axisymétrique et plus facile à modéliser par rapport au dispositif de Launay [10,80,84].

Chapitre II. Analyses et adaptations des outils mathématiques

Après l'état de l'art sur les solutions techniques, une recherche est effectuée sur les bases des outils mathématiques concernant notre étude, afin d'éviter d'utiliser les formulations mathématiques comme des boîtes noires, d'un point de vue rigoureux. Ce chapitre est composé de trois parties principales :

- Modélisation rhéologique ;
- Equation thermique locale ;
- Méthode inverse.

Certaines analyses sont poussées au-delà de l'état actuel de la recherche du domaine et font partie d'un résultat publié [90] de cette thèse. Les analyses qui ne font pas partie de résultat publié mènent aussi à des discussions et des adaptations à la modélisation du problème étudié.

II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire

La géométrie annulaire concentrique ou excentrique à parois mobiles ou statiques est utilisée dans de nombreux domaines industriels tels que le forage de puits de pétrole [91], l'agroalimentaire [92], la plasturgie [93] et les échangeurs de chaleur [94]. Le canal peut être hélicoïdal ou incurvé dans certaines applications, par exemple la mécanique des biofluides ou les réacteurs chimiques. Combiné avec différents comportements d'écoulement tels que modèle de Bingham, loi de puissance ou modèles viscoélastiques, le problème est parfois difficile à résoudre analytiquement.

La loi de comportement rhéologique la plus simple et représentative pour la mise en forme des polymères est la loi de puissance [15,95,96], qui a l'avantage de ne nécessiter que deux paramètres comme le montre l'équation (1),

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

Avec η la viscosité, $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement généralisé, K le coefficient de consistance et n l'indice de la loi de puissance ($0 < n < 1$ pour les matériaux pseudo-plastiques comme les polymères [1], le sang [97] et la crème fouettée/chantilly [98]).

Bien que cette loi ait un défaut pour décrire la viscosité à taux de cisaillement nul [99], Bird [100] et McEachern [101] ont montré par expérimentation que la loi de puissance est capable de bien modéliser le comportement rhéologique d'un écoulement annulaire, surtout dans les plages de vitesse de cisaillement utilisées pour la mise en forme des polymères. Plus tard, Escudier et al. [91,102] ont aussi montré l'adéquation de la loi de puissance avec des expérimentations et des analyses de sensibilité.

La première analyse de l'écoulement à travers une géométrie annulaire a été réalisée par Volarovich et Gutkin [103], Laird [104] et dans le cas d'un fluide du type de loi de puissance par Frederickson et Bird [105]. La première relation analytique entre le débit et la perte de charge a été réalisée par Frederickson et Bird [105] sous une forme intégrale. Les résultats de Frederickson et Bird ont été étayés par les mesures de Tiu et Bhattacharyya [106]. Cependant, la solution de Frederickson et Bird a donné une expression analytique explicite uniquement dans le cas de valeurs entières du rapport $1/n$ avec une série de puissances encombrante, ou dans le cas où l'écoulement annulaire peut être approximé à un écoulement entre deux plans parallèles. L'expression du cas de la fente annulaire mince s'est avérée étonnamment précise [107–109] pour une large gamme de n et du rapport σ entre le rayon inférieur σR et le rayon supérieur R d'un écoulement annulaire (figure 19). Plus tard, Bird et al. [1] ont amélioré cette expression en affinant l'approximation.

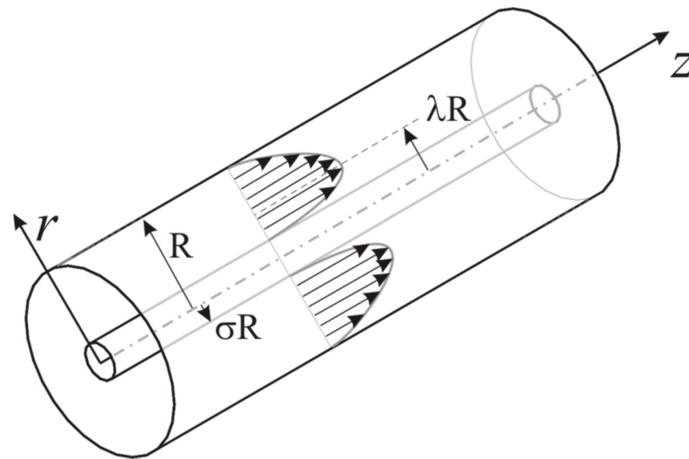


Figure 19 : Description des paramètres géométriques d'un écoulement annulaire

En 1979, Hanks et Larsen [110] ont apporté le début d'une solution analytique de l'intégrale de Frederickson et Bird. Ils ont obtenu une expression analytique générale explicite du débit en fonction du rapport λ entre la position radiale λR où le taux de cisaillement est nul (vitesse maximale) et le rayon supérieur R (figure 19). Néanmoins, la solution de Hanks et Larsen nécessite l'utilisation d'une procédure numérique afin de calculer la valeur de λ .

Remarque sur la thermo-dépendance de la viscosité :

La viscosité peut dépendre de la température. Selon la loi d'Arrhénius [111], la variation de la viscosité en fonction de la température,

$$\frac{\Delta\eta}{\eta} = -\frac{E_a}{R_g T^2} \Delta T$$

est définie par E_a l'énergie d'activation, R_g la constante des gaz parfaits et T la température.

Pour un matériau ayant une énergie d'activation de $100 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ à $473,15 \text{ K}$, on a $\Delta\eta/\eta \approx -0,05\Delta T$. C'est-à-dire que pour 1 degré d'écart sur la température, la viscosité varie de 5%. Selon [15], l'énergie d'activation est de 36 à $50 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ pour le Polypropylène et de 95 à $150 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ pour le Polystyrène.

Il convient de noter que la thermo-dépendance peut être plus forte sur le plateau Newtonien (à bas taux de cisaillement) et plus faible en régime de cisaillement élevé. Prenons le modèle de Cross [112] comme exemple :

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\eta_0}{\tau^*} \dot{\gamma}\right)^{1-n}}$$

avec η_0 la viscosité au taux de cisaillement nul et τ^* le niveau de contrainte caractéristique à

la transition du plateau Newtonien vers le régime rhéo-fluidifiant. Ici, $(n - 1)$ est la pente de la loi de Cross en échelle logarithmique quand $\dot{\gamma} \rightarrow +\infty$.

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow +\infty} \eta = \frac{\eta_0}{\left(\frac{\eta_0}{\tau^* \dot{\gamma}}\right)^{1-n}} = (\eta_0)^n (\tau^*)^{1-n} \dot{\gamma}^{n-1}$$

La valeur de η_0 varie en fonction de la température. La relation entre $\Delta\eta_0$ et $\Delta\eta$ en régime de cisaillement élevé est la suivante :

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow +\infty} \Delta\eta = n(\eta_0)^{n-1} (\tau^*)^{1-n} \dot{\gamma}^{n-1} \Delta\eta_0$$

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow +\infty} \frac{\Delta\eta}{\eta} = n \frac{\Delta\eta_0}{\eta_0}$$

Pour un matériau ayant un indice $n = 0,4$, 5% d'écart sur la viscosité au taux de cisaillement nul correspond à 2% d'écart sur la viscosité en régime de cisaillement élevé. Cette analyse nous indique une limite de variation de température à ne pas dépasser si nous voulons négliger la thermo-dépendance dans notre modèle rhéologique.

Remarque sur la viscoélasticité :

Un polymère peut avoir un comportement viscoélastique. Prenons un modèle viscoélastique de Maxwell convecté [113] :

$$\bar{\sigma}' + \lambda_R \left(\frac{d\bar{\sigma}'}{dt} - \overline{\text{grad}}(\vec{u}) \cdot \bar{\sigma}' - \bar{\sigma}' \cdot (\overline{\text{grad}}(\vec{u}))^T \right) = \eta \left[\overline{\text{grad}}(\vec{u}) + (\overline{\text{grad}}(\vec{u}))^T \right]$$

avec $\bar{\sigma}'$ le tenseur des extracontraintes, λ_R le temps de relaxation et \vec{u} le vecteur vitesse. Dans un écoulement axial en régime stationnaire sans changement de section, $d\bar{\sigma}'/dt = 0$. On a :

$$\begin{bmatrix} \sigma'_{11} & \sigma'_{12} & \sigma'_{13} \\ \sigma'_{12} & \sigma'_{22} & \sigma'_{23} \\ \sigma'_{13} & \sigma'_{23} & \sigma'_{33} \end{bmatrix} - \lambda_R \dot{\gamma} \begin{bmatrix} 2\sigma'_{12} & \sigma'_{22} & \sigma'_{23} \\ \sigma'_{22} & 0 & 0 \\ \sigma'_{23} & 0 & 0 \end{bmatrix} = \eta \begin{bmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

qui indique que :

$$\begin{cases} \sigma'_{11} - 2\lambda_R \dot{\gamma} \sigma'_{12} = 0 \\ \sigma'_{12} - \lambda_R \dot{\gamma} \sigma'_{22} = \eta \dot{\gamma} \\ \sigma'_{22} = \sigma'_{23} = \sigma'_{13} = \sigma'_{33} = 0 \end{cases}$$

On retrouve la relation classique $\sigma'_{12} = \eta \dot{\gamma}$ (d'un cisaillement purement visqueux) avec une contrainte normale $\sigma'_{11} = 2\lambda_R \dot{\gamma} \sigma'_{12}$ en plus dans la direction de l'écoulement. Le modèle de Maxwell convecté indique que le cisaillement (vitesse et contrainte de cisaillement) dans le cas étudié n'est pas influencé par le comportement élastique du matériau.

Cependant, lorsqu'on utilise le modèle de Phan-Thien & Tanner simplifié, le cisaillement dans un écoulement annulaire dépend non seulement de la viscosité mais aussi du temps de

relaxation [114]. Il convient de noter que le temps de relaxation est lié au terme η_0/τ^* de la loi de Cross [115]. Le modèle de Phan-Thien & Tanner [116] manifeste implicitement le comportement rhéo-fluidifiant d'un polymère.

Quand il y a un changement de section dans l'écoulement, il convient de consulter le temps de relaxation du matériau et de tenir compte de la vitesse de l'écoulement pour positionner la zone d'étude dans laquelle l'écoulement est considéré établi et stable.

II.1.1 Formulation mathématique

L'équation de continuité pour un écoulement compressible s'écrit comme l'équation (2),

$$\frac{d\rho}{dt} + \rho \operatorname{div}(\vec{u}) = 0 \quad (2)$$

avec ρ la masse volumique, t le temps et \vec{u} le vecteur vitesse. L'équation de conservation de la quantité de mouvement pour un écoulement compressible s'écrit comme l'équation (3),

$$\rho \frac{d\vec{u}}{dt} = -\overrightarrow{\operatorname{grad}p} + \overrightarrow{\operatorname{div}}(\bar{\bar{s}}) + \rho \vec{g} \quad (3)$$

avec p la pression, $\bar{\bar{s}}$ le tenseur des contraintes de viscosité et \vec{g} le vecteur accélération de la pesanteur. Le tenseur des contraintes peut être exprimé comme l'équation (4),

$$\bar{\bar{s}} = \eta \left[\overrightarrow{\operatorname{grad}}(\vec{u}) + \left(\overrightarrow{\operatorname{grad}}(\vec{u}) \right)^T \right] + \eta' \operatorname{div}(\vec{u}) \bar{\bar{I}} \quad (4)$$

avec η' la seconde viscosité. La variation de masse volumique d'un polymère en écoulement étant négligeable dans les productions classiques [15] (sauf pendant le refroidissement dans un moule), nous considérons que la masse volumique est constante dans la zone d'étude de notre dispositif avec une perte de charge autour de 1 MPa. L'équation de continuité (2) devient l'équation (5).

$$\operatorname{div}(\vec{u}) = 0 \quad (5)$$

Lorsque les termes d'inertie et de flottabilité peuvent être négligés par rapport aux forces de viscosité [15], l'équation de conservation de la quantité de mouvement (3) devient l'équation (6).

$$0 = -\overrightarrow{\operatorname{grad}p} + \overrightarrow{\operatorname{div}}(\bar{\bar{s}}) \quad (6)$$

Pour un écoulement axial laminaire dans une géométrie cylindrique ou annulaire, l'équation (6) se simplifie en équation (7),

$$\frac{dp}{dz} = \frac{\tau}{r} + \frac{d\tau}{dr} \quad (7)$$

avec τ la contrainte de cisaillement et r la position radiale. Or comme présenté dans la figure 19, le taux de cisaillement ainsi que la contrainte sont nuls à l'extremum de vitesse au rayon λR . Avec cette condition, on intègre l'équation (7) et on obtient l'équation (8) de la contrainte de cisaillement,

$$\tau = -\frac{1}{2} \frac{dp}{dz} \left(\frac{\lambda^2 R^2}{r} - r \right) \quad (8)$$

avec z la position axiale. On utilise le vecteur $\vec{u} = \begin{bmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{bmatrix}$ pour décrire la vitesse. Pour un écoulement axial laminaire dans une géométrie cylindrique ou annulaire, le taux de cisaillement généralisé $\dot{\gamma} = du_z/dr = \dot{\gamma}$. En combinant l'équation (8) et la loi puissance (1), on obtient le taux de cisaillement de part et d'autre de l'extremum de vitesse (9) et (10) pour éviter d'avoir un chiffre négatif élevé à une puissance fractionnaire $1/n$ ($n \neq 0$),

$$\dot{\gamma}_i = \frac{du_z}{dr} = \left[-\frac{1}{2K} \frac{dp}{dz} \left(\frac{\lambda^2 R^2}{r} - r \right) \right]^{\frac{1}{n}}; \sigma R \leq r \leq \lambda R \quad (9)$$

$$\dot{\gamma}_o = \frac{du_z}{dr} = - \left[-\frac{1}{2K} \frac{dp}{dz} \left(r - \frac{\lambda^2 R^2}{r} \right) \right]^{\frac{1}{n}}; \lambda R \leq r \leq R \quad (10)$$

avec $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement. Le profil de vitesse en 2 parties (11) et (12) est obtenu en intégrant les équations (9) et (10).

$$u_{z,i}(r) = -\frac{dp}{dz} \left| \frac{1}{2K} \right|^{\frac{1}{n}} \left| \frac{dp}{dz} \right|^{\frac{1}{n}-1} \int_{\sigma R}^r \left(\frac{\lambda^2 R^2}{\zeta} - \zeta \right)^{\frac{1}{n}} d\zeta + u_{z,i}(r = \sigma R); \sigma R \leq r \leq \lambda R \quad (11)$$

$$u_{z,o}(r) = -\frac{dp}{dz} \left| \frac{1}{2K} \right|^{\frac{1}{n}} \left| \frac{dp}{dz} \right|^{\frac{1}{n}-1} \int_r^R \left(\zeta - \frac{\lambda^2 R^2}{\zeta} \right)^{\frac{1}{n}} d\zeta + u_{z,o}(r = R); \lambda R \leq r \leq R \quad (12)$$

Avec les conditions de non-glissement appliquées aux positions σR et R (figure 19), on écrit $u_{z,i}(r = \sigma R) = u_{z,o}(r = R) = 0$. On peut ensuite obtenir l'expression (13) de débit en intégrant le profil de vitesse (11) et (12) sur toute la section.

$$Q_{annulaire} = \pi \left(\frac{n}{3n+1} \right) \left(-\frac{1}{2K} \frac{dp}{dz} \right)^{\frac{1}{n}} R^{\frac{1+3n}{n}} \left[(1 - \lambda^2)^{\frac{1}{n}+1} - \sigma^{1-\frac{1}{n}} (\lambda^2 - \sigma^2)^{\frac{1}{n}+1} \right] \quad (13)$$

Quand λ et σ tendent vers 0, on retrouve l'expression du débit pour un écoulement cylindrique :

$$Q_{cylindrique} = \frac{\pi n}{3n+1} \left(-\frac{1}{2K} \frac{dp}{dz} \right)^{\frac{1}{n}} R^{\frac{1+3n}{n}} \quad (14)$$

II.1.2 Différentes approches pour l'estimation de λ

Le paramètre λ (figure 19) apparaît dans tous les calculs d'un écoulement annulaire. Mais l'expression analytique de λ existe seulement pour 3 cas : l'expression (15) pour $n = 1$, l'expression (16) pour $n = 0$, l'expression (17) pour n qui tend vers l'infini [1,105].

$$\lambda(n = 1, \sigma) = \sqrt{\frac{1}{2} \frac{\sigma^2 - 1}{\ln(\sigma)}} \quad (15)$$

$$\lambda(n = 0, \sigma) = \sqrt{\sigma} \lambda(n = 1, \sigma) = \sqrt{\frac{1}{2} \frac{\sigma^2 - 1}{\ln(\sigma)}} \quad (16)$$

$$\lim_{n \rightarrow +\infty} \lambda(n, \sigma) = \frac{1}{2} (1 + \sigma) \quad (17)$$

Pour une solution plus générale pour toutes valeurs de n , Frederickson et Bird [105] ont proposé des valeurs tabulées de λ qui ont été obtenues à partir de l'intégration numérique et de l'interpolation entre les valeurs non entières du rapport $1/n$. De nombreux auteurs comme McEachern, Pinho et Dapra [101,114,117] ont utilisé des calculs numériques pour déterminer λ . Hanks et Larsen [110] ont également utilisé une table de valeurs calculées numériquement pour λ en fonction des paramètres n et σ . Wein et al. [118] ont trouvé une équation différentielle analytique pour λ , mais le résultat est une formule récursive basée sur des valeurs approchées déterminées par la méthode des tangentes. Ilicali et Engez [92] ont proposé d'utiliser la valeur de λ du cas newtonien ($n = 1$) dans l'expression du débit de Hanks et Larsen, lorsque le rapport de rayon σ est supérieur à 0,3 (figure 19). Cependant, leurs expériences ont été réalisées sur des matériaux avec un indice de loi de puissance n allant de 0,62 à 0,97 seulement. Sur la base des équations (15) et (16), David et al. [119] ont trouvé une expression approchée (18) de λ du cas pseudo-plastique ($n < 1$) comme l'un des modèles de λ les plus récents et les plus précis.

$$\lambda_{David}(n, \sigma) = \sqrt{\sigma} + n^{0,37+0,28(1-n)^2+\frac{1}{100\sigma}} \left(\sqrt{\frac{1}{2} \frac{\sigma^2 - 1}{\ln(\sigma)}} - \sqrt{\sigma} \right) \quad (18)$$

Avec la même approche numérique, David et Filip [119–121] ont également obtenu d'autres expressions approchées pour λ du cas rhéo-épaississant ($n > 1$) et pour le débit (expression approchée différente de l'équation (13)). Toutes les expressions de λ sont soit limitées à une petite plage de valeurs (n, σ) , soit ne peuvent pas être entièrement démontrées mathématiquement. De plus, les solutions semi-analytiques construites avec des valeurs numériques sont lourdes à manipuler pour une utilisation analytique.

Au sein de notre laboratoire, la recherche d'une expression explicite et analytique de λ a commencé avant cette thèse. Durant la première année de la thèse, nous avons obtenu une expression analytique approximative avec l'aide d'un mathématicien de Nantes Université [90]. L'expression s'écrit comme l'équation (19), avec une erreur de prédiction inférieure à 4% pour $0,1 \leq \sigma < 1$ et inférieure à 0,8% pour $0,3 \leq \sigma < 1$ pour les matériaux pseudo-plastiques ($0 < n \leq 1$).

$$\lambda_{D\&N} = \sqrt{\frac{1 + \sigma^2 \sigma^{-\frac{1+n}{1+2n}}}{1 + \sigma^{-\frac{1+n}{1+2n}}}} \quad (19)$$

II.2 Equation de la chaleur

Dans cette section, on étudie l'équation de la chaleur avec le terme lié à la compressibilité du matériau, qui est souvent négligé dans de nombreuses études [1,15,93,122–124]. L'objectif est de voir si le choix de négliger la compressibilité du matériau est adéquat pour notre cas. En effet, il est possible de négliger la compressibilité dans les équations d'équilibre et de la prendre en compte dans l'équation de la chaleur. La sensibilité n'est pas la même dans les deux cas.

II.2.1 Résolution thermodynamique

Le bilan d'énergie s'écrit selon l'équation (20) [125],

$$\rho \frac{dU}{dt} = \text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}} T) + (-p \bar{I} : \dot{\bar{\epsilon}} + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}}) + \phi \quad (20)$$

avec U l'énergie interne, k la conductivité thermique, T la température, $\dot{\bar{\epsilon}}$ le tenseur des taux de déformation et ϕ d'autres sources de puissances. $\text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}} T)$ représente l'échange de chaleur par conduction. $(-p \bar{I} : \dot{\bar{\epsilon}} + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}})$ est le terme de puissance mécanique et s'écrit aussi sous la forme : $(-p \text{div}(\vec{u}) + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}})$.

Introduisons le potentiel thermodynamique : $dU(S, v) = T dS - p dv$, avec S l'entropie et le volume spécifique $v = \frac{1}{\rho}$; $dv = -\frac{1}{\rho^2} d\rho$:

$$\rho \frac{dU}{dt} = \rho T \frac{dS}{dt} - \rho p \frac{dv}{dt} = \rho T \frac{dS}{dt} + \frac{p}{\rho} \frac{d\rho}{dt} \quad (21)$$

Utilisons l'équation de la continuité (2), l'équation (21) devient :

$$\rho \frac{dU}{dt} = \rho T \frac{dS}{dt} - p \text{div}(\vec{u}) = \rho T \frac{dS}{dt} - p \bar{I} : \dot{\bar{\epsilon}} \quad (22)$$

En réinjectant l'équation (22) dans l'équation (20), on obtient le bilan d'entropie (23).

$$\rho T \frac{dS}{dt} = \rho \frac{dU}{dt} + p \bar{l} : \dot{\bar{\epsilon}} = \text{div}(\overrightarrow{k \text{ grad} T}) + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} + \phi \quad (23)$$

Par la suite, on peut décomposer la variation d'entropie dS en $[dT, dp]$ ou $[dT, dv]$. Cela nous donne une description « Température – Pression » et une description « Température – Volume » pour remplacer l'entropie dans l'équation (23) :

Description $[dT, dp]$	Description $[dT, dv]$
$dS = \left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_p dT + \left(\frac{\partial S}{\partial p}\right)_T dp$ $dS = \frac{C_p}{T} dT + \left(\frac{\partial S}{\partial p}\right)_T dp$ <p>avec C_p la capacité thermique massique isobare. Il reste à exprimer $\left(\frac{\partial S}{\partial p}\right)_T$ avec des propriétés thermo-physiques.</p> <p>Or, la dérivée seconde de l'enthalpie libre (d'après la relation de Maxwell) s'écrit :</p> $\frac{\partial^2 G}{\partial T \partial p} = -\left(\frac{\partial S}{\partial p}\right)_T = \left(\frac{\partial v}{\partial T}\right)_p$ <p>Et :</p> $\left(\frac{\partial v}{\partial T}\right)_p = \alpha v$ <p>avec α le coefficient de dilatation isobare.</p> <p>Donc</p> $dS = \frac{C_p}{T} dT - \alpha v dp$ $\rho T \frac{dS}{dt} = \rho C_p \frac{dT}{dt} - \alpha T \frac{dp}{dt}$ $= \text{div}(\overrightarrow{k \text{ grad} T}) + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} + \phi$ <p>Le terme en gras est négligé si on considère que le milieu est incompressible.</p>	$dS = \left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_v dT + \left(\frac{\partial S}{\partial v}\right)_T dv$ $dS = \frac{C_v}{T} dT + \left(\frac{\partial S}{\partial v}\right)_T dv$ <p>avec C_v la capacité thermique massique isochore. Il reste à exprimer $\left(\frac{\partial S}{\partial v}\right)_T$ avec des propriétés thermo-physiques.</p> <p>Or, la dérivée seconde de l'énergie libre (d'après la relation de Maxwell) s'écrit :</p> $\frac{\partial^2 F}{\partial T \partial v} = \left(\frac{\partial S}{\partial v}\right)_T = \left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v$ <p>Et avec la relation cyclique :</p> $-1 = \left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v \left(\frac{\partial T}{\partial v}\right)_p \left(\frac{\partial v}{\partial p}\right)_T = \left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v \frac{1}{\alpha} (-\chi)$ <p>avec χ est le coefficient de compressibilité isotherme.</p> <p>Donc</p> $dS = \frac{C_v}{T} dT + \frac{\alpha}{\chi} dv$ $\rho T \frac{dS}{dt} = \rho C_v \frac{dT}{dt} + \rho \frac{\alpha}{\chi} T \frac{dv}{dt}$ $= \text{div}(\overrightarrow{k \text{ grad} T}) + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} + \phi$ <p>Le terme en gras est négligé si on considère que le milieu est incompressible.</p>

Pour résumer, avec une dérivée par parties de l'entropie par rapport à la température et à la pression : $dS = \left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_p dT + \left(\frac{\partial S}{\partial p}\right)_T dp$, on obtient une des formes de l'équation de la chaleur (24),

$$\rho C_p \frac{dT}{dt} - \alpha T \frac{dp}{dt} = \text{div}(\overrightarrow{k \text{ grad} T}) + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} + \phi \quad (24)$$

en fonction des variables qu'on a l'habitude de mesurer en plasturgie.

Dans l'équation de la chaleur (24), on identifie :

- le terme de redistribution d'entropie interne en deux parties $\rho C_p \frac{dT}{dt} - \alpha T \frac{dp}{dt}$;
- le terme de diffusion de chaleur $\text{div}(\overrightarrow{k \text{ grad} T})$;
- le terme de puissance/dissipation mécanique $\bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}}$.

Le terme $\alpha T \frac{dp}{dt}$ dans l'équation de la chaleur (24) est lié à la compressibilité du matériau, comme évoqué dans les travaux de Toor [126–128]. Cependant, il est généralement accepté de négliger ce terme et d'utiliser l'équation de la chaleur en milieu incompressible (25) [1,15,93,122–124].

$$\rho C_p \frac{dT}{dt} = \text{div}(\overrightarrow{k \text{ grad} T}) + \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} + \phi \quad (25)$$

Nous allons vérifier si cette hypothèse est licite.

II.2.2 Etudes sur le terme lié à la compressibilité

Toor [126–128], a comparé des profils de température analytiques avec et sans le terme $\alpha T \frac{dp}{dt}$.

Pour obtenir les profils de température, des hypothèses ont été posées sur la loi de viscosité, la forme d'écoulement, les conditions limites et le régime d'écoulement en mécanique et en thermique. Dans cette section, on va étudier l'équation de la chaleur en milieu compressible avec des configurations adaptées à notre étude.

Il convient de noter que αT peut être considéré comme un nombre adimensionné (qu'on va justifier dans la section II.2.2.2). Pour avoir une idée de sa grandeur, prenons une loi de Tait [129] (équation (26)) qui modélise le diagramme PVT du Polypropylène (Arkema Appryl® 3120 MU 5),

$$\rho = \frac{1000}{[0,001263 + (1,23 \times 10^{-6})(T - 428,1)] \left[1 - 0,0894 \ln \left(1 + \frac{p_A - 100000}{(1,04 \times 10^8) e^{-(9,13 \times 10^{-3})(T - 428,1)}} \right) \right]} \quad (26)$$

avec T la température et p_A la pression absolue.

Pression p_A (MPa)	αT pour $T = 453,15 \text{ K} (= 180 \text{ °C})$
0	0,43
40	0,31
80	0,24
120	0,19
160	0,16
200	0,14

Tableau 1 : Valeurs de nombre adimensionné αT de la compressibilité pour du Polypropylène à 453,15 K (180 °C)

II.2.2.1 Ordres de grandeur en régime transitoire mécanique

Pour un écoulement axial laminaire dans un canal annulaire, le terme lié à la compressibilité s'écrit :

$$\alpha T \frac{dp}{dt} = \alpha T \left(\frac{\partial p}{\partial t} + \frac{\partial p}{\partial z} u_z(r) \right) \quad (27)$$

Au démarrage de l'écoulement, quand la vitesse est négligeable (la dissipation visqueuse aussi) et qu'il n'y a pas de source de chaleur ϕ , l'équation (24) devient :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \alpha T \frac{\partial p}{\partial t} + \text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}T}) \quad (28)$$

Lorsqu'on se positionne dans un cas où le régime peut être supposé adiabatique ($\text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}T}) = 0$ dans l'équation (28)), on peut étudier la grandeur du terme :

$$\frac{\partial p}{\partial T} = \frac{\rho C_p}{\alpha T}$$

En prenant $\rho C_p = 2,4 \text{ MPa.K}^{-1}$ et $\alpha T = 0,4$, $\partial p / \partial T = 6 \text{ MPa.K}^{-1}$. C'est-à-dire qu'avec une variation de 6 MPa (60 bars) en pression, la température sera augmentée d'un degré en régime adiabatique.

Lorsqu'on se positionne dans un cas isotherme ($\partial T / \partial t = 0$ dans l'équation (28)), observons la conduction thermique $\text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}T})$. Si la pression augmente telle que $\partial p / \partial t = 1 \text{ MPa.s}^{-1}$:

$$\alpha T \frac{\partial p}{\partial t} = 400 \text{ kW.m}^{-3}$$

avec $\alpha T = 0,4$. En prenant la conductivité k d'un plastique autour de $0,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [15], le terme $\text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}T})$ atteint $2\,000\,000 \text{ K.m}^{-2}$, soit un gradient de 2 K.mm^{-1} entre deux surfaces de 1 mm^2 .

Dans le cas où la vitesse de l'écoulement n'est pas négligeable $\alpha T \frac{dp}{dt} = \alpha T \left(\frac{\partial p}{\partial t} + \frac{\partial p}{\partial z} u_z(r) \right)$, on peut comparer la variation de pression liée au transport $\frac{\partial p}{\partial z} u_z(r)$ par rapport au terme $\partial p / \partial t$, en considérant que $\frac{\partial p}{\partial z} u_z(r)$ est le taux de variation de pression lié au déplacement d'une particule d'une zone de haute pression vers une zone de basse pression dans un canal. Si une particule traverse le canal en 1 seconde et subit une variation de pression Δp de -1 MPa (soit une variation de $1 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{-1}$) :

$$\alpha T \frac{\partial p}{\partial z} u_z(r) = \alpha T \frac{u_z(r)}{\Delta L} \Delta p = -400 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-3}$$

avec $\frac{u_z(r)}{L} = 1 \text{ s}^{-1}$, $\alpha T = 0,4$ et $\Delta p = -1 \text{ MPa}$. On continue à étudier le terme $\alpha T \frac{\partial p}{\partial z} u_z(r)$ dans la prochaine section.

II.2.2.2 En régime stationnaire mécanique – nombre adimensionné αT

En régime stationnaire, la pression ne varie plus avec le temps, l'équation (27) devient l'équation (29).

$$\alpha T \frac{dp}{dt} = \alpha T \frac{dp}{dz} u_z(r) \quad (29)$$

Pour pouvoir comparer ce terme et le terme de dissipation visqueuse, qui ne sont pas homogènes suivant la direction r , on intègre ces termes sur une section en considérant que la variation de αT est négligeable sur la section et on obtient l'équation (30).

$$\int \alpha T \frac{dp}{dz} u_z(r) 2\pi r dr = \alpha T \frac{dp}{dz} \int u_z(r) 2\pi r dr = \alpha T \frac{dp}{dz} Q \quad (30)$$

La puissance de dissipation visqueuse sur une section pour un écoulement laminaire axial dans une géométrie cylindrique ou annulaire s'écrit comme l'équation (31). La justification est présentée dans l'« Annexe I ».

$$\int \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} 2\pi r dr = - \frac{dp}{dz} Q \quad (31)$$

$\frac{dp}{dz} Q$ peut aussi être interprété comme le travail mécanique externe sur une unité de longueur.

Pour comparer $\frac{dp}{dz} Q$ et $\alpha T \frac{dp}{dz} Q$, il suffit de calculer le nombre adimensionné αT , qui représente le ratio de travail mécanique externe consommé par la compressibilité. Pour que αT atteigne 1%, avec $T = 200 \text{ °C}$ ($= 473,15 \text{ K}$), la valeur de α est de $\frac{0,01}{473,15} = 2,11 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

La grandeur du terme αT (tableau 1) montre que l'influence de la compressibilité sur le champ thermique n'est pas négligeable par rapport à la dissipation visqueuse, lorsque ces phénomènes physiques sont moyennés sur une section perpendiculaire au sens d'écoulement

dans une géométrie cylindrique ou annulaire. Cependant, l'influence du terme $\alpha T \frac{dp}{dz} u_z(r)$ doit être faible à proximité des parois, où la vitesse d'écoulement est faible, et forte au sein de l'écoulement. Cela n'est pas le cas pour la dissipation visqueuse, qui est provoquée par un taux de cisaillement plus fort à proximité des parois, où les thermocouples sont installés.

Par la suite, on se positionne dans le régime où le profil de vitesse est déjà établi. Ce choix permet de ne pas prendre en compte l'augmentation de température liée à la variation de pression au démarrage de l'écoulement. Il convient de noter qu'au démarrage de l'écoulement, l'échange par convection et l'auto-échauffement (intégrales dans le temps) sont encore faibles et négligeables.

II.3 Méthode inverse

Avec un modèle direct d'écoulement non isotherme, il est possible de calculer les champs de température et de pression à partir des propriétés thermo-rhéologiques du matériau. Cependant, il est parfois difficile d'inverser le modèle direct pour résoudre le problème inverse, c'est-à-dire pour calculer la viscosité d'un polymère en écoulement, à partir de mesures de température et/ou de pression. Dans ce cas, on peut utiliser la méthode inverse qui consiste à tester différents jeux de données de viscosité dans le modèle direct jusqu'à ce que le résultat du calcul de température et/ou de pression concorde avec les mesures expérimentales [130].

Un critère corrélé positivement à l'écart entre le résultat du calcul du modèle direct et les mesures expérimentales est appelé la fonction de coût. La minimisation de la fonction de coût conduit à la minimisation de l'écart (modèle VS expérience) et donc à la viscosité du matériau recherchée. Il convient de noter qu'une fonction de coût peut avoir plusieurs extrema et points de selle. Pour minimiser la fonction de coût de façon efficace, il existe de nombreux algorithmes itératifs : stochastiques ou déterministes, d'ordre zéro, d'ordre un ou d'ordre deux, pour une recherche locale ou globale.

Les algorithmes stochastiques génèrent des nombres aléatoires dans leurs approches. De ce fait, le même algorithme stochastique ne donnera pas le même résultat à chaque exécution. Les algorithmes déterministes n'ont pas d'aléa dans leurs démarches. Les méthodes de recherche globale utilisent souvent les algorithmes stochastiques qui permettent d'explorer et d'exploiter un grand domaine de recherche grâce à leur nature aléatoire, tandis que les algorithmes déterministes peuvent rester confinés au premier minimum local atteint et sont plutôt pour la recherche locale.

Concernant le degré d'information exploitée dans les démarches, les algorithmes d'ordre zéro utilisent seulement la valeur de la fonction de coût pour la recherche de minimum. Les algorithmes d'ordre un utilisent la valeur et le gradient de la fonction de coût. Les algorithmes d'ordre deux utilisent la valeur, le gradient et la dérivée seconde (matrice Hessienne) de la fonction de coût. En général, les algorithmes d'ordre supérieur mettent plus de temps à chaque itération pour les calculs des dérivées, mais ils effectuent de meilleurs choix de direction et de pas de recherche pour trouver un minimum en moins d'itérations. Comme le calcul et l'inversion de la matrice Hessienne sont souvent lourds, il existe des solutions pour remplacer le calcul ou l'inversion de la matrice Hessienne.

Dans la thèse, des études seront menées avec le modèle direct pour observer d'éventuels minima locaux de différentes fonctions de coût possibles du problème inverse. Les algorithmes déterministes, qui sont plus efficaces pour converger vers un minimum proche, sont priorisés.

L'algorithme du gradient conjugué [131] semble un choix adéquat et flexible. Il peut fonctionner avec une matrice Hessienne pour assimiler (une partie de) la fonction de coût à une fonction quadratique (fonction polynomiale du second degré). Il peut également fonctionner sans la matrice Hessienne mais avec une étape supplémentaire de recherche linéaire qui n'a pas besoin d'une précision stricte pour garantir la convergence [132]. Quand l'algorithme du gradient conjugué est appliqué sans la matrice Hessienne, il fait partie des algorithmes d'ordre un les plus efficaces. Une présentation détaillée de la méthode de gradient conjugué avec une matrice Hessienne approchée se trouve dans l'« Annexe II ». L'algorithme du gradient conjugué (version de Polak-Ribière [133]) couplé aux conditions fortes de Wolfe [134,135] est présenté dans la prochaine section.

II.3.1 Algorithme du gradient conjugué

Soit $Err(\vec{x}_k)$ la fonction de coût à minimiser itérativement avec \vec{x}_k le vecteur des paramètres à l'itération k et \overline{H}_k^* la matrice Hessienne approchée de $Err(\vec{x}_k)$ (voir la section « Approximation sur la dérivée seconde (matrice Hessienne) » de l'« Annexe II »). \vec{d}_k et α_k sont la direction et la longueur du pas entre les itérations k et $k + 1$. β_k est un paramètre pour déterminer la direction \vec{d}_k (voir l'« Annexe II »).

L'algorithme présenté ci-dessous est utilisé dans cette thèse.

Première direction : $\vec{d}_0 = -\vec{\nabla}Err(\vec{x}_0)$

Quand le nombre d'itérations $k < [\text{nombre d'itérations maximal}]$:

1. $k = k + 1$
2. Profondeur de pas : $\alpha_{k-1} = -\frac{[\vec{\nabla}Err(\vec{x}_{k-1})]^T(\vec{d}_{k-1})}{[\vec{d}_{k-1}]^T\overline{H}_k^*(\vec{d}_{k-1})}$
3. $\vec{x}_k = \vec{x}_{k-1} + \alpha_{k-1}\vec{d}_{k-1}$
4. Vérification de α_{k-1} avec les critères forts de Wolfe [134,135]
 - i. Diminution de α_{k-1} lorsque les critères ne sont pas vérifiés
 - ii. Arrêt de programme si le pas α_{k-1} est en dessous d'un critère
 - iii. Arrêt de programme si Err est en dessous d'un critère
5. Direction conjuguée : $\vec{d}_k = -\vec{\nabla}Err(\vec{x}_k) + \beta_k\vec{d}_{k-1}$
 - i. Beta de Polak-Ribière [133] :

$$\beta_k = \max \left\{ \frac{([\vec{\nabla}Err(\vec{x}_k)]^T [\vec{\nabla}Err(\vec{x}_k) - \vec{\nabla}Err(\vec{x}_{k-1})])}{[\vec{\nabla}Err(\vec{x}_{k-1})]^T \vec{\nabla}Err(\vec{x}_{k-1})}, 0 \right\}$$

II.4 Conclusion

Dans ce chapitre, il est montré que la solution analytique exacte (profil de vitesse et λ) d'un écoulement axial laminaire d'un fluide du type de loi de puissance dans une géométrie annulaire n'est pas connue. Bien que nous ayons obtenu une expression analytique approchée de λ pour un éventuel modèle annulaire analytique, la conception du dispositif réel risque de nous obliger à intégrer des géométries plus complexes dans le modèle. Les outils de simulation numérique seront employés avec les équations (1), (5) et (6) pour calculer l'écoulement.

L'influence de la compressibilité du polymère sur la température de l'écoulement est étudiée et s'avère non négligeable lors de la mise en pression de l'écoulement. En régime stationnaire

mécanique, cette influence, proportionnelle à la vitesse d'écoulement, est moindre à proximité des parois (y compris la paroi de l'axe central) où les thermocouples sont installés. Dans cette thèse, le problème étudié est limité au régime stationnaire mécanique. Ainsi, l'équation de la chaleur en milieu incompressible (25) est utilisée avec les modifications suivantes :

- pour les domaines solides

- $\rho C_p \frac{dT}{dt} = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t}$;
- $\bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} = 0$;
- $\phi \neq 0$ quand il y a une source de chaleur.

- pour les domaines fluides

- $\rho C_p \frac{dT}{dt} = \rho C_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \text{div}(T\vec{u}) \right)$;
- $\bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} = \frac{\eta}{2} \left(\overline{\text{grad}(\vec{u})} + \left(\overline{\text{grad}(\vec{u})} \right)^T \right) : \left(\overline{\text{grad}(\vec{u})} + \left(\overline{\text{grad}(\vec{u})} \right)^T \right)$;
- $\phi = 0$.

Concernant la méthode inverse, l'algorithme du gradient conjugué (version de Polak-Ribière) présenté dans ce chapitre est utilisé. De légères adaptations sont effectuées selon la situation.

Chapitre III. Investigations, conception et instrumentation de la TRAC

L'objectif de ce chapitre est de trouver, pour la TRAC (« Thermo-Rhéo Annular Cell »), des dimensions qui nous permettent d'avoir un auto-échauffement détectable :

- pour une grande variété de polymères ;
- avec une perte de charge en dessous ou autour de 1 MPa pour ne pas gêner une chaîne de production normale quand la TRAC est montée en ligne ;
- sur une longueur d'écoulement autour de 50 mm afin d'économiser l'encombrement pour des éventuels composants supplémentaires de connexion à l'entrée et à la sortie de la TRAC.

En parallèle, des études (communiquées dans la 36^{ème} conférence « PPS »[136]) sont réalisées pour analyser les caractéristiques de l'écoulement annulaire dans la géométrie avec les dimensions choisies. Ces caractéristiques nous permettent d'orienter les choix de solutions techniques pour la conception de la TRAC.

Ensuite, la dernière version de conception est présentée avec les plans techniques. La résistance mécanique est étudiée par des calculs analytiques. Les perturbations thermiques et rhéologiques de la structure réelle sont analysées par des simulations numériques. Des conclusions sont tirées pour l'instrumentation des capteurs et pour la construction d'un modèle direct.

A la fin de ce chapitre, une description détaillée sur l'instrumentation de la TRAC est présentée.

III.1 Etude d'un écoulement annulaire non-isotherme

Avant d'entrer dans les détails de la conception et de ces difficultés technologiques, une étude théorique est réalisée pour observer les caractéristiques de l'écoulement annulaire de différents polymères.

III.1.1 Choix de polymères pour l'étude

Quatre matériaux ont été proposés pour cette étude (tableau 2). Le HDPE (grade extrusion) est un matériau visqueux mais assez rhéo-fluidifiant avec un faible indice n de pseudo-plasticité. Le PC est aussi visqueux et quasiment Newtonien avec un indice n proche de 1. Enfin, le PP (grade injection) et le PA66 sont deux polymères peu visqueux avec respectivement un petit et un grand indice n . Leur rhéogramme est présenté dans la figure 20.

Matériau	K Pa.s ^{n}	n	k W.m ⁻¹ .K ⁻¹	C_p J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	ρ kg.m ⁻³
HDPE (visqueux)	20000	0,41	0,45	2000	940
PC (quasi-Newtonien, visqueux)	600	0,98	0,2	1250	1220
PP (fluide)	4636	0,332	0,23	2800	900
PA66 (fluide)	600	0,66	0,25	1670	1310

Tableau 2 : Matériaux étudiés [137,138]

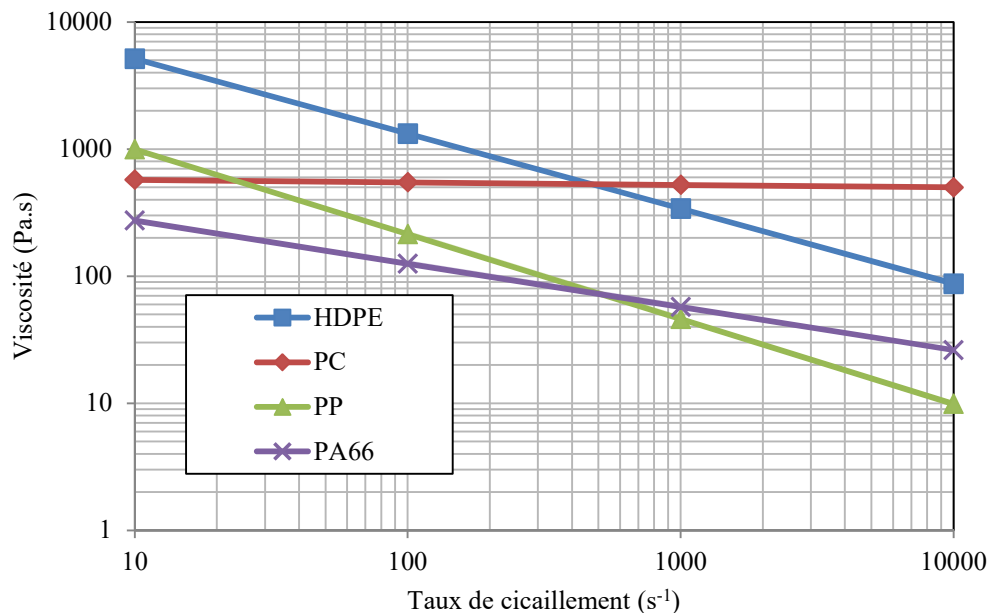


Figure 20 : Rhéogramme des matériaux étudiés

III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire

Des simulations 2D axisymétriques paramétrées sont réalisées à l'aide du logiciel « ANSYS® POLYFLOW® » pour observer la variation de l'auto-échauffement en fonction des paramètres géométriques pour les quatre polymères choisis. La longueur L est fixée à 0,05 m (figure 21). Le matériau des domaines $(\Omega_{w,1})$ et $(\Omega_{w,2})$ est de l'acier avec une conductivité thermique de $49 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, une masse volumique de 7800 kg.m^{-3} et une capacité thermique massique isobare de $444 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à température ambiante à la pression atmosphérique.

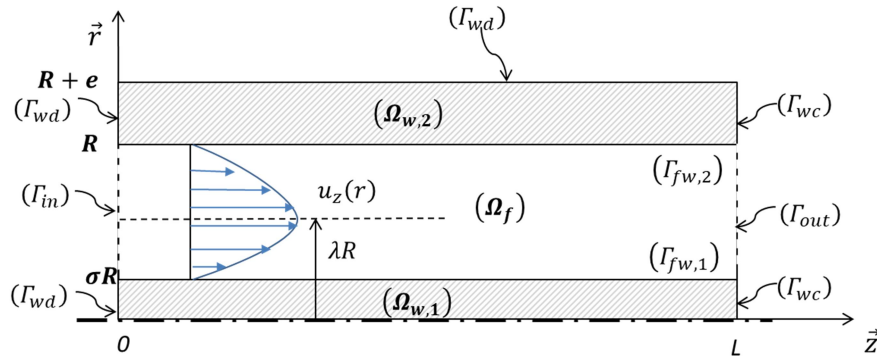


Figure 21 : Configuration utilisée dans les simulations pour le choix des dimensions

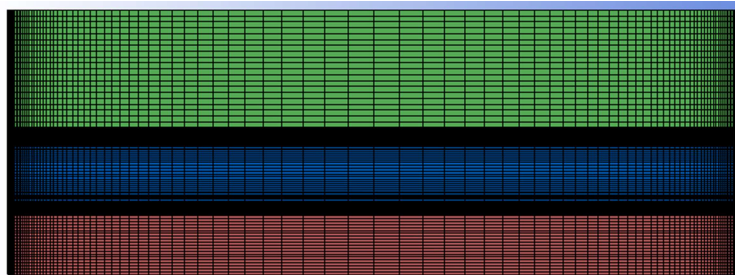


Figure 22 : Maillage utilisé dans les simulations pour le choix des dimensions

Le maillage (figure 22) est aussi paramétré en fonction de la géométrie pour garder le même nombre de nœuds par arête. Les éléments sont des quadrilatères avec une approximation linéaire. Le pas de maillage est inférieur à 2 mm. Le nombre total des éléments est de 17 000 avec 17 271 nœuds.

Les équations d'équilibre et de la chaleur pour les domaines solides et liquides sont déjà présentées dans les sections « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire » et « II.2 Equation de la chaleur ». L'itération de Picard [139] est utilisée pour résoudre les équations d'écoulement non linéaires.

Les conditions de non-glissement sont appliquées sur la surface ($\Gamma_{fw,1}$) de l'axe central et sur ($\Gamma_{fw,2}$) à l'intérieur du canal au rayon R . A l'entrée de l'écoulement (Γ_{in}), une température T_{in} est imposée. Le nombre de Péclet [$L\rho C_p \bar{u}_z/k$] est de l'ordre de quelques milliers pour un écoulement lent (débit de quelques cm^3 par seconde) dans un canal de 0,05 m de longueur. Pour un écoulement rapide en injection, le nombre de Péclet peut atteindre une centaine de milliers. La diffusion de chaleur par conduction dans la direction de l'écoulement est considérée comme négligeable devant le terme de transport. Une condition de flux thermique nul est donc imposée à la sortie de l'écoulement sur la frontière (Γ_{out}). Les conditions de Dirichlet sont appliquées sur (Γ_{wd}) comme présentées dans les équations (32) et (33).

$$\text{Pour } r \in [0, \sigma R] \cup [R, R + e] \quad T(r, z = 0) = T_{in} \quad (32)$$

$$\text{Pour } z \in [0, L] \quad T(r = R + e, z) = T_{reg} = T_{in} \quad (33)$$

La condition de convection est appliquée sur (Γ_{wc}) comme le montre l'équation (34).

$$\text{Pour } r \in [0, \sigma R] \cup [R, R + e] \quad \Phi(r, z = L) = h_{out}(T - T_{amb}); \quad (34)$$

avec $T_{amb} = 293,15$ K la température ambiante et $h_{out} = 10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ le coefficient d'échange (en convection libre). Pour les matériaux visqueux, la perte de pression est limitée à 10 bars. Et pour les matériaux fluides, une limite en débit est appliquée. Cette limitation est fixée à 60 cc.s^{-1} , correspondant à 50% du débit maximal de la presse « Milacron EE50 – 300 » utilisée. Une première simulation est réalisée avec $e = 0,008$ m, $R = 0,01$ m et $\sigma R = 0,006$ m. Le tableau 3 représente $dT_{max} = \max[T(r = \sigma R, z) - T_{in}]$ la valeur maximale de la température relative par rapport à la température d'entrée T_{in} , mesurée à la surface de l'axe central ($r = \sigma R$).

	HDPE	PC	PP	PA66
Pression (bar)	10	10	10,39	9,32
Débit (cc.s^{-1})	0,50	9,75	60	60
dT_{max} (K)	0,07	1,97	4,7	4,05

Tableau 3 : Auto-échauffement de la première simulation avec $e = 0,008$ m, $R = 0,01$ m et $\sigma R = 0,006$

m

On voit dans le tableau 3 que la géométrie utilisée dans la première simulation peut provoquer des auto-échauffements de quelques degrés Kelvin pour les matériaux PC, PP et PA66 avec une perte de pression de 10 bars environ. Concernant le HDPE, on est obligé de réduire le débit à $0,5 \text{ cc.s}^{-1}$ avec cette géométrie pour ne pas dépasser la limite de 10 bars. Or, la source de dissipation visqueuse est la puissance mécanique de la machine : pression \times débit. Lorsque le débit du HDPE est trop faible, la dissipation visqueuse est faible.

On a donc besoin d'augmenter l'entrefer (entre le rayon σR et le rayon R) pour pouvoir faire passer un débit plus important dans la TRAC, tout en restant en dessous de la limite de pression admissible. Les pertes de pression pour les matériaux fluides (PP et PA66) seront inférieures à 10 bars, si on fixe toujours un débit de 60 cc.s^{-1} pour ces matériaux. Plusieurs combinaisons des paramètres géométriques ont été testées. Le résultat est présenté dans le tableau 4.

R (m)	σ	HDPE (10 bars)	PC (10 bars)	PP (60 cc.s^{-1})	PA66 (60 cc.s^{-1})
		dT_{max} (K)			
0,01	0,6	0,07	1,97	4,70	4,05
0,011	0,6	0,12	2,32	3,71	2,87
0,01	0,5	0,39	3,53	3,86	2,92
0,01	0,4	0,98	5,66	3,45	2,37

Tableau 4 : Auto-échauffement des simulations avec différentes dimensions

Le tableau 4 montre que le fait d'augmenter le rayon supérieur R provoque un accroissement limité de l'auto-échauffement des matériaux visqueux (HDPE et PC) grâce à une augmentation de débit tout en limitant la perte de pression à 10 bars. Cependant, cela réduit fortement l'auto-échauffement des matériaux peu visqueux (PP et PA66) avec un débit fixé à 60 cc.s^{-1} , qui est déjà difficile à atteindre pour certains réglages en production. Par rapport à l'augmentation du paramètre R , la réduction du paramètre σ donne des résultats plus intéressants. De plus, on peut proposer un dispositif avec un axe central interchangeable pour l'adapter aux différents cas.

Le choix avec $R = 0,01 \text{ m}$ et $\sigma R = 0,004 \text{ m}$ semble un bon compromis pour les 4 matériaux. Plus de détails de cette simulation sont donnés dans le tableau 5. Les pertes de pression en fonction du débit pour les 4 matériaux dans cette configuration ($R = 0,01 \text{ m}$ et $\sigma R = 0,004 \text{ m}$) sont aussi présentées dans la figure 23.

	HDPE	PC	PP	PA66
Pression (bar)	10	10	5,49	3,94
Débit (cc.s^{-1})	2,68	29,12	60	60
dT_{max} (K)	0,98	5,66	3,45	2,37

Tableau 5 : Résultat de simulation avec $e = 0,008 \text{ m}$, $R = 0,01 \text{ m}$ et $\sigma R = 0,004 \text{ m}$

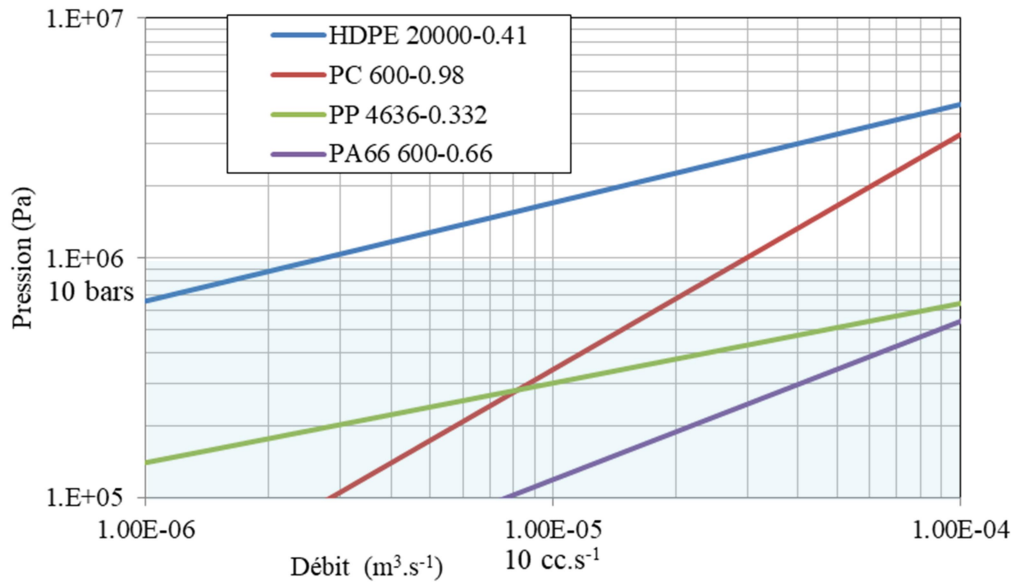


Figure 23 : Pertes de pression en fonction du débit pour les 4 matériaux avec $R = 0,01 \text{ m}$ et $\sigma R = 0,004 \text{ m}$

Le débit admissible du HDPE reste faible par rapport à ceux des autres matériaux choisis pour l'étude. Il est difficile de trouver une géométrie optimale pour ces quatre matériaux. Cette dernière géométrie est utilisée pour la suite de la thèse.

III.1.3 Robustesse des mesures à l'axe central

On envisage d'implanter des thermocouples sur l'axe central pour mesurer la température au sein de l'écoulement. Des calculs analytiques montrent que la dissipation visqueuse est plus importante sur la surface de l'axe central. D'autre part, autour de l'axe central, l'écoulement du polymère avec un grand nombre de Graetz $[\rho C_p \bar{u}_z (R - \sigma R)^2 / (kL)]$ peut rendre ces mesures insensibles aux perturbations thermiques à $[R \leq r \leq R + e]$.

Dans cette section, on reprend les configurations de simulation de la section « III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire » avec les dimensions choisies ($R = 0,01 \text{ m}$ et $\sigma R = 0,004 \text{ m}$) comme référence. Trois modifications sur les conditions de simulation (du canal extérieur) sont respectivement appliquées pour trois autres simulations :

- « Épaisseur » : l'épaisseur e passe de $0,008 \text{ m}$ à $0,032 \text{ m}$, soit 4 fois plus grande.
- « Régulation » : la température de régulation est réduite de $\Delta T = 30 \text{ K}$. La condition limite (33) devient (35).

$$\text{Pour } z \in [0, L] \quad T(r = R + e, z) = T_{reg}^* = T_{in} - \Delta T \quad (35)$$

Pour assurer une continuité du champ de température en entrée du modèle, les conditions (36) et (37) sont appliquées en paroi.

$$\text{Pour } r \in [0, \sigma R] \quad T(r, z = 0) = T_{in} \quad (36)$$

$$\text{Pour } r \in [R, R + e] \quad T(r, z = 0) = T_{in} - \Delta T(r - R)/e \quad (37)$$

- « Convection » : le coefficient d'échange du canal à la sortie de l'écoulement est 10 fois plus grand. Celui de l'axe central reste le même. La condition limite (34) devient (38) et (39).

$$\text{Pour } r \in [R, R + e] \quad \Phi(r, z = L) = 10h_{out}(T - T_{amb}) \quad (38)$$

$$\text{Pour } r \in [0, \sigma R] \quad \Phi(r, z = L) = h_{out}(T - T_{amb}) \quad (39)$$

Les champs de température relative $[dT = T - T_{in}]$ en régime permanent de ces quatre simulations (dont une de référence) pour du PP sont montrés dans la figure 24.

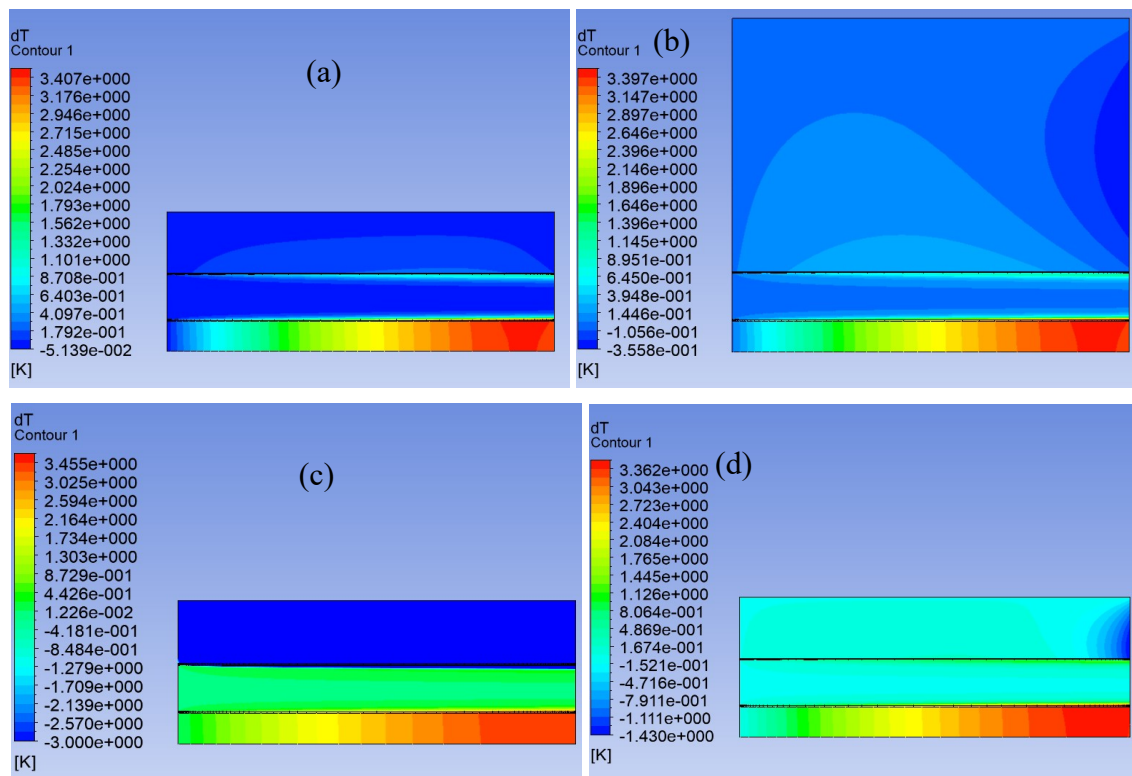


Figure 24 : Comparaison de champ de température relative des 4 cas : (a) référence, (b) épaisseur passe de 8 mm à 32mm, (c) température de régulation -30 K et (d) coefficient d'échange à la sortie du canal passe de 10 $W.m^{-2}.K^{-1}$ à 100 $W.m^{-2}.K^{-1}$

On voit que ces modifications de conditions de simulations ont beaucoup d'influence sur le champ de température global. Il convient de noter que l'échelle de couleur dans la figure 24c a une valeur limite inférieure de -3 K. La température de régulation à -30 K est bien en dessous de cette valeur limite inférieure. On a choisi cette échelle pour mieux montrer le gradient de température dans l'axe central et la température de l'écoulement.

Observons les profils de température relative $[dT = T - T_{in}]$ mesurés à $r = \sigma R$ dans la figure 25, où le profil de référence est nommé « Référence », le cas avec une épaisseur 4 fois plus grande est nommé « Epaisseur », le cas avec une température de régulation réduite de 30 K est nommé « Régulation » et le cas avec un coefficient d'échange 10 fois plus grand à la sortie du canal est nommé « Convection ».

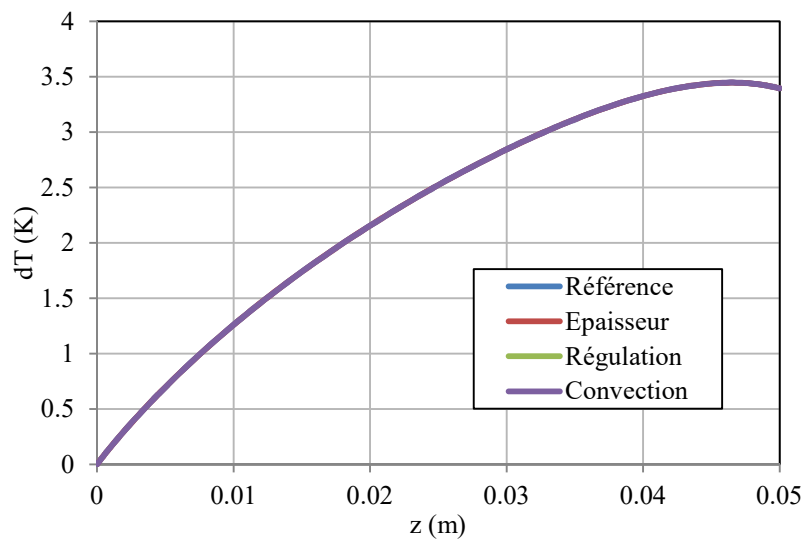


Figure 25 : Comparaison de profils de température relative mesurés à l'axe central (référence, épaisseur paroi fois 4, température de régulation moins 30 K, coefficient d'échange en convection libre à la sortie du canal fois 10) pour du PP

Ces quatre profils dans la figure 25 peuvent être considérés identiques devant les erreurs de mesure des thermocouples. Les mêmes types de simulation et de comparaison (figure 26) sont réalisés sur du HDPE, dont l'écoulement a le nombre de Graetz le plus faible ($[\rho C_p \bar{u}_z (R - \sigma R)^2 / (kL)] \approx 30,5$) avec notre condition d'utilisation de la TRAC.

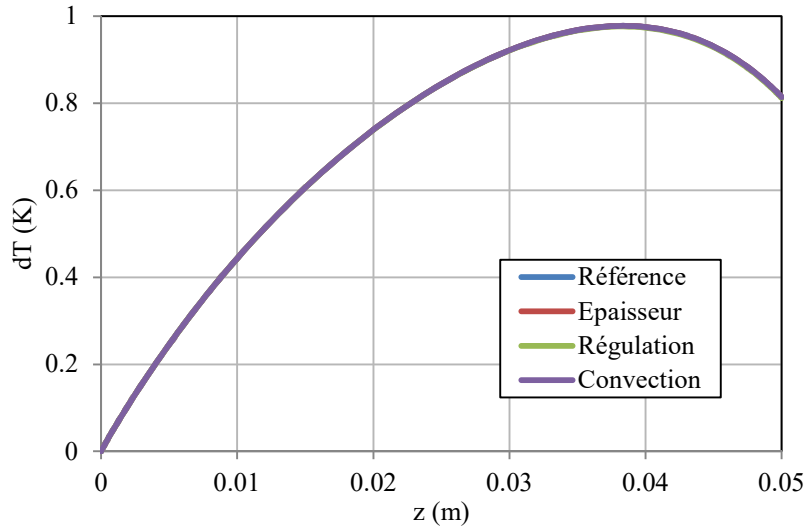


Figure 26 : Comparaison de profils de température relative mesurés à l'axe central (référence, épaisseur paroi fois 4, température de régulation moins 30 K, coefficient d'échange en convection libre à la sortie du canal fois 10) pour du HDPE

On confirme que les mesures sur l'axe central sont insensibles aux modifications des conditions ou de l'environnement, qui n'agissent pas directement sur l'axe central ou sur la température du fluide entrant dans la TRAC.

III.1.4 Simulations numériques en régime transitoire

III.1.4.1 Injection cyclique

Sur une presse à injecter, l'écoulement subit des mouvements cycliques. Le régime stationnaire thermique est difficile à atteindre sur ce type de chaîne de production. Des simulations numériques en régime transitoire sont réalisées dans cette section. Les conditions limites de simulation sont identiques à celles de la section « III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire » avec les dimensions choisies ($R = 0,01$ m et $\sigma R = 0,004$ m) et avec les matériaux du tableau 2. Un champ de température en régime stationnaire (sous les conditions limites) avec le fluide au repos est choisi comme l'état initial. La méthode de Crank-Nicolson [140] est utilisée pour résoudre le problème thermique en régime transitoire.

A cause de problème de convergence et le temps de calcul long, le problème est découpé en une simulation thermo-rhéologique et une simulation thermique pour chaque cycle :

1. Simulation thermo-rhéologique avec un échelon de pression pendant un intervalle de temps selon le débit d'injection de chaque matériau pour ne pas dépasser un volume total de 120 centimètres cubes en injection (La vitesse d'injection est choisie pour ne pas dépasser une perte de pression de 200 bar.m^{-1} dans la partie annulaire de 0,05 m de longueur.) ;
2. Simulation thermique avec le matériau à l'arrêt pendant un intervalle de temps (minimum 6 secondes) ;
3. Les phases de compactage ne sont pas prises en compte dans cette étude.

Prenons l'exemple du PP avec une température fixée à $180 \text{ }^\circ\text{C}$ ($= 453,15 \text{ K}$) à l'entrée du système. Le temps d'injection est de 2 secondes avec un débit de 60 cc.s^{-1} . L'intervalle de temps entre deux injections est fixé à 13 secondes. Les profils de température calculés à $r = \sigma R$ sont présentés dans la figure 27 à l'état initial ($t = 0 \text{ s}$), après la première injection ($t = 2 \text{ s}$) et après la 7^{ème} injection ($t = 92 \text{ s}$).

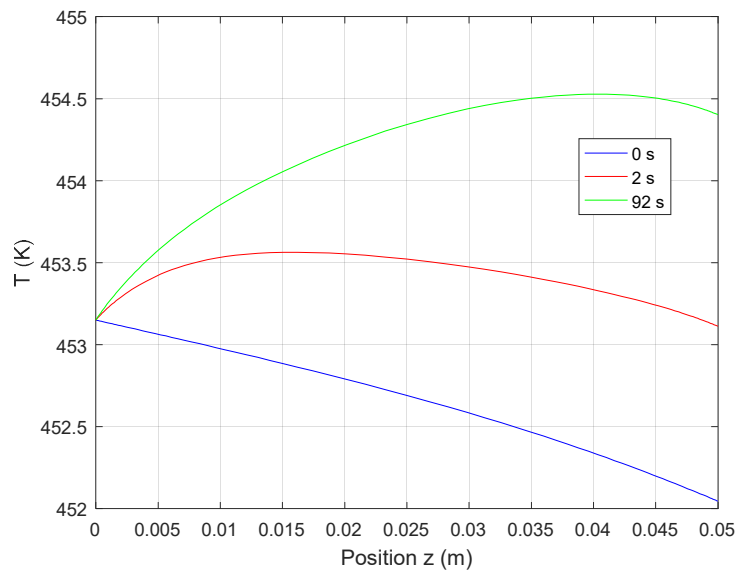


Figure 27 : Température en fonction de la position z mesurée à $r = \sigma R$ pour du PP avec un cycle de $2 \text{ s} - 13 \text{ s}$

A l'état initial ($t \leq 0 \text{ s}$), le système est en régime stationnaire avec le fluide au repos. La température décroît de l'entrée vers la sortie de l'écoulement car une condition limite de convection (34) est imposée sur les parois métalliques à la sortie du modèle. A l'instant $t = 92 \text{ s}$, le profil tend vers l'auto-échauffement maximal que l'on peut avoir dans la géométrie

annulaire avec ces conditions d'injection cyclique. Comme on peut voir dans la figure 28a (courbes continues), qui représente $[dT = T - T_{in}]$ la température relative par rapport à la température d'entrée en fonction du temps à plusieurs positions z ($r = \sigma R$), l'augmentation de la température de la 7^{ème} injection par rapport à la 6^{ème} n'est pas significative.

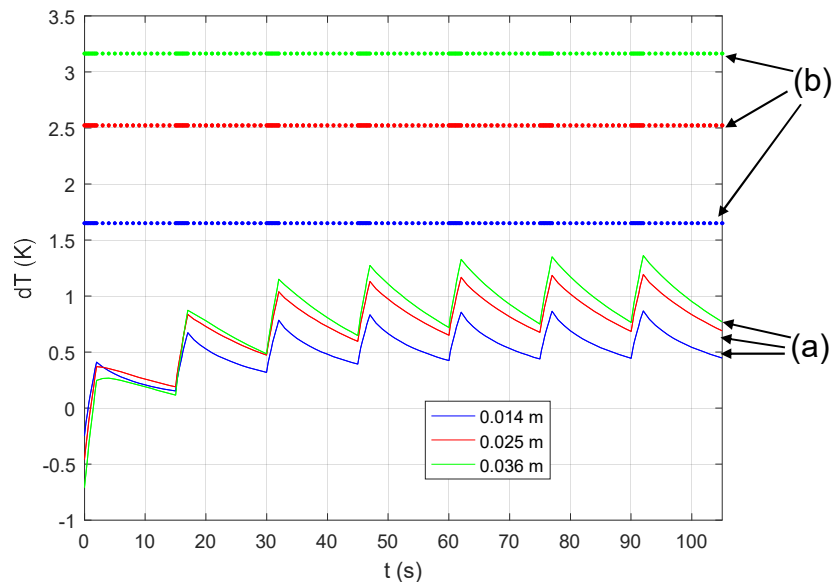


Figure 28 : (a) Variation de la température relative en fonction du temps avec un cycle de 2 s – 13 s
 (b) Valeurs maximales d'auto-échauffement en régime stationnaire avec un débit continu pour 3 positions de z à 0,010 m, à 0,0217 m avec le matériau PP

La figure 28b (courbes discontinues) montre les valeurs maximales d'auto-échauffement que l'on peut atteindre en régime stationnaire thermique si l'écoulement est continu. On voit que ces températures sont difficiles à atteindre avec les conditions d'injection cyclique utilisées pour du PP.

Ces simulations peuvent nous renseigner dans un premier temps sur ce qui arrive lorsque la géométrie annulaire est utilisé comme outil de surveillance pour mesurer plusieurs cycles d'injection. Dans un second temps, pour pouvoir réaliser une identification de la viscosité par analyse inverse à partir des mesures sur une presse d'injection, il faut disposer d'un modèle direct. Le modèle peut être construit pour étudier un seul cycle d'injection, avec le champ de température initial mesuré par les thermocouples installés sur l'axe central et dans la paroi du canal. Cette première proposition nous oblige à travailler avec des variations de température relativement faibles, qui peuvent influencer la précision de l'analyse inverse. La deuxième proposition est de construire un modèle qui simule plusieurs cycles d'injection. Cependant, il est difficile de prendre en compte tous les éventuels phénomènes pendant les phases de

compactage, de refroidissement et de dosage dans la modélisation. La première proposition est retenue pour sa simplicité.

III.1.4.2 Remarques en régime transitoire et mise en garde concernant la conception

Comme le volume maximal d'une seule injection est limité par la machine, est-il possible de diminuer le débit pour augmenter la durée d'injection pour chaque cycle afin de trouver un temps d'injection optimal et d'obtenir une variation de température plus importante ? L'énergie mécanique d'une injection est la pression multipliée par le volume injecté. Cette énergie mécanique est aussi la source de la dissipation visqueuse. Laissant de côté la perte de chaleur du système par l'échange avec l'environnement, le fait de diminuer le débit en augmentant le temps d'injection ne modifie pas le volume mais réduit la pression. On a moins d'auto-échauffement par cycle si le débit est réduit.

Des simulations numériques similaires à celles de la section « III.1.3 Robustesse des mesures à l'axe central » sont réalisées pour étudier la condition limite (34) en régime transitoire. Car dans la réalité, il peut y avoir des pertes de chaleur vers la sortie de la TRAC par l'axe central (au travers d'un système de maintien en position). Pour étudier cette influence en injection (régime transitoire), on impose comme condition limite à la sortie du modèle (40) et on compare le résultat de simulation avec celui de flux thermique nul à la sortie.

$$\text{Pour } r \in [0, \sigma R] \cup [R, R + e] \quad \Phi(r, z = L) = h_{out}(T - T_{reg}); \quad (40)$$

avec $h_{out} = 500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. La condition de convection (40) est basée sur l'écart de la température par rapport à la température de régulation T_{reg} (au lieu de la température ambiante T_{amb} dans la condition (34)). Cela nous permet de commencer la simulation transitoire avec un champ de température initial homogène et en équilibre $[T(t = 0) = T_{reg}]$. Le matériau étudié est du HDPE. C'est celui dont l'écoulement correspond au nombre de Graetz le plus faible dans les conditions d'utilisation de la TRAC (limitation en pression maximale).

Dans la figure 29, les profils de température relative $[dT = T - T_{in}]$ sur l'axe central obtenus avec la condition de flux thermique nul sont nommés « Ref » pour référence. Celles obtenues avec la condition (40) sont nommées « Convection ». Les résultats sont présentés aux instants $t = 10 \text{ s}$, 20 s et 45 s .

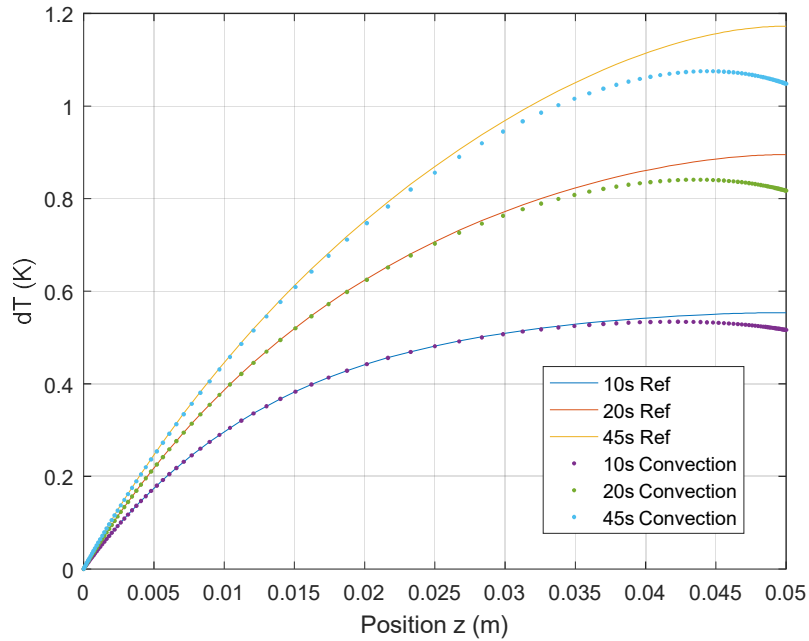


Figure 29 : Variation de la température relative en fonction de la position z mesurée à $r = \sigma R$ et à $t = 10$ s, 20 s et 45 s pour du HDPE avec une condition de flux thermique nul (Ref) et une condition de convection (Convection)

On constate que les conditions limites à la sortie n'influencent qu'une zone proche de la sortie de l'écoulement. Les débuts des courbes « Ref » et « Convection » sont identiques. Pour limiter la perturbation du flux de chaleur passant par le système de maintien de l'axe central, il est préférable de mettre ce système en aval de la zone de mesure. Lorsque la température augmente avec le temps pendant l'injection, l'influence des conditions aux limites devient plus importante. C'est à dire qu'il suffit d'étudier l'influence de ces conditions aux limites en régime stationnaire pour nous positionner dans le pire des cas.

Il convient de noter que plus la conductivité de l'axe central est faible, plus la zone perturbée en aval est petite, plus la zone d'exploitation en amont est grande. Cependant, une conductivité thermique de l'axe central trop faible augmente le temps de réaction des mesures thermiques sur l'axe central vis à vis des variations de température dans l'écoulement. La figure 30 montre qu'en régime transitoire, la température augmente d'abord dans l'écoulement à cause de la dissipation visqueuse. Une quantité de chaleur se propage vers l'axe central par convection. En régime stationnaire, l'axe central atteint une température plus élevée que celle de l'écoulement, quand un équilibre est créé entre la dissipation visqueuse (qui produit de la chaleur dans l'écoulement) et la convection (qui évacue la chaleur de l'axe central).

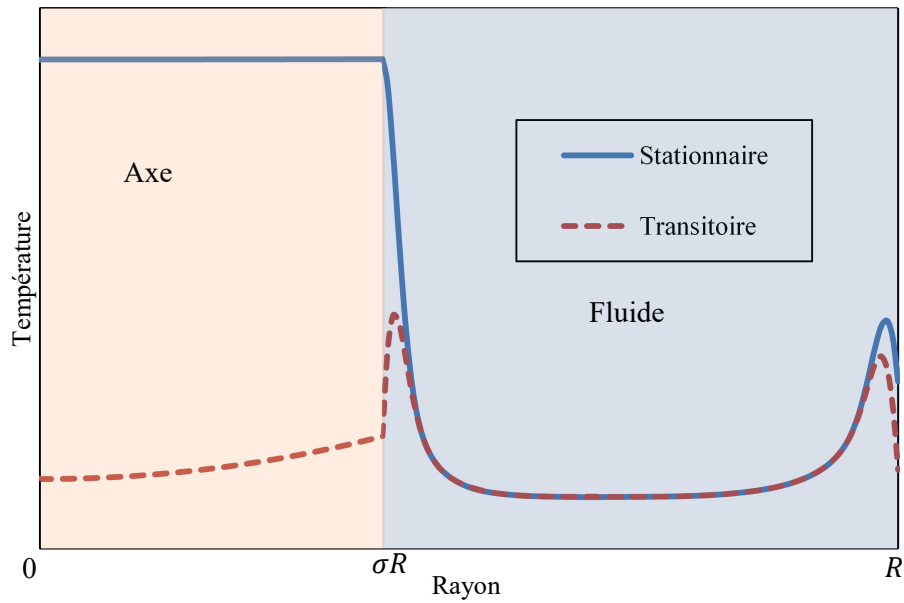


Figure 30 : Température en fonction du rayon en régimes transitoire et stationnaire

En effet, les thermocouples installés sur l'axe central mesurent la température de ce dernier, dont la variation provient de la convection de l'écoulement de polymère, dans lequel une quantité de chaleur est produite par la dissipation visqueuse. Pour une période courte d'injection, il est important d'avoir un axe central avec une constante de temps thermique relativement faible.

III.2 Conception de la TRAC

Un plan de la conception est montré dans la figure 31 avec une nomenclature. Les plans individuels des composants sont présentés dans l'« Annexe III ». Par la suite, les pièces dans le texte prendront la numérotation de la figure 31.

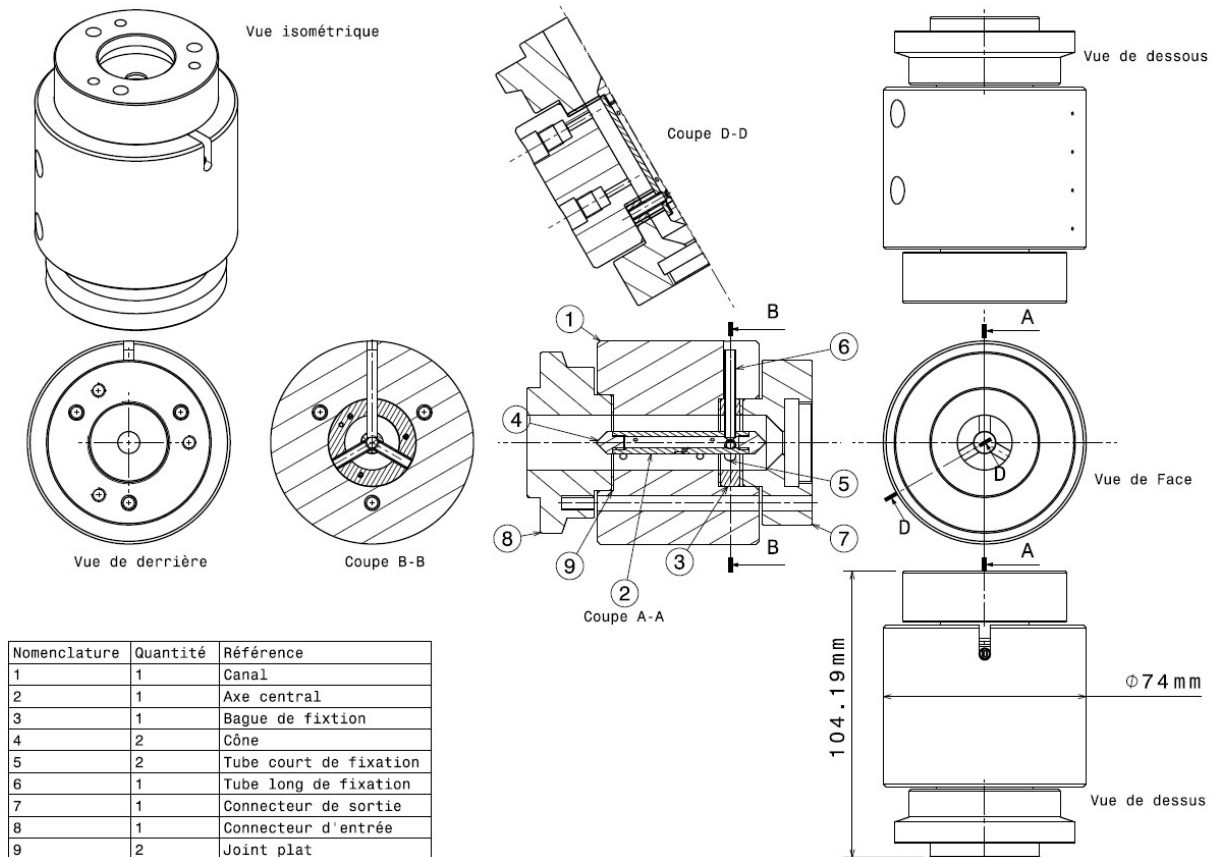


Figure 31 : Plan de conception de la TRAC

La figure 31 montre que la géométrie coaxiale est composée d'un canal (pièce 1) et un axe central (pièce 2 avec deux extrémités coniques 4). 2 capteurs de pression (KISTLER Type 6159A) peuvent être installés dans le canal (pièce 1), comme montré dans la vue « coupe D-D ». L'axe central est maintenu par des tubes de fixation (pièces 5 et 6) et une bague (pièce 3). Les capteurs implantés sur l'axe central permettent le passage des câbles vers l'extérieur de la TRAC en passant par l'espace intérieur des pièces creuses (pièces 2 et 6).

Bien que la dimension du système soit calculée pour assurer le bon fonctionnement de la TRAC avec une grande variété des polymères, le groupe des pièces 2, 3, 4, 5 et 6 sont remplaçables pour moduler le rayon de l'axe central afin d'obtenir une dissipation visqueuse et une perte de charge plus optimales en fonction des polymères. Il est aussi possible d'ajouter un élément chauffant dans le perçage de l'axe central (pièce 2) pour accroître les possibilités d'exploitation de la TRAC (par exemple, pour étudier la convection entre l'écoulement et l'axe central).

Les connecteurs (pièces 7 et 8) sont aussi remplaçables pour adapter et connecter la TRAC à la plupart des chaînes de mise en œuvre. Pour l'assemblage de la TRAC, nous insérons le groupe des pièces 2, 3, 4, 5 et 6 instrumenté des thermocouples, dans le canal (pièce 1) instrumenté de 2 capteurs de pression. Ensuite, les connecteurs (pièces 7 et 8) peuvent être montés de chaque côté (entrée et sortie). Trois vis M5 appliqueront une pression de serrage entre les connecteurs (pièces 7 et 8). Des taraudages débouchant sont prévus pour faciliter le démontage du système.

Pendant l'utilisation, la température de la TRAC sera régulée par un système extérieur (colliers chauffants autour de la pièce 1 et de la pièce 7, avec des thermocouples pour piloter et vérifier la régulation thermique). Le polymère entre par la pièce 8 et l'écoulement devient annulaire. Les thermocouples sur la pièce 2 et les capteurs de pression dans la pièce 1 prélèvent les mesures. Enfin, le fluide subit une perturbation par la présence des tubes de fixation (pièces 5 et 6) et sort par la pièce 7 qui sera connectée à une buse.

III.2.1 Résistance mécanique

Le maintien en position entre les connecteurs (pièces 7 et 8) est effectué par 3 vis M5. Il est facile d'augmenter le nombre de vis ou de faire varier le diamètre de vis pour assurer sa résistance. Par contre, le maintien en position de l'axe central par des tubes (pièces 5 et 6) est plus délicat, car le nombre et le diamètre extérieur de tube perturbent la cinématique de l'écoulement. Cette perturbation doit être minimisée tout en gardant la résistance du système.

Commençons par calculer l'effort exercé sur l'axe central, on rappelle que pour un écoulement axial laminaire dans une géométrie annulaire, la contrainte de cisaillement (équation (8)) s'écrit :

$$\tau = -\frac{1}{2} \frac{dp}{dz} \left(\frac{\lambda^2 R^2}{r} - r \right)$$

Pour se positionner dans le cas le plus contraignant où cette contrainte est maximale au niveau de l'axe central ($r = \sigma R$) pour une géométrie et une pression fixes, λ doit prendre sa valeur maximale, c'est-à-dire dans le cas d'un fluide Newtonien ($n = 1$) avec une expression analytique (expression (15)) :

$$\lambda_{Newt} = \sqrt{\frac{1 - \sigma^2}{2 \ln(\sigma)}}$$

Or on a choisi $\sigma = 0,4$ et $R = 10$ mm, on a $\lambda_{Newt} = 0,677$.

Avec une perte de charge maximale de 10 bars sur une longueur de 10 mm ($\frac{dp}{dz} = \frac{\Delta p}{L} = \frac{10 \text{ bars}}{50 \text{ mm}}$), on sait que la force créée par le cisaillement de l'écoulement sur la surface latéral de l'axe central vaut : $F_{cis} = \tau_{Newt} \times 2\pi\sigma RL = 93,74 \text{ N}$, avec τ_{Newt} la contrainte de cisaillement du cas Newtonnien mentionné ci-dessus.

Une pression de 10 bars ($\Delta p = 10 \text{ bars}$) sur la surface d'un cercle d'un rayon σR donne une force : $F_{press} = \Delta p \times \pi\sigma^2 R^2 = 50,27 \text{ N}$.

La force totale exercée sur l'axe central peut être considérée comme la somme ($F_{cis} + F_{press}$), si on simplifie la géométrie de l'axe central et la considérée comme un cylindre d'un rayon σR et d'une longueur de L . En réalité, on a une forme conique à chaque extrémité de l'axe central, cela donne une contrainte de cisaillement en plus de la pression axiale à ces extrémités. Cependant, ce calcul de contrainte de cisaillement sur la surface conique est complexe, car il demande plus d'hypothèses sur le contact à la paroi quand l'écoulement passe de la surface conique à la surface cylindrique ou à l'extrémité de la forme conique. Le contact de l'écoulement sur les tubes (pièces 5 et 6) de fixation est le même type de problème. Selon des simulations numériques réalisées, à l'aide du logiciel « ANSYS® POLYFLOW® », avec les dimensions choisies et la perte de charge ($\frac{dp}{dz} = \frac{\Delta p}{L} = \frac{10 \text{ bars}}{50 \text{ mm}}$ dans la partie annulaire), l'effort dû au cisaillement sur la forme conique à l'entrée de l'écoulement vaut 3,1 N pour un fluide Newtonien. Avec une configuration composée de trois tubes de fixation (pièces 5 et 6) comme système de maintien de l'axe central, l'effort dû au cisaillement vaut 3,9 N sur chaque tube, qui a un rayon extérieur $R_t = 2 \text{ mm}$, dans un écoulement Newtonien. L'effort dû à la différence de pression exercée sur la surface des tubes (pièces 5 et 6) de fixation peut être estimé analytiquement. Reprenons des tubes qui ont un rayon extérieur $R_t = 2 \text{ mm}$ comme exemple, cet effort est en dessous de 1 N pour chaque tube. Ces efforts sont négligeables comparés à la valeur de $F_{cis} + F_{press}$, comme présentés dans la figure 32.

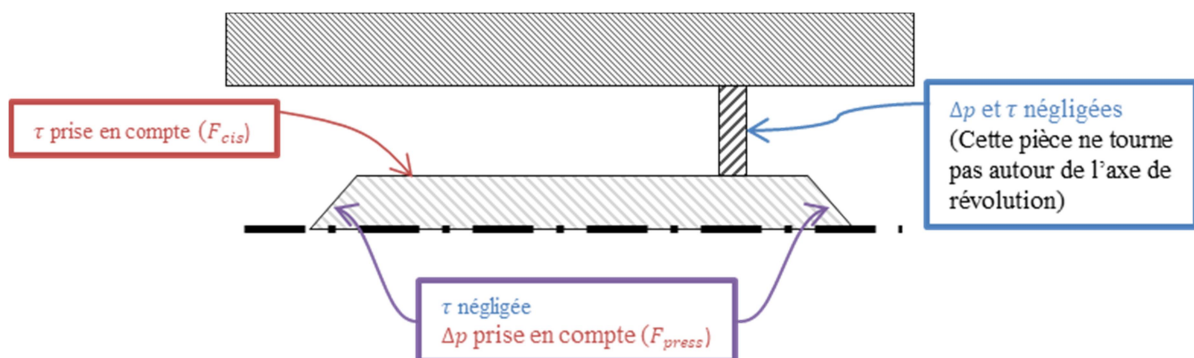


Figure 32 : Bilan des efforts sur l'axe central

On peut donc modéliser la sollicitation d'un tube de fixation par un problème de flexion avec un effort qui vaut $(F_{cis} + F_{press})/N_t$ à l'extrémité du tube et avec N_t le nombre de tube de fixation (figure 33).

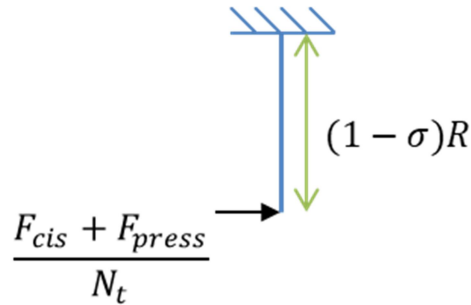


Figure 33 : Sollicitation simple d'un tube de fixation

Dans cette étude de flexion, la longueur effective du tube est fixée à $(1 - \sigma)R$ qui est la largeur de l'entrefer de la géométrie annulaire (espace entre le rayon R et le rayon σR). Les expressions de σ_t la contrainte en flexion et τ_t la contrainte de cisaillement s'écrivent comme :

$$\sigma_t = \frac{F_{cis} + F_{press}}{N_t} (1 - \sigma)R \frac{4R_t}{\pi(R_t^4 - r_t^4)} \quad (41)$$

$$\tau_t = \frac{F_{cis} + F_{press}}{N_t} \frac{1}{\pi(R_t^2 - r_t^2)} \quad (42)$$

avec R_t le rayon extérieur et r_t le rayon intérieur du tube de fixation. En prenant $R_t = 2$ mm, $r_t = 1,5$ mm et un nombre $N_t = 3$, σ_t vaut 67,06 MPa et τ_t vaut 8,73 MPa. On peut trouver facilement des matériaux qui résistent à ces contraintes comme de la céramique [141] ou de l'inox [142].

Un dispositif monté sur une presse à injecter subit des efforts périodiques. On cherche à tracer un diagramme d'Haigh [143] pour une sollicitation cyclique en flexion de 0 à 67,06 MPa et la compare aux limites en fatigue selon les critères de Soderberg, de Goodman, de VDI et de Gerber. Comme le diagramme d'Haigh représente une sollicitation avec σ_m la contrainte moyenne en abscisse et σ_a l'amplitude de contrainte en l'ordonnée, prenons $\sigma_a = \sigma_m = 67,06/2 = 33,53$ MPa pour modéliser notre cas.

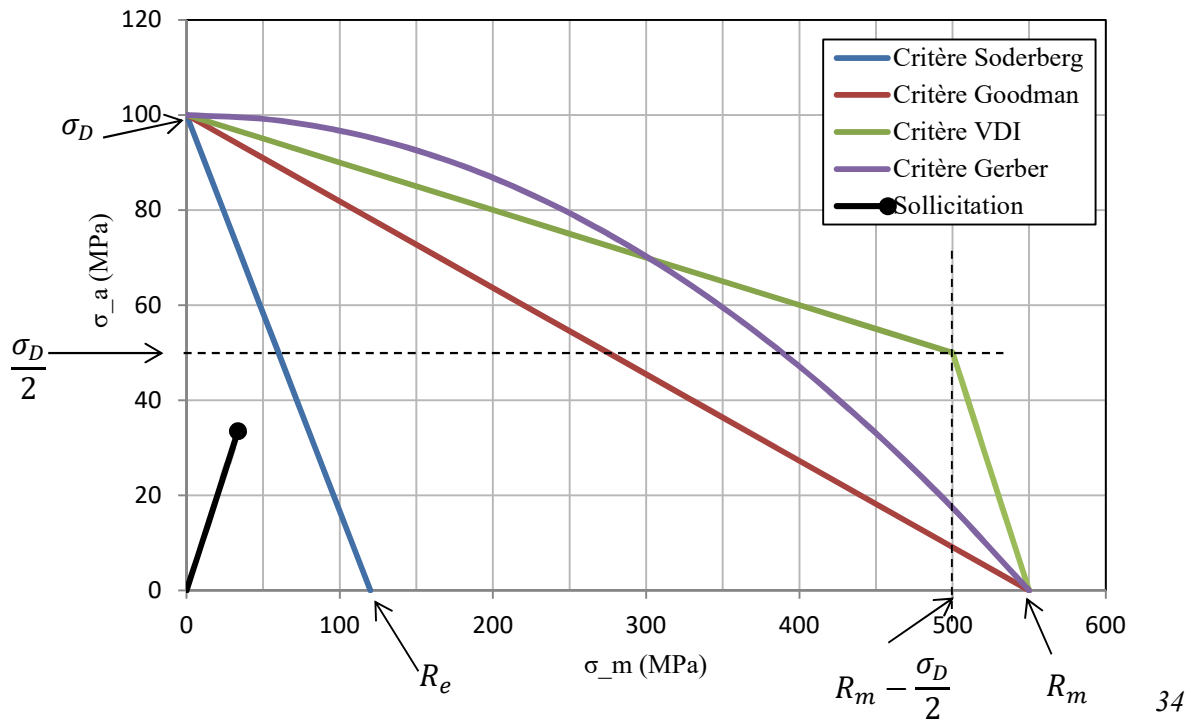


Figure 34 : Diagramme d'Haigh pour des tubes de fixation en inox

Ensuite, on doit choisir un matériau pour tracer les contours de limite en fatigue selon de différents critères. Prenons un inox austénitique avec une limite de rupture $R_m = 550$ MPa et une limite élastique $R_e = 120$ MPa à 200°C - 300°C , selon Huang et al. [144] (Les tests ont été réalisés sur des éprouvettes en inox avec une soudure. Cependant, la plupart des ruptures ont eu lieu hors des soudures.). σ_D est la limite d'endurance pour le cas d'un essai purement alterné (avec la contrainte moyenne $\sigma_m = 0$) à 300°C est supérieure à 100 MPa. Ce résultat semble cohérent avec ceux des autres auteurs [145–147]. On prend $\sigma_D = 100$ MPa. Le diagramme est tracé dans la figure 34.

On voit dans la figure 34 que la sollicitation ne dépasse aucune limite en fatigue selon le critère de Soderberg, de Goodman, de VDI et de Gerber. On peut valider le matériau inox en fatigue. Le critère le plus strict est celui de Soderberg. Selon le contour triangulaire du critère de Soderberg, la relation (43) doit être respectée pour rester en dessous de cette limite en fatigue.

$$\sigma_D > \sigma_a + \sigma_m \frac{\sigma_a}{R_e - \sigma_m} \quad (43)$$

Or on a $\sigma_a = \sigma_m = 67,06/2 = 33,53$ MPa en sollicitation, on peut utiliser la relation (43) du critère de Soderberg, pour trier les matériaux pour lesquels $R_e < R_m$ sans avoir besoin de retracer le diagramme d'Haigh.

Selon les calculs effectués dans cette section, on a un coefficient sécurité proche de 1,6 - 1,8 en fatigue (critère de Soderberg) et en flexion pour des tubes de fixation en l'inox. Afin d'obtenir une marge plus grande en résistance du système, il est possible de maintenir l'axe central par une seule pièce avec une géométrie complexe. Mais l'usinage de cette pièce est coûteux et nécessite des technologies de production non-conventionnelles. Pour faciliter l'usinage de ce premier prototype, la solution avec des tubes de fixation est retenue avec un compromis sur la résistance du système. En réalité, les tubes de fixation sont soudés à l'axe central (pièce 2) et à la bague de fixation (pièce 3). Dans cette configuration de double encastrement avec des sections augmentées grâce aux soudages, la flexion est moins importante comparée aux résultats de calcul analytique ci-dessus basés sur les conditions de la figure 33.

III.2.2 Simulation numérique 3D en tenant compte de la structure réelle

En prenant en compte les trois tubes de fixation, la TRAC n'est pas axisymétrique. Pour étudier l'influence des trois tubes de fixation sur l'écoulement, une simulation 3D en régime stationnaire est réalisée avec le logiciel « ANSYS® POLYFLOW® ». Les dimensions sont les mêmes que celles de la géométrie réel. Comme montré dans la figure 35 où le domaine du fluide est transparent, 1/3 de la structure est simulé. Pour décrire le système plus facilement, définissons un repère en considérant que le plan rz est un plan de symétrie. L'axe z part de l'entrée vers la sortie du modèle. Le centre du repère est sur l'axe de révolution de l'axe central, à l'interface de la forme conique et de la forme cylindrique, vers l'entrée du modèle.

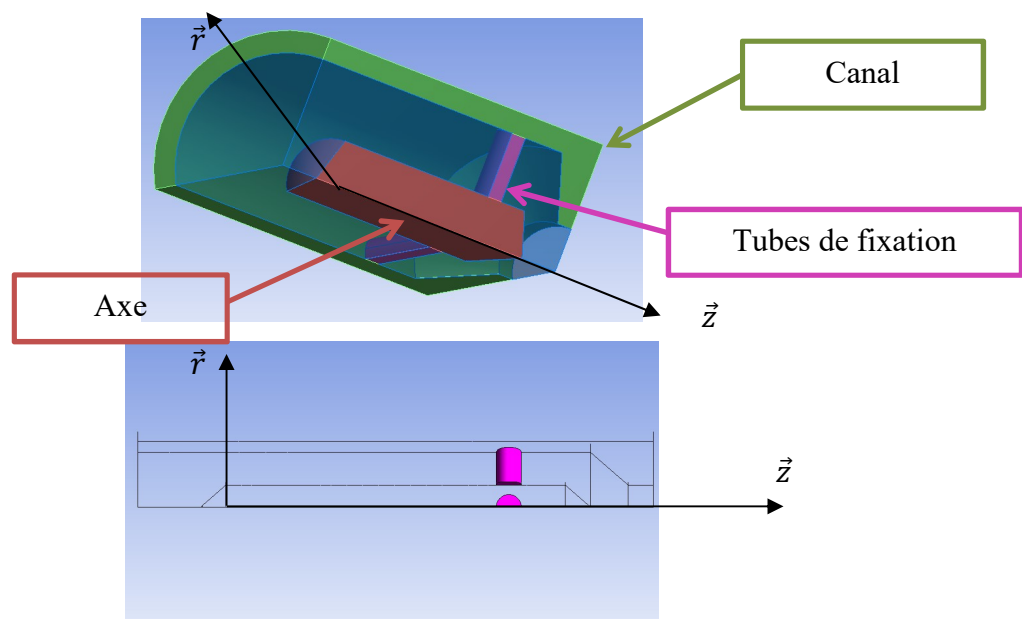


Figure 35 : Structure 3D simulée

Le matériau utilisé dans les domaines solides est de l'inox austénitique avec une conductivité de $15 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$. Les conditions aux limites imposées à l'entrée de l'écoulement et aux surfaces du « canal » (figure 35) sont identiques à celles des simulations 2D réalisées dans la section « III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire ». L'axe central et les tubes de fixation, qui sont creux dans la figure 31, sont considérés pleins ici pour maximiser l'échange de chaleur passant par les tubes de fixation avec l'extérieur du système, afin de nous positionner dans le pire des cas. Nous rappelons que la variation de la température sur l'axe central en interaction avec l'écoulement doit fournir l'information pour caractériser le fluide. Le fait de remplir les parties creuses par de l'inox avec une conductivité thermique plus élevée réduira la sensibilité des signaux thermiques, mesurés sur l'axe central, aux variations des propriétés de l'écoulement.

Deux situations ont été comparées (avec et sans les tubes de fixation). Les maillages sont présentés dans la figure 36. Le modèle sans les tubes de fixation (figure 36a) contient 33 477 nœuds et 128 525 éléments. Celui avec les tubes de fixation (figure 36b) contient 38 719 nœuds et 201 468 éléments.

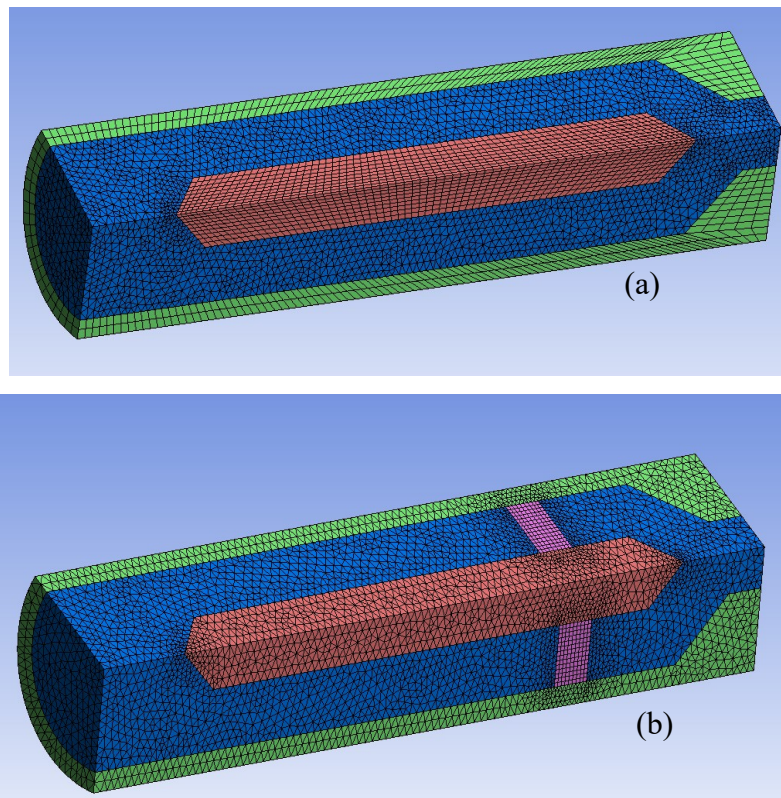


Figure 36 : Maillages utilisés dans les simulations 3D (a) sans et (b) avec les tubes de fixation

Dans une simulation axi-symétrique d'un écoulement annulaire d'une longueur de 0,05 m (sans forme conique, comme dans la section « III.1.2 Dimensionnement de la partie

annulaire ») avec le même débit ($120 \text{ cc}\cdot\text{s}^{-1}$) et le même matériau (PP), la pression est à 6,91 bars. Un calcul analytique donne 6,86 bars. La simulation 3D donne, sur une longueur de 0,05 m de la partie annulaire, 7,83 bars avec la présence tubes de fixation et 6,94 bars sans les tubes de fixation. Les résultats sont cohérents entre la simulation 2D, la simulation 3D et le calcul analytique. La perte de charge créée par les tubes de fixation est de 0,89 bars. La forme conique de la tige centrale à l'entrée de l'écoulement crée une perte de pression d'environ 0,52 bars.

La perte de charge et la variation de la température sur le plan de symétrie rz est présentée dans la figure 37. La perte de charge totale générée par la structure est en dessous de 14 bars quand le PP coule à $120 \text{ cc}\cdot\text{s}^{-1}$. On voit dans la figure 37 qu'il y a une baisse de température proche des tubes de fixation.

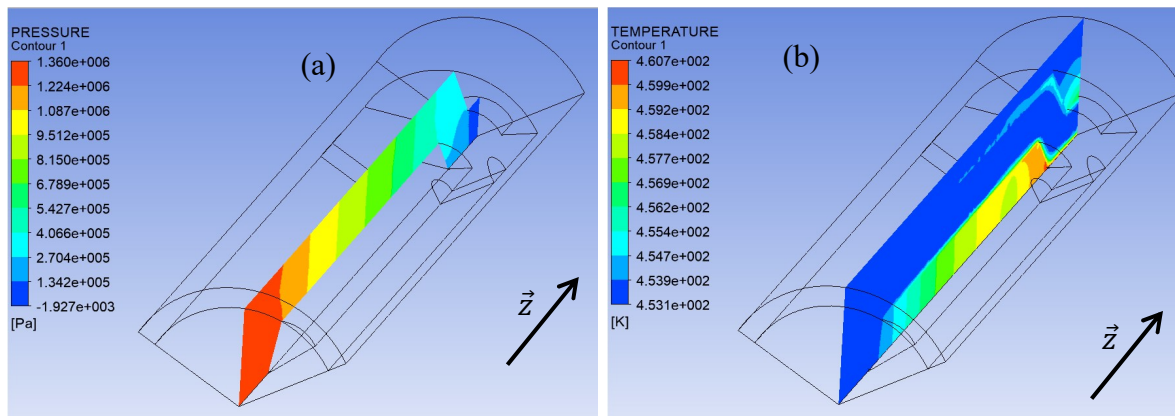


Figure 37 : (a) Pression et (b) température sur le plan de symétrie rz

Dans la figure 38, les champs de température à trois différents niveaux z sont présentés. La figure 38 confirme la fuite de chaleur passant par les tubes de fixation, bien que la présence des tubes de fixation provoque une dissipation visqueuse.

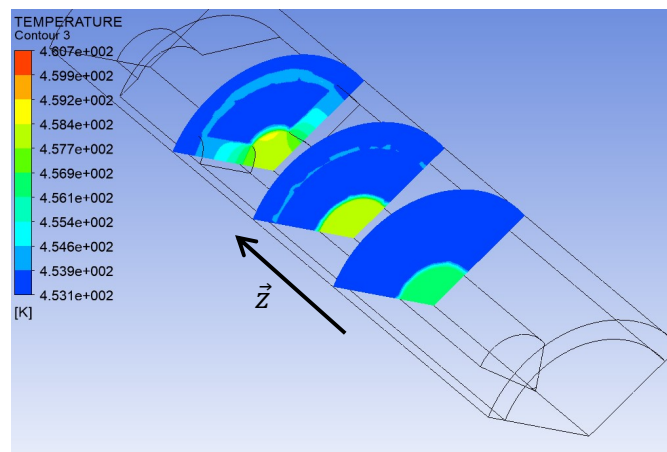


Figure 38 : Température pour $z = 0,015 \text{ m}$, $z = 0,030 \text{ m}$ et $z = 0,045 \text{ m}$

La vitesse de l'écoulement dans la direction z et le taux de cisaillement sont présentés dans le plan de symétrie rz (figure 39), pour comparer les deux cas avec et sans les tubes de fixation.

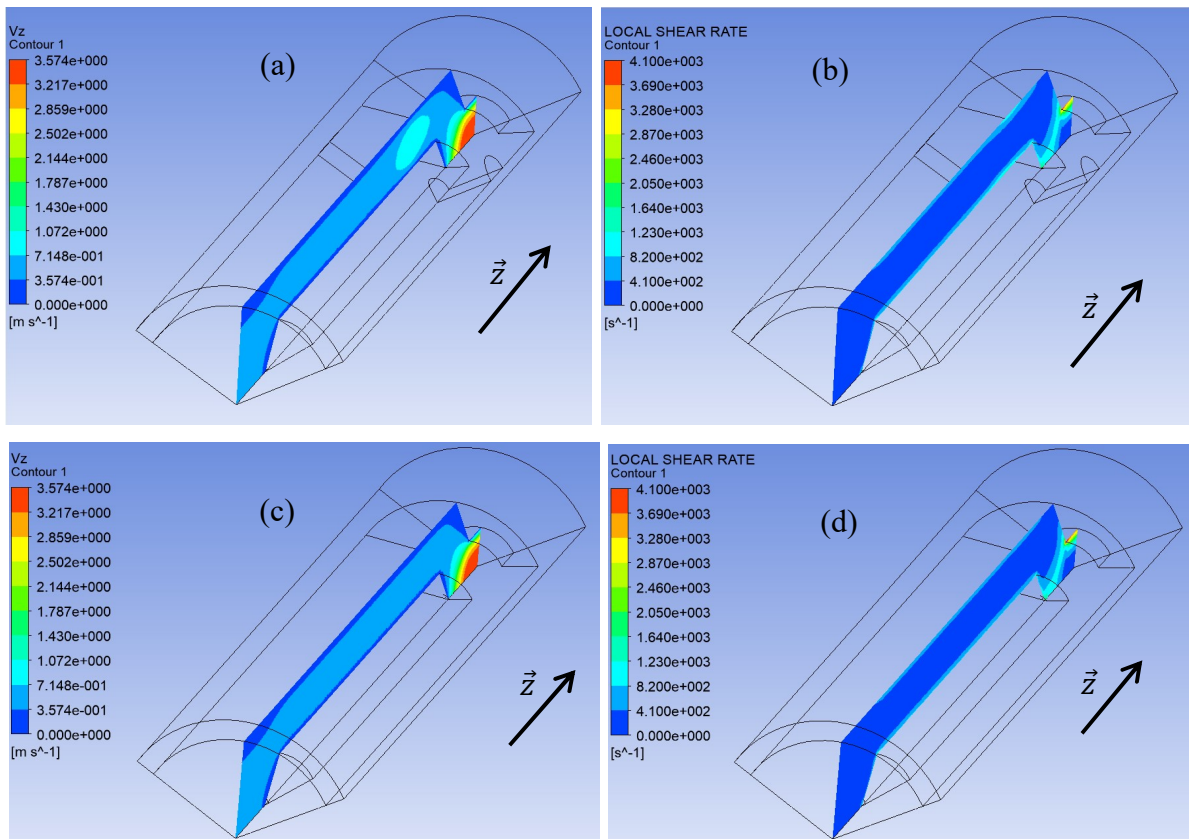


Figure 39 : (a) Vitesse suivant la direction z et (b) taux de cisaillement sur le plan de symétrie rz avec les tubes de fixation ; (c) Vitesse suivant la direction z et (d) taux de cisaillement sur le plan de symétrie rz sans les tubes de fixation

On voit que la vitesse augmente quand le fluide passe entre les tubes de fixation. Le taux de cisaillement est aussi plus grand entre les tubes, proche des parois du canal et de l'axe central. Cependant, l'influence des tubes de fixation est faible comparée à celle de la forme convergente à la sortie de la TRAC.

Par la suite, on mesure la température sur 3 lignes (figure 40) le long la direction z , à $[r = \sigma R, \theta = 0^\circ]$ dans le plan de symétrie rz , $[r = \sigma R, \theta = 30^\circ]$ et $[r = \sigma R, \theta = 60^\circ]$ dans le plan de coupe des tubes.

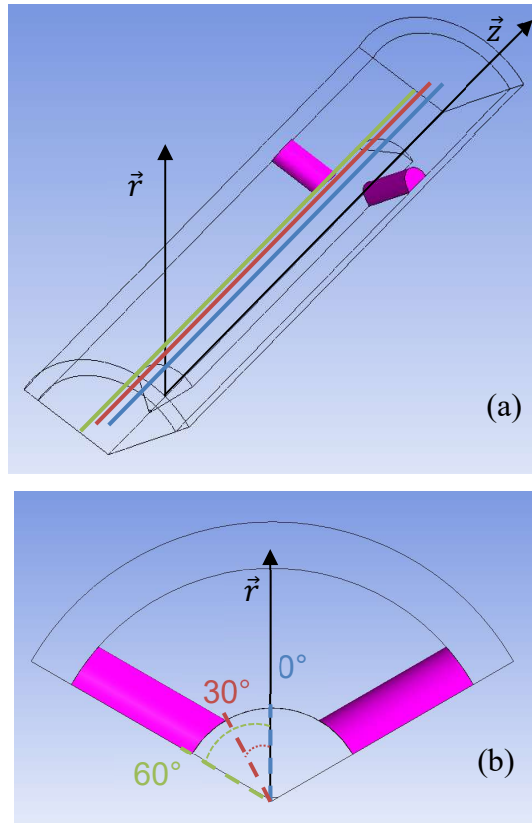


Figure 40 : (a) lignes de mesures et (b) leurs positions angulaires

Les profils de taux de cisaillement sont présentés dans la figure 41. On voit comment la présence des tubes de fixation modifie les profils de taux de cisaillement. L'élévation du taux de cisaillement à $z = 0$ est due à la variation de la forme de l'axe central (de la forme conique vers la partie cylindrique à section constante).

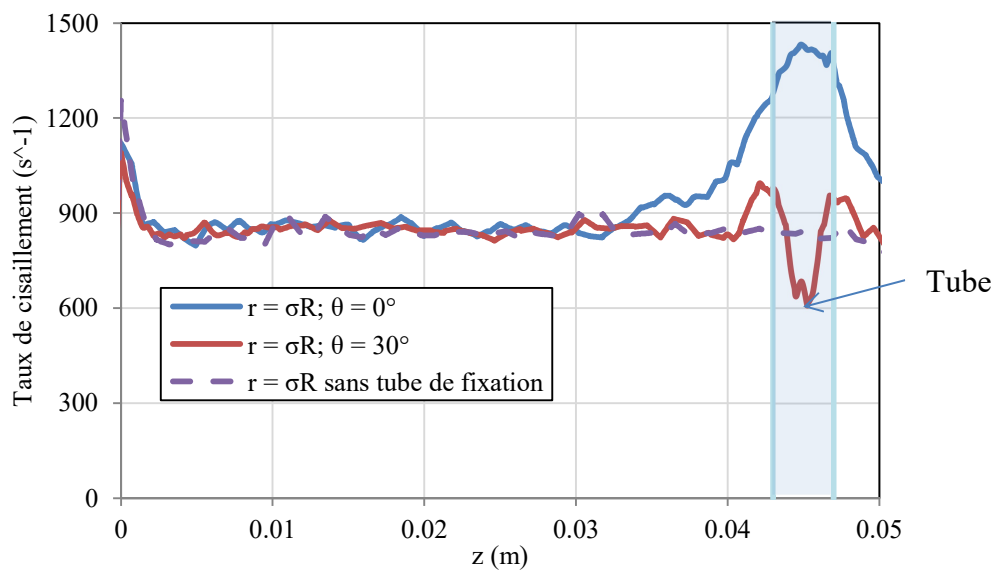


Figure 41 : Profils de taux de cisaillement (comparaison avec et sans les tubes de fixation)

La dissipation visqueuse au niveau des tubes de fixation ne peut pas compenser la fuite de chaleur passant par les tubes vers l'extérieur de la TRAC. Les profils de température sont présentés dans la figure 42.

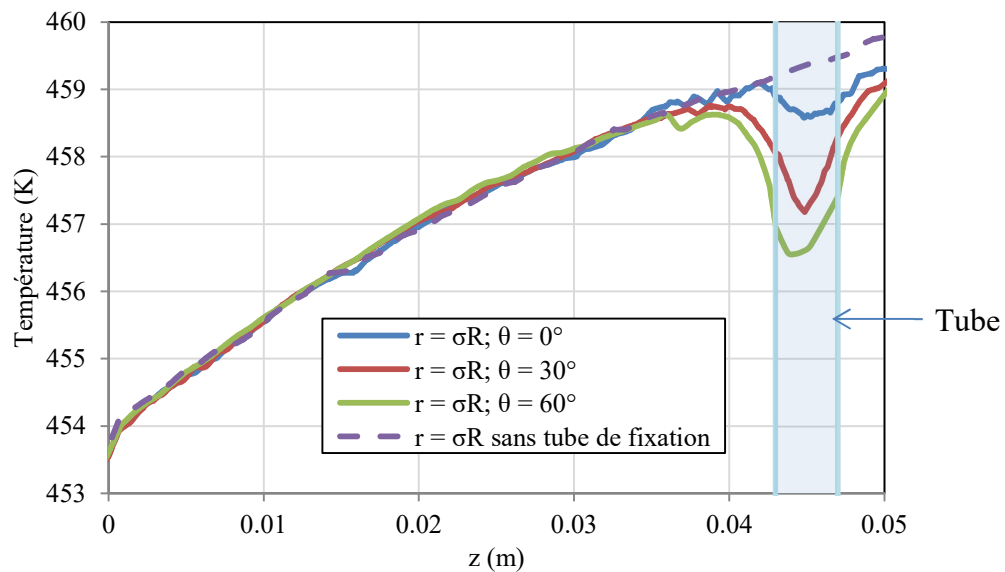


Figure 42 : Profils de température (comparaison avec et sans les tubes de fixation)

Sur la ligne de mesure à 0° entre deux tubes de fixation, la température baisse légèrement avec la présence des tubes, comparée au cas sans tubes de fixation. Sur la ligne de mesure à 60° passant par un tube de fixation, le champ de température est perturbé à proximité du tube de fixation. Quand on est loin des tubes de fixation, les mesures varient très peu quel que soit la position θ sur l'axe central. Elles ne dépendent que de la position z .

Les tubes de fixation sont en inox austénitique avec une conductivité de $15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Pour limiter la perte de chaleur, on peut utiliser des matériaux avec une conductivité plus faible, par exemple l'alliage de Titane Ti-6Al-5Zr-0.5Mo avec une conductivité autour de $5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ou le Rene 41 avec une conductivité autour de $9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, tout en assurant la résistance au choc du système. Cependant, ces alliages sont coûteux.

Les profils de température relative $[dT = T - T_{in}]$ mesurés à $[r = \sigma R, \theta = 0^\circ]$, où les thermocouples seront installés, sont tracés dans la figure 43 pour les quatre matériaux. Le débit utilisé pour chaque matériau est : $2,72 \text{ cc.s}^{-1}$ pour le HDPE ; $29,58 \text{ cc.s}^{-1}$ pour le PC ; 120 cc.s^{-1} pour le PP et le PA66. Des comparaisons sont réalisées entre la configuration sans tube et celle avec les tubes.

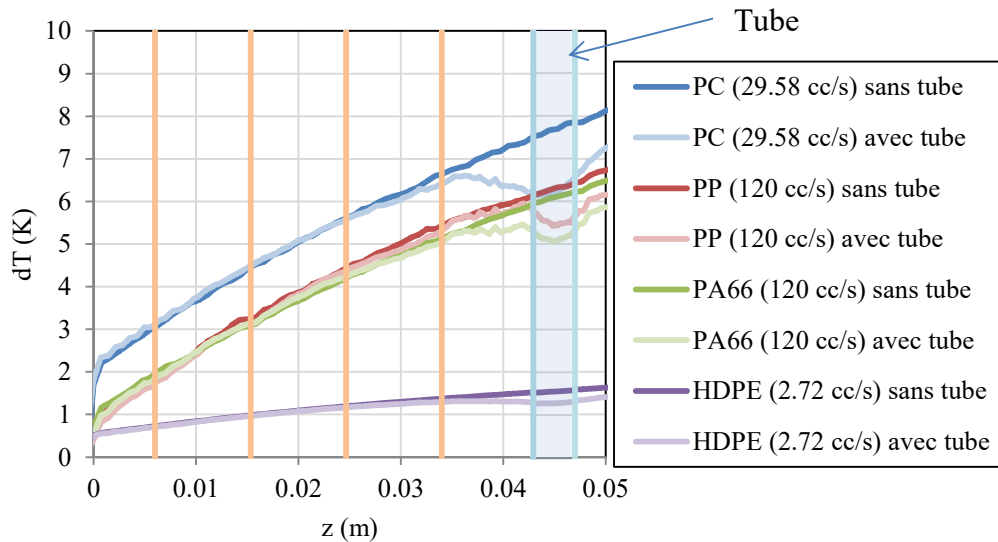


Figure 43 : Profils de température mesurés à $[r = \sigma R, \theta = 0^\circ]$ pour les configurations sans tube et avec les tubes

On voit dans la figure 43 que l'influence de fuite de chaleur due à la présence des tubes se limite à la zone proche des tubes. Il est possible d'installer des thermocouples à $z \leq 0,034$ m (où il y a les quatre lignes verticales en orange par exemple) pour ne pas tenir compte de la fuite thermique liée aux tubes. Il convient aussi de noter que les profils de température relative ne commencent pas à zéro degré quand $z = 0$ m. En effet, à cause de la dissipation visqueuse à la surface de la forme conique, qui se situe entre $z = -0,004$ m et $z = 0$ m, l'écoulement est déjà chauffé au cœur avant d'arriver dans la zone d'étude annulaire. Cette perturbation liée à la forme conique en amont ne peut pas être négligée. Il faut prendre en compte cette forme conique dans notre modèle direct.

Bien que dans le tableau 5 de la section « III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire », l'écart de température entre le PP et le PA66 soit supérieur à 1 degré en régime stationnaire avec un débit de 60 cc.s^{-1} , les profils de température de PP et de PA66 en régime stationnaire avec un débit de 120 cc.s^{-1} dans la figure 43 sont très proches. Cela relève un éventuel problème de l'unicité de solution lorsqu'on essaie de caractériser le matériau par méthode inverse à partir des mesures de température à un débit donné.

Les profils de pression mesurés à $r = R$ et $\theta = 60^\circ$, où se situent les capteur de pression, sont tracés dans la figure 44.

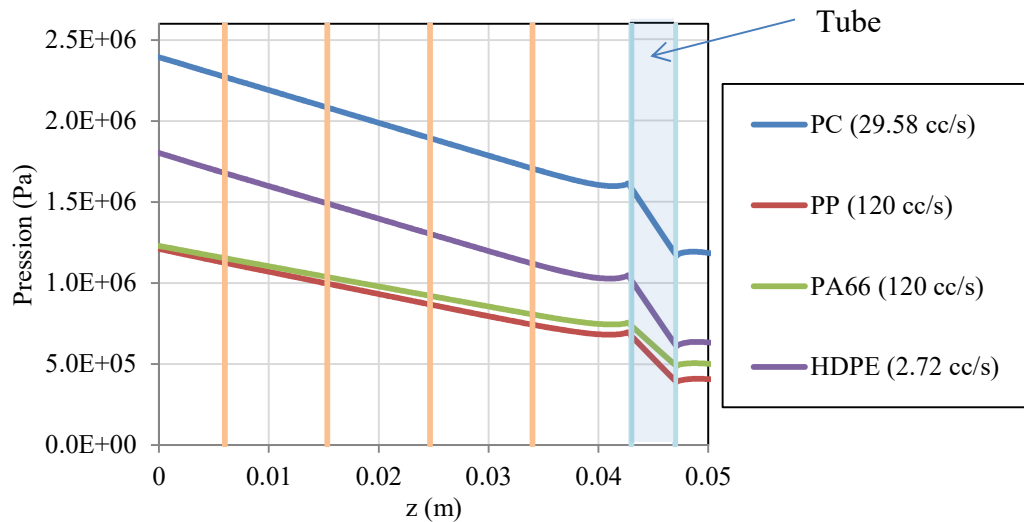


Figure 44 : Profils de pression mesurés à $[r = R, \theta = 60^\circ]$ pour la configuration avec les tubes

Dans la zone en amont des tubes, la perte de pression est linéaire et correspond au modèle analytique de l'écoulement annulaire (figure 44). On décide d'installer des capteurs de pression en face du premier et du quatrième thermocouple et on considère que les mesures de perte de pression dans ces endroits ne sont pas influencées par les tubes de fixation.

III.3 Instrumentation de la TRAC

La TRAC est réalisée par le service d'assistance technologique pour l'enseignement et la recherche de l'IUT de Nantes. L'instrumentation de la TRAC, en acier inoxydable, est décrite sur la figure 45a dans un repère axisymétrique, avec l'axe z pointant vers la direction de sortie. Le polymère fondu entrant dans la TRAC est dirigé vers une zone annulaire et s'écoule (dans la direction z /direction axiale) autour d'un axe central. L'axe central creux est instrumenté avec des thermocouples pour mesurer la température du polymère. Tous les thermocouples utilisés sont de type K.

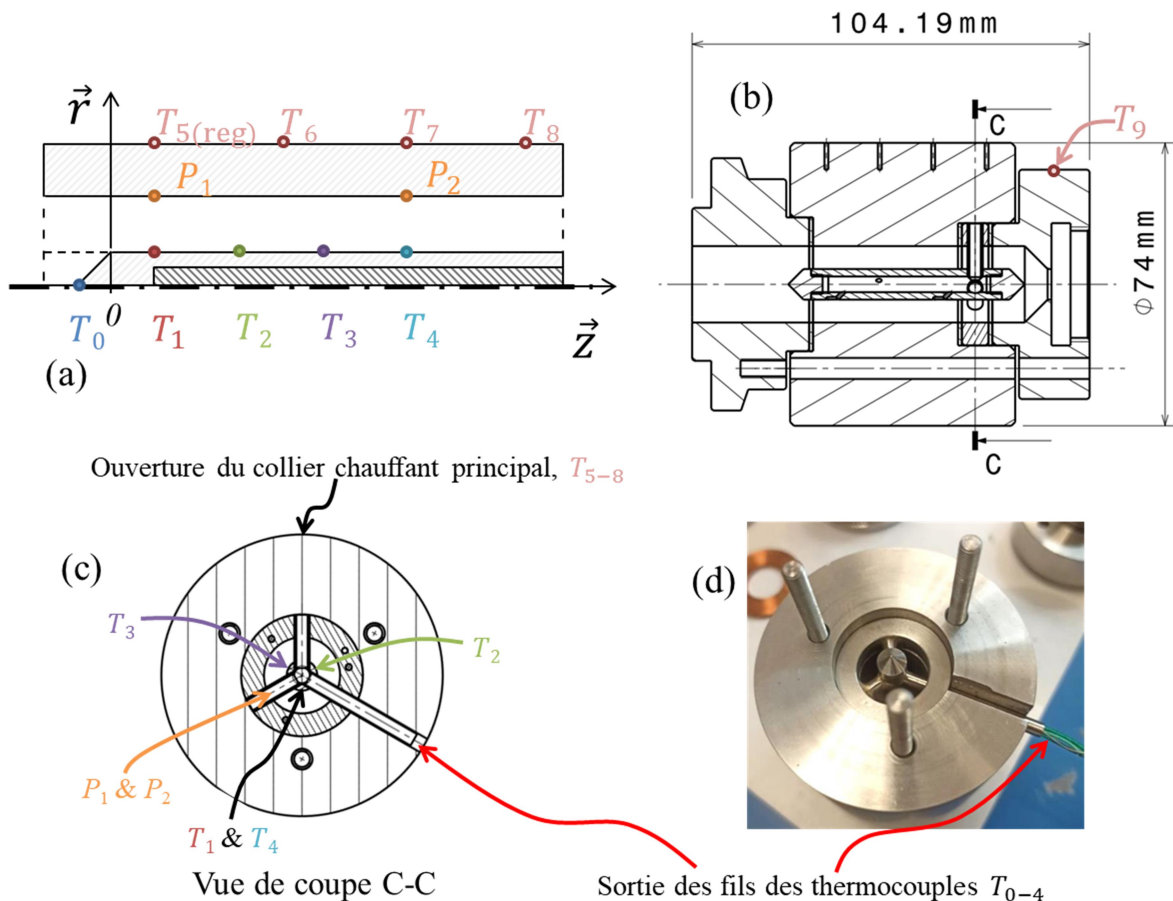


Figure 45 : (a) Positions des capteurs dans un modèle axisymétrique, (b) Plan de la TRAC, (c) Positions angulaires des capteurs sur la vue en coupe C-C et (d) Photo sur le système de maintien de l'axe central près de la sortie de la TRAC

Les thermocouples T_{1-4} (diamètre 0,2 mm) sont positionnés, conformément à la configuration du modèle axisymétrique (figure 45a), sur la surface de l'axe central à $r = \sigma R$, de $z = 6 \text{ mm}$ à $z = 34 \text{ mm}$ à des positions équidistantes. Le thermocouple T_0 (chemisé, diamètre 0,5 mm) est à $r = 0$, $z = -\sigma R = -4 \text{ mm}$. La sonde chemisée du thermocouple T_0 (différente de celle des thermocouples T_{1-4}) est choisie en vue d'obtenir une meilleure résistance à l'écoulement frontal. Leurs câbles passent à l'intérieur de l'axe creux. Ces mesures de températures au niveau de l'axe central sont théoriquement insensibles aux perturbations thermiques externes venant de la direction radiale grâce à l'écoulement de polymère autour de l'axe avec un grand nombre de Graetz (voir la section « III.1.3 Robustesse des mesures à l'axe central »). De plus, si les conditions limites de sortie sont suffisamment éloignées vers l'aval, leurs influences sur les mesures de températures sont extrêmement faibles. Dans la TRAC (figure 45b), l'axe central est maintenu en aval par des composants en acier inoxydable ayant une conductivité thermique plus élevée que celle du polymère. Les perturbations thermiques peuvent traverser

le système de maintien et atteindre l'axe central depuis le côté aval. Ces perturbations thermiques sont étudiées dans la figure 43 de la section « III.2.2 Simulation numérique 3D en tenant compte de la structure réelle ». Une autre différence entre le modèle axisymétrique et la réalité est que les thermocouples T_{1-4} sont décalés en position angulaire (figure 45c, vue de coupe C-C par rapport à la figure 45b).

Les thermocouples T_{5-8} (chemisé, diamètre 1 mm) sont à équidistance entre eux sur une ligne au niveau de l'ouverture du collier chauffant principal, à 7 mm en dessous de la surface du corps principal cylindrique de 74 mm de diamètre (figure 45b). Ces thermocouples peuvent être utilisés pour définir la condition de Dirichlet de la paroi extérieure ($r = R + e$) du modèle numérique de la TRAC. Le thermocouple T_5 est utilisé pour la régulation du collier chauffant principal (630 W) sur la zone d'étude. Un thermocouple T_9 (figure 45b) est ajouté pour un deuxième collier chauffant (150 W), qui a peu d'influence sur la zone de mesure mais aide à homogénéiser le champ de température dans l'ensemble de la TRAC.

En position axiale z (figure 45a), les thermocouples T_5 et T_7 sont au même niveau que les thermocouples T_1 et T_4 et que les capteurs de pression P_1 et P_2 (KISTLER 6159A). Les extrémités des capteurs de pression se situent sur le rayon extérieur de l'écoulement ($r = R$) et sont tangentes à la paroi en contact avec l'écoulement.

La figure 45d est une photo de la TRAC sans la zone de sortie où le thermocouple T_9 est installé (figure 45b), pour que nous puissions mieux visualiser le système de maintien de l'axe central ainsi que la sortie pour les fils des thermocouples T_{0-4} de l'axe central.

L'axe en cours d'instrumentation est montré sur la figure 46. Les jonctions des thermocouples sont situées dans des rainures de 1 mm de large et de 0,7 mm de profondeur à la surface de l'axe central. Les fils de thermocouple passent à l'intérieur de l'axe creux, puis dans l'un des tubes maintenant l'axe central (« Sortie des fils des thermocouples T_{0-4} » sur la figure 45d) à l'extérieur de l'appareil. Les rainures et l'espace creux de la structure sont ensuite remplis de résine Epoxy résistant à haute température. Il convient de noter que sur la figure 46, le tube métallique contenant les fils du thermocouple n'a pas encore été inséré dans sa position finale (par rapport à la figure 45d). L'extrémité conique de l'axe n'a pas encore été vissée non plus, comme on peut le voir dans le coin supérieur droit de la figure 46.

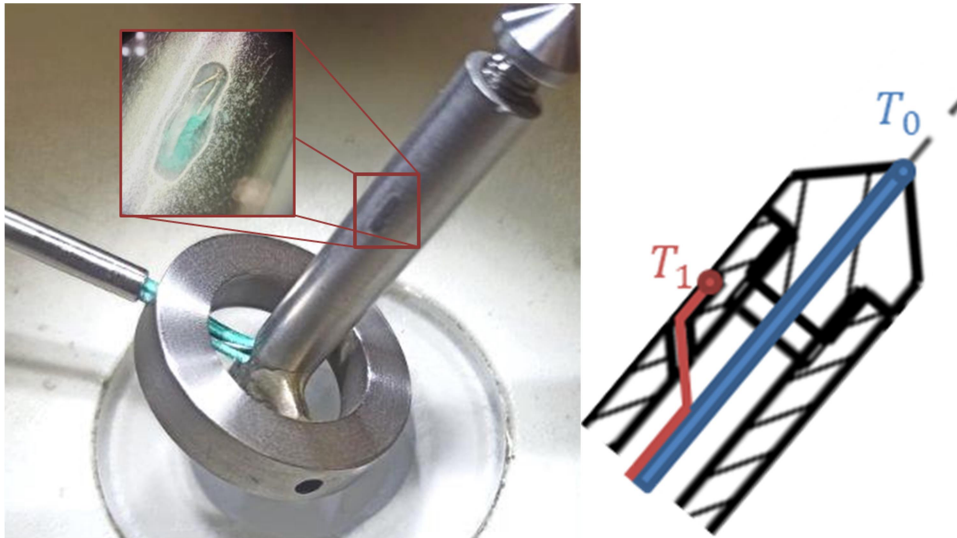


Figure 46 : Axe en cours d'instrumentation

La figure 47 montre la TRAC avant et après l'assemblage. Les composants du connecteur, les colliers chauffants et les fils du thermocouple qui sortent de la TRAC sont également indiqués sur la figure.

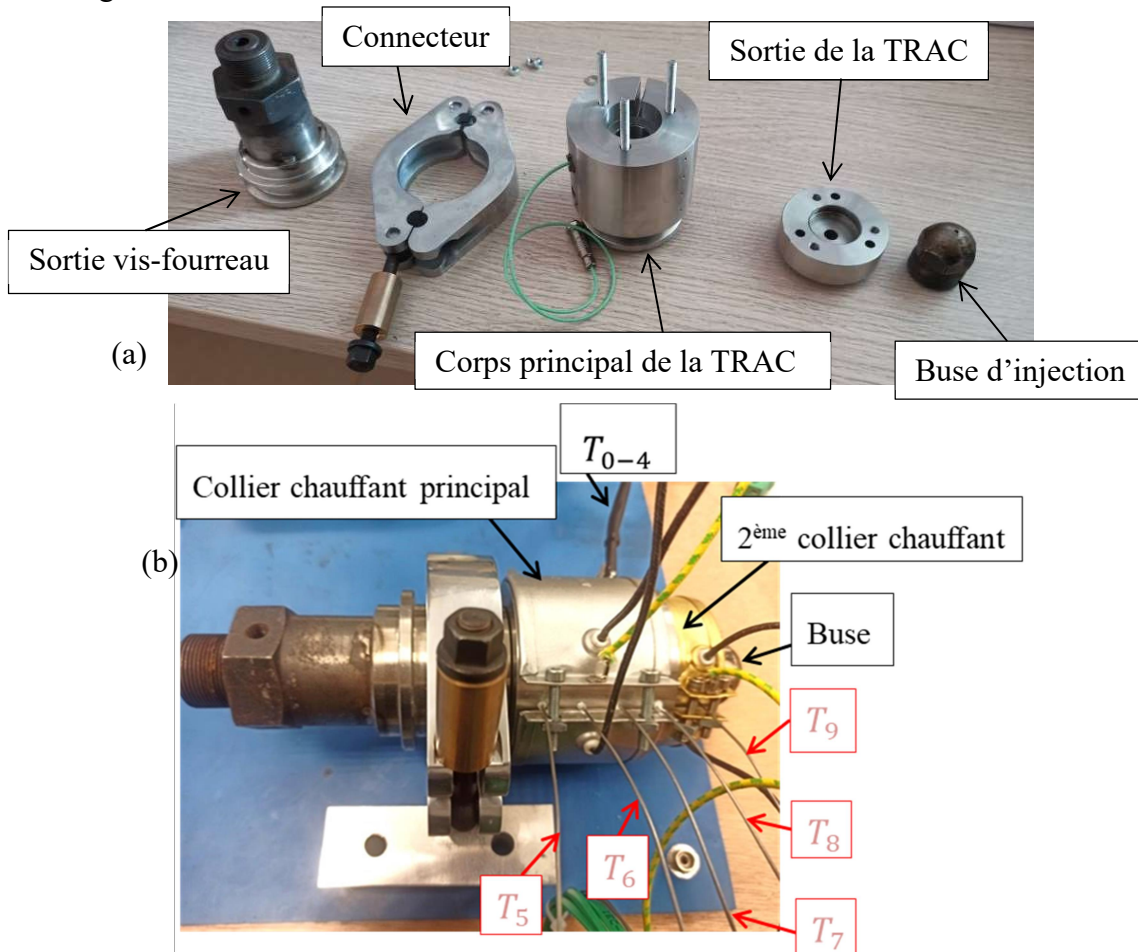


Figure 47 : TRAC (a) non assemblé (sans l'axe central) et (b) instrumenté assemblé avec les colliers chauffants

III.4 Conclusion

Les dimensions de la partie fonctionnelle (partie annulaire) de la TRAC (« Thermo-Rhéologie Annular Cell ») sont choisies à partir des simulations 2D en régime stationnaire avec quatre polymères (HDPE, PC, PP et PA66), afin d'optimiser la performance de la TRAC sur une grande plage de matériaux. Les résultats des simulations montrent une robustesse des mesures thermiques sur l'axe central face à d'éventuelles perturbations thermiques externes.

Ensuite, des simulations 2D en régime transitoire sont réalisées sur les dimensions choisies pour modéliser et vérifier le fonctionnement de la TRAC sur une presse à injecter. Les simulations transitoires nous permettent d'établir des stratégies sur la construction du modèle direct et d'évaluer certaines solutions techniques de la conception de la TRAC.

Enfin, une conception est présentée avec un système de maintien pour tenir l'axe central dans le canal. La résistance (à la flexion et à la fatigue) de ce système de maintien est vérifiée avec des calculs analytiques.

Des simulations 3D sont réalisées pour étudier l'impact de ce système de maintien sur la partie fonctionnelle de la TRAC. Bien qu'il y ait des pertes thermiques au niveau de l'axe central (chauffé par la dissipation visqueuse) vers l'extérieur au travers du système de maintien, cette fuite thermique est limitée dans une zone en aval proche du système de maintien. Les capteurs de température peuvent être installés dans une zone en amont, où la perturbation thermique liée à l'échange de chaleur au travers du système de maintien est négligeable. Il est donc possible de modéliser la TRAC de façon axisymétrique sans tenir compte du système de maintien en position.

Cependant, l'écoulement cylindrique entrant dans la TRAC rencontre d'abord une forme conique et devient ensuite annulaire. La perturbation thermique de cette forme conique en amont de la zone de mesure n'est pas négligeable. Le modèle doit prendre en compte cette forme conique en amont de la zone de mesure.

Chapitre IV. Modèle direct et son exploitation pour la méthode inverse

Dans ce chapitre, un modèle direct est construit à partir de la conception de la TRAC (« Thermo-Rhéologie Annular Cell »). Des investigations sont aussi réalisées avec ce modèle direct afin d'établir des stratégies de méthode inverse pour identifier la viscosité du polymère sur une ligne de production. Ces résultats sont publiés dans des revues [148,149] et communiqués dans la conférence « ESAFORM 2022 ».

Une des démarches d'identification de la viscosité est démontrée en utilisant les données numériques de températures et de pressions comme « mesures virtuelles ». Pour rendre les « mesures virtuelles » plus réalistes, des « incertitudes de mesures » sont introduites dans les données numériques.

Nous rappelons que la méthode inverse dans cette thèse consiste à identifier les paramètres de viscosité à partir des données expérimentales (mesures de température et de pression). Pour vérifier l'efficacité et la validité d'une méthode inverse, il est courant d'utiliser des données générées numériquement, dans un premier temps, pour remplacer les données expérimentales.

IV.1 Modèle direct

Le modèle direct est présenté dans la figure 48, de façon axisymétrique dans un système de coordonnées cylindrique. La configuration est similaire à celle de la figure 21 (« III.1.2 Dimensionnement de la partie annulaire »). La différence dans ce modèle est que la forme conique de l'axe central vers l'entrée de la TRAC est prise en compte pour son influence non négligeable sur le champ thermique en amont de la zone d'étude (voir la conclusion de la section « III.2 Conception de la TRAC »).

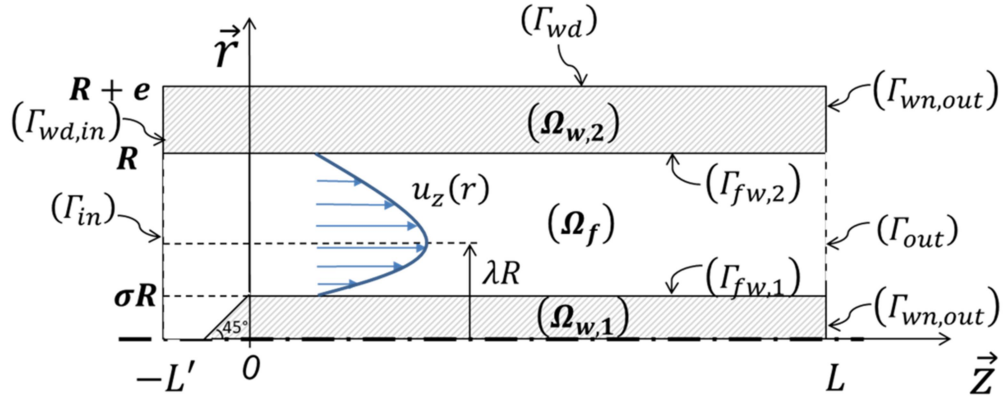


Figure 48 : Modélisation du problème d'écoulement annulaire

On rappelle que le domaine $(\Omega_{w,1})$ représente l'axe central. Le domaine $(\Omega_{w,2})$ représente le canal avec e l'épaisseur de la paroi externe et L la longueur de la partie annulaire. Le polymère (domaine (Ω_f)) entre dans la filière à $z = -L'$ et est ensuite guidé vers la partie annulaire par un cône à 45° . Lorsque $z \geq 0$, le polymère s'écoule entre le rayon extérieur R et le rayon intérieur σR . λR est la position du taux de cisaillement nul (vitesse maximale) dans la direction radiale.

Les équations d'équilibre et de la chaleur pour les domaines solides et liquides sont déjà présentées dans les conclusions des sections « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire » et « II.2 Equation de la chaleur ».

IV.1.1 Conditions limites et initiales

La condition de non-glissement (44) est appliquée sur la surface $(\Gamma_{fw,1})$ de l'axe central et sur $(\Gamma_{fw,2})$ à l'intérieur du canal au rayon R . La température et le flux de chaleur sont supposés continus sur les interfaces fluide/solide.

$$\begin{aligned} \text{Pour } r = R, z \in [-L', L] \\ \text{et pour } r = \sigma R, z \in [0, L] \end{aligned} \quad \vec{u} = \vec{0} \quad (44)$$

et pour $r = \sigma R + z, z \in [-\sigma R, 0]$

À l'entrée du fluide (Γ_{in}), le débit (45) et la température (46) sont fixes,

$$\text{pour } z = -L', r \in [0, R] \quad Q = Q_{in} \quad (45)$$

$$T = T_{in} \quad (46)$$

avec Q_{in} et T_{in} le débit et la température à l'entrée de la filière modélisée.

À la sortie d'écoulement (Γ_{out}) et sur les parois à la sortie ($\Gamma_{wn,out}$), la condition de Neumann (47) est appliquée.

$$\text{Pour } z = L, r \in [0, R + e] \quad \frac{\partial T}{\partial z} = 0 \quad (47)$$

Sur la paroi latérale (Γ_{wd}) et la paroi d'entrée du canal ($\Gamma_{wd,in}$), les conditions de Dirichlet (48) et (49) sont appliquées. Une interpolation linéaire entre les températures T_w et T_{in} est utilisée sur ($\Gamma_{wd,in}$) pour assurer la continuité du champ de température.

$$\text{Pour } r = R + e, z \in [-L', L] \quad T = T_w \quad (48)$$

$$\text{Pour } z = -L', r \in [R, R + e] \quad T = \frac{T_w - T_{in}}{e}(r - R) + T_{in} \quad (49)$$

Le champ de vitesse est établi instantanément lorsque $t > 0$ s et ne varie pas en fonction du temps t . La température moyenne du système est à T_w quand $t = 0$ s.

IV.1.2 Méthode numérique et paramètres

Le logiciel « ANSYS® POLYFLOW® » est utilisé pour simuler le modèle axisymétrique. Le maillage, présenté à la figure 49, est composé de 16218 nœuds et de 15946 éléments quadrilatères linéaires. Les tailles des éléments sont inférieures à 2 mm et raffinées aux intersections des domaines ou à proximité de la zone de changement de section de l'écoulement.

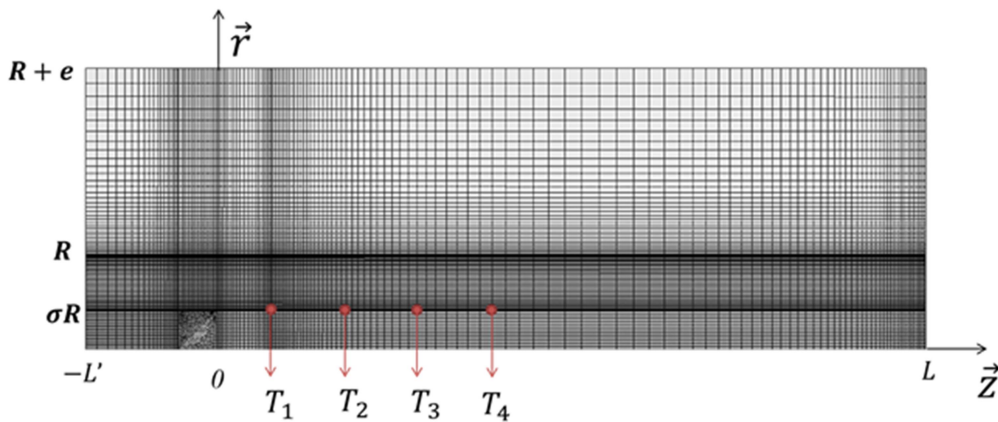


Figure 49 : Maillage de la simulation numérique

L'itération de Picard [139] et la méthode de Crank-Nicolson [140] sont utilisées pour résoudre les équations d'écoulement non linéaires et le problème en régime transitoire thermique. Le pas de temps initial est fixé à 0,001 s. Le plus grand pas de temps de calcul est inférieur à 0,1 s, avec une valeur de temps initiale $t_0 = 0$ s et une limite de durée supérieure $t_f = 2$ secondes pour simuler une courte séquence d'injection.

Les paramètres géométriques sont choisis en fonction des dimensions d'écoulement couramment utilisées sur une ligne de production de polymères : $L = 76$ mm, $L' = 14$ mm, $e = 20$ mm, $R = 10$ mm et $\sigma = 0,4$. Le matériau des domaines solides ($\Omega_{w,1}$) et ($\Omega_{w,2}$) est de l'acier inoxydable avec une conductivité thermique de $15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, une masse volumique de 7900 kg.m^{-3} et une capacité thermique massique isobare de $500 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Les propriétés du Polypropylène sont utilisées comme références pour le domaine d'écoulement du polymère (Ω_f) avec une conductivité thermique de $0,23 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, une masse volumique de 900 kg.m^{-3} et une capacité thermique massique isobare de $2800 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

La température T_{in} et T_w sont fixées à 473,15 K et le débit Q_{in} est de 30 cc.s^{-1} (vitesse moyenne $\bar{u}_z = 0,11 \text{ m.s}^{-1}$ dans la partie annulaire) dans un premier temps pour la simulation d'injection. Le nombre de Graetz dans la partie annulaire $[\rho C_p \bar{u}_z (R - \sigma R)^2 / (kL)]$ atteint 590, ce qui signifie que la conduction thermique radiale dans l'écoulement est négligeable par rapport à l'advection axiale. Il est difficile pour une perturbation thermique externe de se propager dans la direction radiale à travers l'écoulement pour atteindre l'axe central (voir la section « III.1.3 Robustesse des mesures à l'axe central »).

Dans le logiciel « ANSYS® POLYFLOW® », quatre thermocouples virtuels T_i avec $i = 1,2,3,4$ sont installés sur la paroi de l'axe central à $[r = \sigma R]$, de $z = 6$ mm à $z = 34$ mm avec équidistance entre eux (figure 49). L'emplacement de ces thermocouples a déjà été discuté dans la figure 43 de la section « III.2 Conception de la TRAC ». Grâce au grand nombre de Graetz, l'écoulement du polymère autour de l'axe central peut rendre ces mesures insensibles aux perturbations thermiques externes à $[R \leq r \leq R + e]$.

IV.2 Analyse de corrélation entre les phénomènes thermo-rhéologiques et les paramètres de viscosité

Des simulations sont réalisées avec le modèle présenté pour étudier la corrélation des mesures en régime transitoire thermique par rapport aux paramètres K et n de la loi de puissance (1). n varie de 0,2 à 1 par pas de 0,025 et $\ln(K)$ varie de 4 à 10 par pas de 0,1875 (K varie de 54,6 à $22\,026,5 \text{ Pa.s}^n$).

IV.2.1 Dissipation visqueuse

Dans la partie annulaire où le profil de vitesse est stabilisé, la dissipation visqueuse peut être écrite comme l'équation (50) calculée à partir de la contrainte de cisaillement (8), de la loi de puissance (1) et de l'expression du débit (13) de la section « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire », avec les paramètres géométriques de la figure 48 et Q comme le débit.

$$\bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} = K \left[\frac{Q(3n+1)}{\pi n R^3 \left[(1-\lambda^2)^{\frac{1}{n}+1} - \sigma^{1-\frac{1}{n}} (\lambda^2 - \sigma^2)^{\frac{1}{n}+1} \right]} \right]^{n+1} \left| \lambda^2 \left(\frac{r}{R} \right)^{-1} - \frac{r}{R} \right|^{\frac{1}{n}+1} \quad (50)$$

λ dépend du paramètre n de la loi de puissance et du paramètre σ de la géométrie (voir la section « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire »). Il est à noter que la dissipation visqueuse (équation (50)), qui est liée à la viscosité, est maximale sur la paroi de l'axe central [$r = \sigma R$]. L'axe central est donc plus sensible à ce phénomène thermique qui permet d'identifier la loi de viscosité du matériau [12]. Nous voulons aussi mentionner que cette dissipation visqueuse ne dépend pas de la position z ni du temps, quand la viscosité du matériau n'est pas thermo-dépendante. Par conséquent, les mesures des différents thermocouples (à différentes positions z , à différents instants t) risquent de donner la même information sur la viscosité.

Dans la figure 50, l'augmentation de la température due à la dissipation visqueuse au thermocouple N°4 [$r = \sigma R, z = 34$ mm] après 2 secondes d'injection par rapport à l'état initial : $[T_4(t_f) - T_4(t_0)]$, est présentée en échelle logarithmique en fonction de $\ln(K)$ et n . Les iso-valeurs de $\ln[T_4(t_f) - T_4(t_0)]$ sont tracées en traits pleins. Plusieurs droites en pointillés avec une pente de 0,401 sont également tracées sur la même figure.

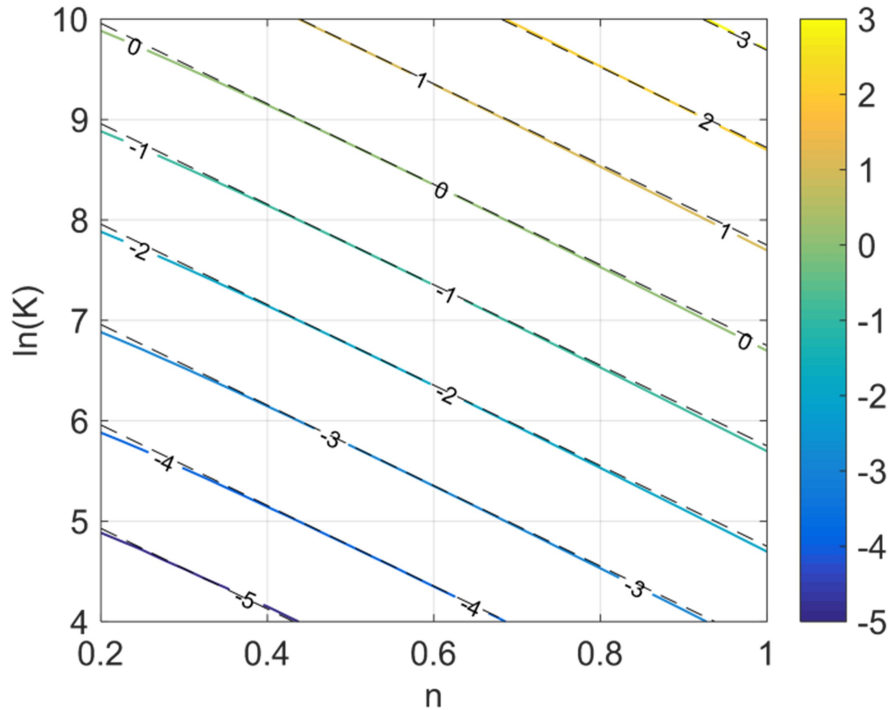


Figure 50 : Iso-lignes de la variation de la température $\ln[T_4(t_f) - T_4(t_0)]$ provoquée par la dissipation visqueuse au thermocouple N°4 après 2 secondes d'injection avec un débit de 30 cc.s^{-1} par rapport aux droites en pointillés avec une pente de 0,401

Les iso-lignes de température de la figure 50 sont proches de ces droites pointillées, ce qui signifie que les paramètres $(n, \ln(K))$ des matériaux donnant la même réponse thermique $[T_4(t_f) - T_4(t_0)]$ sont quasiment alignés sur la droite d'équation $[\ln(K) = An + B]$. En fait, la surface représentative de la figure 50 est proche d'un plan avec un coefficient de corrélation « produit-moment » de Pearson [150] de 99,991%.

Ce phénomène est également observé sur les thermocouples numéro 1 à 3 pour d'autres instants d'injection. En effet, la loi de puissance (1) peut aussi s'écrire en échelle logarithmique : $[\ln(\eta) = \ln(K) + (n - 1) \ln(\dot{\gamma})]$. Si un ensemble de matériaux, ayant des courbes de viscosité $\eta(\dot{\gamma})$ différentes, partagent un point commun $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ comme l'exemple de la figure 51, les paramètres $(n, \ln(K))$ de ces matériaux suivent la relation linéaire (51) et sont sur une droite dans l'espace $[n, \ln(K)]$ (figure 50).

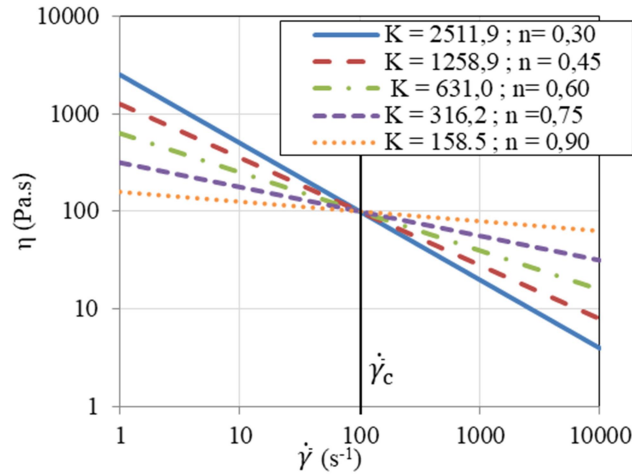


Figure 51 : Exemple de lois de puissance passant par le point commun $[\dot{\gamma}_c=100 \text{ s}^{-1}, \eta_c=100 \text{ Pa.s}]$ avec des paramètres K - n pour K variant de 2511,9 à 158,5 Pa.s^n et n variant de 0,3 à 0,9

$$\ln(K) = -\ln(\dot{\gamma}_c) n + \ln(\eta_c) + \ln(\dot{\gamma}_c) \quad (51)$$

Autrement dit, pour cette stratégie de méthode inverse, bien qu'il puisse y avoir une infinité de combinaisons K - n qui donnent la même température T_i mesurée par un thermocouple à un instant t , on peut cibler une zone autour d'un point $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ sur la loi de viscosité recherchée, car cette dernière fait partie des courbes de viscosité passant par la zone commune autour du point $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$. Comme dans l'indentation conique [151], il suffit d'avoir deux points différents pour identifier une loi de comportement à deux paramètres (figure 52). Il est également possible de tracer une courbe sans se baser sur un modèle existant, à partir d'un nuage de points obtenu avec l'approche en loi de puissance.

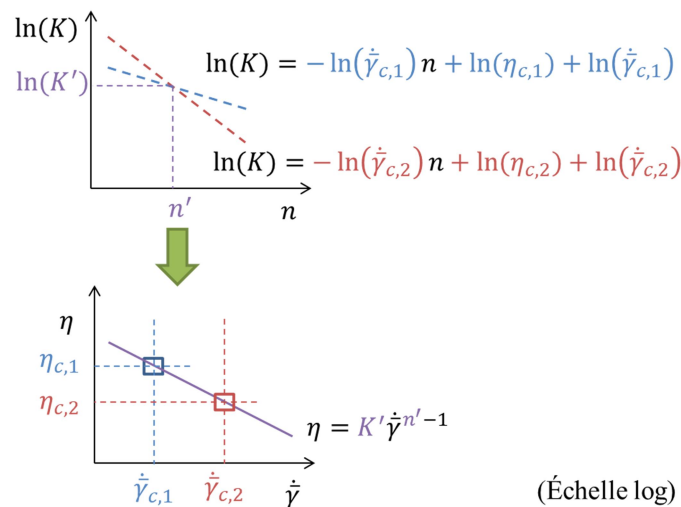


Figure 52 : Stratégie de méthode inverse en utilisant deux points $(\dot{\gamma}_{c,1}, \eta_{c,1})$ et $(\dot{\gamma}_{c,2}, \eta_{c,2})$ obtenus à partir de l'analyse de dissipation visqueuse

Pour appliquer la stratégie, une manière possible de calculer $\dot{\gamma}_c$ est d'utiliser la pente de la droite décrite par l'équation (51) qui peut être obtenue par une régression linéaire (sur la figure 50) par exemple à partir de tous les points $(n, \ln(K))$ ayant la même iso-valeur $[T_i(t) - T_i(t_0)]$, pour chaque thermocouple à chaque instant t . En exploitant les résultats de la simulation autour d'une coordonnée de référence : $n = 0,6$ et $\ln(K) = 7$, on constate que chaque débit, chaque thermocouple et chaque instant t donne un point $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ différent. Les valeurs de $\dot{\gamma}_c$ sont présentées dans le tableau 6.

$\dot{\gamma}_c$ en s^{-1} pour un débit de 30 $cc.s^{-1}$				
	$t = 0,5$ s	$t = 1$ s	$t = 1,5$ s	$t = 2$ s
Thermocouple 1	51,73	55,10	56,36	57,25
Thermocouple 2	45,37	52,63	54,48	55,60
Thermocouple 3	43,34	51,50	54,01	55,31
Thermocouple 4	42,79	50,04	53,65	55,16
$\dot{\gamma}_c$ en s^{-1} pour un débit de 60 $cc.s^{-1}$				
	$t = 0,5$ s	$t = 1$ s	$t = 1,5$ s	$t = 2$ s
Thermocouple 1	106,02	110,69	112,92	114,63
Thermocouple 2	99,52	106,60	109,38	111,28
Thermocouple 3	94,24	105,38	108,66	110,67
Thermocouple 4	90,18	104,60	108,30	110,47
$\dot{\gamma}_c$ en s^{-1} pour un débit de 90 $cc.s^{-1}$				
	$t = 0,5$ s	$t = 1$ s	$t = 1,5$ s	$t = 2$ s
Thermocouple 1	160,32	166,23	169,53	172,26
Thermocouple 2	152,50	160,38	164,23	167,04
Thermocouple 3	148,64	159,10	163,23	166,02
Thermocouple 4	143,59	158,07	162,73	165,65

Tableau 6 : $|\dot{\gamma}_c|$ en fonction du débit, du thermocouple et du temps

La valeur de $\dot{\gamma}_c$ dans le tableau 6 est plus sensible à la variation du débit par rapport aux autres paramètres (emplacement du thermocouple, temps d'injection). A un instant t suffisamment grand (par exemple $t = 2$ s), $\dot{\gamma}_c$ varie presque linéairement par rapport au débit. C'est-à-dire qu'en faisant varier le débit, plusieurs points $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ ainsi que la loi de viscosité peuvent être identifiés.

Par exemple, après trois injections de 2 secondes, à un débit de 30 $cc.s^{-1}$, 60 $cc.s^{-1}$ et 90 $cc.s^{-1}$, le thermocouple N°4 mesure respectivement une variation de température de $e^{0,85} = 2,3$ K, $e^{1,68} = 5,4$ K et $e^{2,15} = 8,6$ K. On peut tracer, sur la figure 53a, trois iso-lignes de température. Les points communs de ces droites sont proches de $\ln(K) = 9,798$ ($K = 18000$ Pa.sⁿ) et $n = 0,45$, qui sont bien les paramètres (PE [152]) utilisés dans une simulation pour obtenir les mesures de températures mentionnées pour ces trois injections.

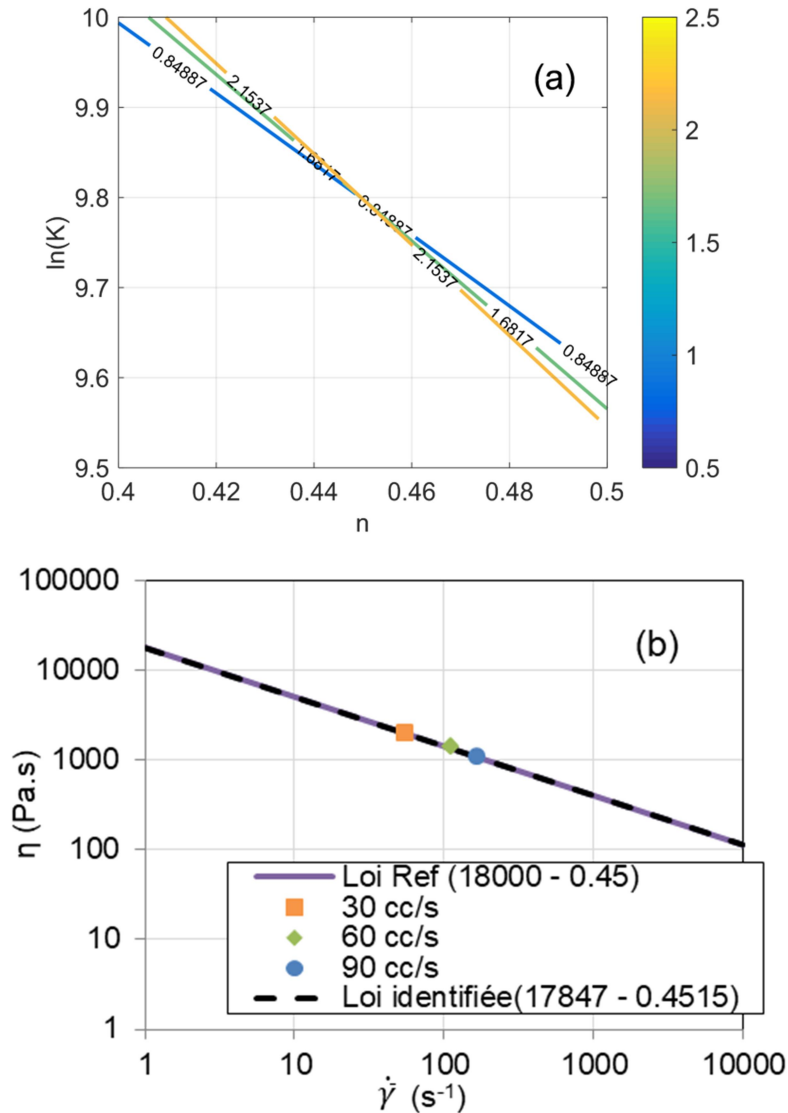


Figure 53 : Exemple d'estimation de viscosité par dissipation visqueuse : (a) Iso-lignes de $\ln[T_4(t_f) - T_4(t_0)]$ aux valeurs de 0,85, 1,68 et 2,15 pour un débit de 30 cc.s⁻¹, 60 cc.s⁻¹ et 90 cc.s⁻¹ (b) loi de viscosité pour $K = 18000 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,45$ et la loi de puissance identifiée pour $K = 17847 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,4515$ à partir de trois points critiques

En pratique, nous pouvons obtenir l'expression d'une droite (équation (51)) par régression linéaire à partir d'au moins deux points sur chaque iso-ligne de température. Sachant que les expressions de ces droites sont $[\ln(K) = -4,01n + 11,601]$ pour un débit de 30 cc.s⁻¹, $[\ln(K) = -4,70n + 11,912]$ pour un débit de 60 cc.s⁻¹ et $[\ln(K) = -5,11n + 12,098]$ pour un débit de 90 cc.s⁻¹, on peut calculer trois points critiques grâce à l'équation (51) :

- $[\dot{\gamma}_{c,1} = 55,16 \text{ s}^{-1}, \eta_{c,1} = 1979,82 \text{ Pa.s}]$ pour un débit de 30 cc.s^{-1} ;
- $[\dot{\gamma}_{c,2} = 110,47 \text{ s}^{-1}, \eta_{c,2} = 1349,19 \text{ Pa.s}]$ pour un débit de 60 cc.s^{-1} ;
- $[\dot{\gamma}_{c,3} = 165,65 \text{ s}^{-1}, \eta_{c,3} = 1083,69 \text{ Pa.s}]$ pour un débit de 90 cc.s^{-1} .

Ces points critiques sont tracés sur la figure 53b avec la loi de puissance de référence ($K = 18000 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,45$). Il convient de noter que le taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ ne représente pas le taux de cisaillement à la surface de l'axe central. La plage de taux de cisaillement de la caractérisation (plage de $\dot{\gamma}_c$) peut être modifiée en changeant les dimensions radiales de la géométrie annulaire. Par régression linéaire utilisant ces points critiques, on peut ainsi identifier une loi de puissance avec $K = 17\,847 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,4515$ (figure 53b).

Cependant, les méthodes de caractérisation classiques (rhéomètre capillaire, Couette, cône-plan...) permettent déjà d'obtenir une loi de viscosité avec plusieurs débits différents. A débit constant, la valeur de $\dot{\gamma}_c$ du tableau 6 varie légèrement en fonction de l'instant t et de la position de mesure (thermocouple). Il serait peut-être possible, avec un seul débit (30 cc.s^{-1}), d'identifier une loi de puissance entière en prenant en compte toutes les mesures (pour tous les thermocouples et tous les instants t) dans la fonction de coût lors de la méthode inverse comme dans l'indentation sphérique [153]. On définit J_v la fonction de coût liée à la dissipation visqueuse comme le montre l'équation (52),

$$J_v = \frac{\sum_{j=1}^{N_t} \sum_{i=1}^{N_{Th}} (T_{i,j} - T_{i,j}^*)^2}{N_{Th} N_t} \quad (52)$$

avec N_{Th} le nombre de thermocouples, N_t le nombre d'instants enregistrés, $T_{i,j}$ la température et $T_{i,j}^*$ la température de référence mesurée par le thermocouple numéro i à l'instant numéro j .

Prenons les réponses thermiques d'un matériau avec $n = 0,6$ et $\ln(K) = 7$ comme référence $T_{i,j}^*$. La figure 54 montre l'image de J_v en fonction de n et $\ln(K)$.

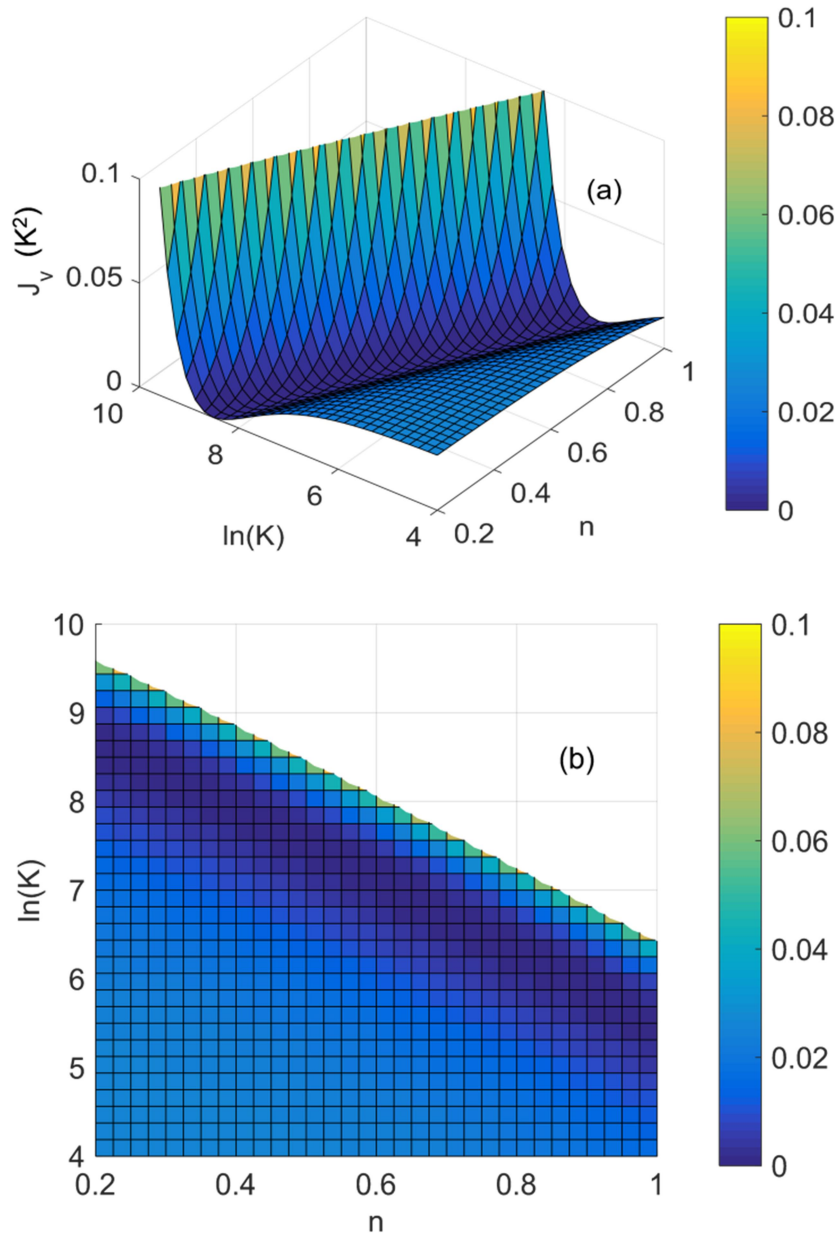


Figure 54 : (a) Vue 3D et (b) vue 2D de J_v en fonction de n et $\ln(K)$ par rapport à la référence [$n = 0,6, \ln(K) = 7$] avec un débit de 30 cc.s^{-1}

Une vallée de minimum, passant par le point $n = 0,6$ et $\ln(K) = 7$, est observée sur la figure 54. Les différentes combinaisons K - n au fond de la vallée donnent des valeurs très faibles de J_v , donc des réponses thermiques $T_{i,j}$ très proches de celles de la référence $T_{i,j}^*$. L'identification d'une loi de puissance complète ne peut être assurée en prenant tout simplement en compte toutes les mesures thermiques dans la fonction de coût, lors de l'analyse de l'auto-échauffement avec un débit constant. Néanmoins, la vallée de minimum de la fonction de coût J_v peut toujours être utilisée pour identifier un point critique de la loi de puissance pour chaque débit différent. En pratique, la direction de la vallée de minimum peut

être obtenue en calculant les directions propres d'une matrice Hessienne lors d'une caractérisation par méthode inverse.

IV.2.2 Convection thermique

Outre la dissipation visqueuse, il y a aussi l'échange de chaleur par convection entre l'écoulement et l'axe central qu'on peut exploiter pour établir une stratégie de méthode inverse. L'efficacité de l'échange par convection dépend non seulement des propriétés thermiques mais aussi du profil de vitesse de l'écoulement. Pour un fluide du type de loi de puissance (viscosité) à un débit Q dans une géométrie annulaire, le profil de taux de cisaillement (53) et (54) en fonction du débit peut être obtenu à partir des équations de taux de cisaillement (9), (10) et de l'expression du débit (13) de la section « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire ».

$$\text{Pour } r \in [\sigma R, \lambda R] \quad \dot{\gamma} = \frac{Q(3n+1)}{\pi n R^{\frac{1+3n}{n}} \left[(1-\lambda^2)^{\frac{1}{n}+1} - \sigma^{1-\frac{1}{n}} (\lambda^2 - \sigma^2)^{\frac{1}{n}+1} \right]} \left(\frac{\lambda^2 R^2}{r} - r \right)^{\frac{1}{n}} \quad (53)$$

$$\text{Pour } r \in [\lambda R, R] \quad \dot{\gamma} = -\frac{Q(3n+1)}{\pi n R^{\frac{1+3n}{n}} \left[(1-\lambda^2)^{\frac{1}{n}+1} - \sigma^{1-\frac{1}{n}} (\lambda^2 - \sigma^2)^{\frac{1}{n}+1} \right]} \left(r - \frac{\lambda^2 R^2}{r} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (54)$$

Puisque λ dépend lui-même du paramètre n de la loi de puissance et du paramètre σ de géométrie (voir la section « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire »), le taux de cisaillement ne dépend que du paramètre n lorsque les paramètres de géométrie et le débit sont fixes. Le profil de vitesse, obtenu en intégrant le profil de taux de cisaillement, ne dépend donc que du paramètre n . C'est-à-dire qu'en exploitant l'échange de chaleur par convection, il est possible de découpler les paramètres K - n de la loi de puissance et d'identifier la pente (paramètre n) de la loi de puissance en échelle logarithmique.

En effet, on ne peut pas dire que dans la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse », il n'y a pas d'échange par convection dans le système, car la dissipation visqueuse a lieu dans l'écoulement et que la température de l'axe central augmente en raison de l'échange par convection, qui apporte la chaleur de l'écoulement vers l'axe central. Cependant, ce phénomène de l'échange par convection ne joue pas un rôle dominant dans la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse », car l'écart de température dû à l'auto-échauffement entre l'écoulement et l'axe central est relativement faible. Il convient de noter que cet écart de température entre l'écoulement et l'axe central n'est pas le même le long l'écoulement à différents instants t . L'échange par convection, dont la puissance est liée à l'écart de température entre l'écoulement et l'axe central, est peut-être la raison pour laquelle $\dot{\gamma}_c$ (dans la

section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») varie légèrement en fonction de la position de thermocouple et du temps d'injection, alors que la dissipation visqueuse ne dépend pas de la position z ni du temps.

Pour étudier la contribution de l'échange de chaleur par convection dans l'estimation de la viscosité, la température d'entrée T_{in} est augmentée de 20 K (qui est une variation de température raisonnable sur une ligne de production [9] sans impliquer la thermo-dépendance de la viscosité pour le Polypropylène PPC 9642 et le Polyéthylène DOWLEX 2042E [85]) dans la prochaine simulation avec un débit à 30 cc.s⁻¹. L'élévation de température au niveau de l'axe central sera due à la convection (de l'écoulement ayant une température à 20 K au-dessus) et à la dissipation visqueuse. Nous introduisons J_{c+v} la fonction de coût liée à la convection et à la dissipation visqueuse comme décrit dans l'équation (55),

$$J_{c+v} = \frac{\sum_{j=1}^{N_t} \sum_{i=1}^{N_{Th}} (\tilde{T}_{i,j} - \tilde{T}_{i,j}^*)^2}{N_{Th} N_t} \quad (55)$$

avec $\tilde{T}_{i,j}$ et $\tilde{T}_{i,j}^*$ pour les différentiel de $T_{i,j}$ et $T_{i,j}^*$ de l'équation (52). Les réponses thermiques d'un matériau avec $n = 0,6$ et $\ln(K) = 7$ sont utilisées comme référence $\tilde{T}_{i,j}^*$. La figure 55 montre l'image de J_{c+v} en fonction de n et $\ln(K)$.

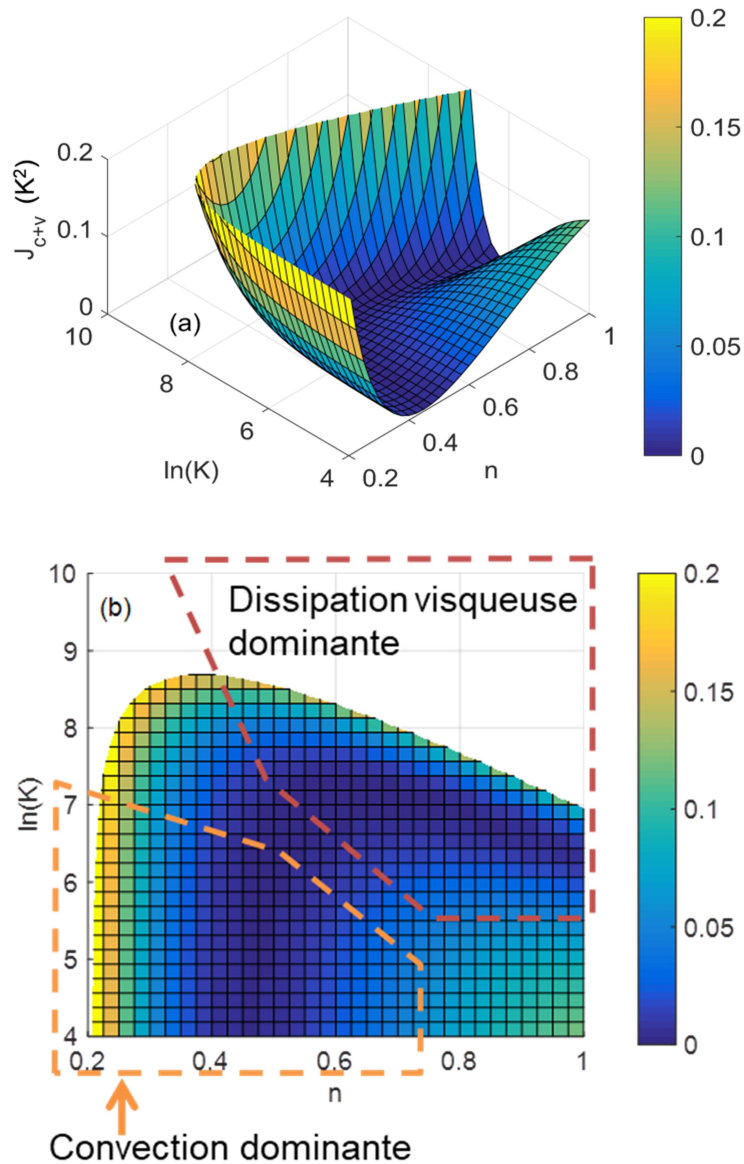


Figure 55 : (a) Vue 3D et (b) vue 2D de J_{c+v} en fonction de n et $\ln(K)$ par rapport à la référence $[n = 0,6, \ln(K) = 7]$ avec un débit de 30 cc.s^{-1}

Dans la figure 55, toutes les valeurs de J_{c+v} au fond de la vallée de minimum courbée sont proches de zéro. On peut repérer une zone où la dissipation visqueuse est dominante. Cette zone, qui représente des matériaux relativement visqueux avec de grandes valeurs de $K-n$, a une partie de la vallée de minimum suivant une direction similaire à celle de la figure 54. Concernant les matériaux relativement fluides avec de faibles valeurs de $K-n$ sur la figure, la valeur de J_{c+v} est insensible au paramètre K . Cette partie de la vallée prend la direction presque perpendiculaire à l'axe n dans cette zone où les matériaux ne peuvent générer une grande dissipation visqueuse de sorte que l'échange thermique par convection est dominant.

Pour confirmer la corrélation de l'échange de chaleur par convection par rapport au paramètre n , nous introduisons alors J_c la fonction de coût liée uniquement à la convection comme le montre l'équation (56).

$$J_c = \frac{\sum_{j=1}^{N_t} \sum_{i=1}^{N_{Th}} [(\tilde{T}_{i,j} - T_{i,j}) - (\tilde{T}_{i,j}^* - T_{i,j}^*)]^2}{N_{Th} N_t} \quad (56)$$

$\tilde{T}_{i,j}$ et $\tilde{T}_{i,j}^*$ sont les températures de la simulation « convection avec dissipation visqueuse » (équation (55)). $T_{i,j}$ et $T_{i,j}^*$ sont les températures de la simulation « dissipation visqueuse » (équation (52)).

Toujours par rapport à la référence $n = 0,6$ et $\ln(K) = 7$, la figure 56 montre l'image de J_c en fonction de n et $\ln(K)$.

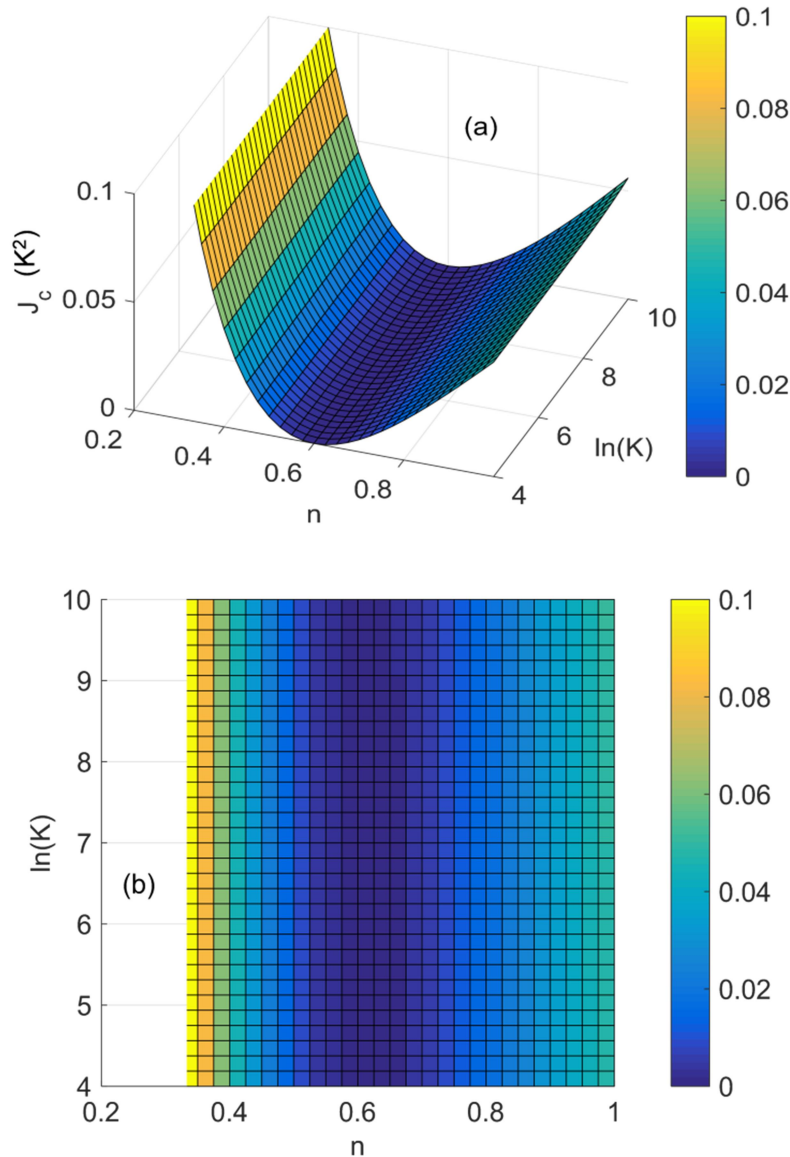


Figure 56 : (a) Vue 3D et (b) vue 2D de J_c en fonction de n et $\ln(K)$ par rapport à la référence [$n = 0,6$, $\ln(K) = 7$] avec un débit de 30 cc.s^{-1}

La figure 56 confirme que l'échange de chaleur par convection est insensible au paramètre K et dépend principalement du paramètre n .

Justification analytique de la soustraction des champs de température dans l'équation (56) :

Lorsqu'on différencie les champs de température entre deux injections ayant le même débit Q et éventuellement la même source de chaleur ϕ dans les domaines solides, l'équation de la chaleur (25) devient l'équation (57) dans le domaine fluide et (58) dans les domaines solides,

$$\rho C_p \left(\frac{\partial \Delta T}{\partial t} + \text{div}(\Delta T \vec{u}) \right) = \text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}} \Delta T) \quad (57)$$

$$\rho C_p \frac{\partial \Delta T}{\partial t} = \text{div}(k \overrightarrow{\text{grad}} \Delta T) \quad (58)$$

avec la variable T remplacée par ΔT . Les termes de la dissipation visqueuse $\bar{\bar{s}}: \bar{\bar{\epsilon}}$ et de la source de chaleur ϕ dans l'équation (25) s'annulent par la différenciation.

S'il n'y a que la température d'entrée T_{in} qui est différente dans ces deux injections, on a à l'entrée de l'écoulement ΔT_{in} comme condition thermique. La condition de Neumann (47), sur la sortie d'écoulement (Γ_{out}) et les parois de sortie (Γ_{wn}), devient $[\partial \Delta T / \partial z = 0]$. Dans le problème différentiel avec la variable ΔT , les conditions de Dirichlet sur les parois solides ainsi que le champ de température initial ont une valeur de zéro kelvin ($\Delta T_w = 0$ et $\Delta T_{init} = 0$). La nouvelle variable ΔT dépend de la condition ΔT_{in} , des diffusivités thermiques $[k/\rho C_p]$ des matériaux (équations (57) et (58)) et du profil de vitesse \vec{u} , qui lui-même dépend du débit et de l'indice de loi de puissance n et du débit Q (équations (53) et (54)).

Dans la pratique, au lieu de chercher à modifier la température de l'écoulement entrant, il est plus réaliste d'appliquer deux différents champs de température initiaux lors de deux injections, avec le même profil de température d'entrée qui est censé être répétable sur une ligne de production. Si la température d'entrée T_{in} reste la même et que les deux injections ont deux champs de température initiaux différents. On a ΔT_{in} ainsi que les conditions de Dirichlet sur les parois solides à zéro kelvin dans le problème différentiel. Le champ de température initial devient $\Delta T_{init}(r, z) \neq 0$. La condition de Neumann (34), sur la sortie d'écoulement (Γ_{out}) et les parois de sortie (Γ_{wn}), s'écrit toujours comme $[\partial \Delta T / \partial z = 0]$. La variable ΔT dépend de la condition initiale $\Delta T_{init}(r, z)$, des diffusivités thermiques $[k/\rho C_p]$ des matériaux (équations (57) et (58)) et du profil de vitesse et donc de l'indice de loi de puissance n et du débit Q (équations (53) et (54)).

Il convient de noter que cette configuration permet la caractérisation de l'indice n sans avoir besoin de connaître précisément les profils de température d'entrée tant qu'ils sont les mêmes lors de ces deux injections. Cela peut être considéré comme un avantage pour la caractérisation en ligne où le profil de température d'entrée est fortement non homogène.

Remarque sur la thermo-dépendance de la viscosité :

Si la thermo-dépendance de la viscosité du matériau est forte, la dissipation visqueuse $\bar{s} : \dot{\epsilon}$ varie à différentes températures. La différenciation des deux injections ayant différents champs de température ne permet pas d'effacer complètement le terme $\bar{s} : \dot{\epsilon}$, mais de diminuer son effet. Il y aura un résidu $\Delta \bar{s} : \dot{\epsilon}$ dans l'équation (57). La fonction de coût a une surface représentative similaire à celle de la figure 55, avec une zone de « Dissipation visqueuse dominante » très réduite.

On peut imaginer un dispositif annulaire avec un axe central qui peut être chauffé, par exemple, par une résistance électrique installée à l'intérieur. Ce dispositif peut avoir un meilleur contrôle sur les champs de température initiaux notamment au niveau de l'axe central pour étudier comment le flux de polymère refroidit l'axe central par convection. Certes, l'axe central chauffant offre également une autre option qui consiste à utiliser différentes puissances de chauffe pendant les injections pour réaliser des problèmes différentiels. Nous pouvons préciser que l'intensité de la convection est faible lorsque l'écart de température entre le solide et l'écoulement est faible. Pour le processus de moulage par injection avec des cycles d'injection courts, il n'est pas idéal de commencer à chauffer l'axe central après le début de l'injection. Afin d'augmenter la sensibilité des mesures thermiques à la convection lors d'un cycle d'injection court, il convient de préchauffer l'axe central pour créer un écart de température par rapport au flux entrant avant l'injection. En pratique, le chauffage de l'axe central peut se faire pendant le maintien et le refroidissement du moulage. On peut ainsi réaliser un cycle répétable de chauffage-refroidissement dans le dispositif annulaire pour la caractérisation thermo-rhéologique dans une ligne de production de moulage par injection.

Nous définissons le mot : « caractérisation différentielle par la convection » pour cette méthode présentée ci-dessus.

IV.2.3 Pression

A un débit Q constant, la perte de charge d'un fluide du type de loi de puissance dans un écoulement annulaire peut être décrite par l'équation (59) à partir de l'expression du débit (13) de la section « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire ».

$$\frac{dp}{dz} = -2K \left[\frac{Q(3n+1)}{\pi n R^{\frac{1+3n}{n}} \left[(1-\lambda^2)^{\frac{1}{n}+1} - \sigma^{1-\frac{1}{n}} (\lambda^2 - \sigma^2)^{\frac{1}{n}+1} \right]} \right]^n \quad (59)$$

La perte de charge dépend linéairement du paramètre K . Puisque λ peut être estimé avec les méthodes présentées dans la section « II.1 Equations d'équilibre pour un écoulement annulaire », nous pouvons confirmer avec l'équation analytique (59) que les courbes d'iso-valeurs de la perte de charge ne sont pas des lignes droites dans l'espace $[n, \ln(K)]$. Cependant, elles peuvent être proches de la vallée de minimum de la fonction de coût de dissipation visqueuse J_v (figure 54) comme le montre la figure 57 où la fonction de coût de perte de charge J_p est écrite comme l'équation (60) avec dp^*/dz la perte de charge de référence pour $n = 0,6$ et $\ln(K) = 7$.

$$J_p = \left(\frac{dp}{dz} - \frac{dp^*}{dz} \right)^2 \quad (60)$$

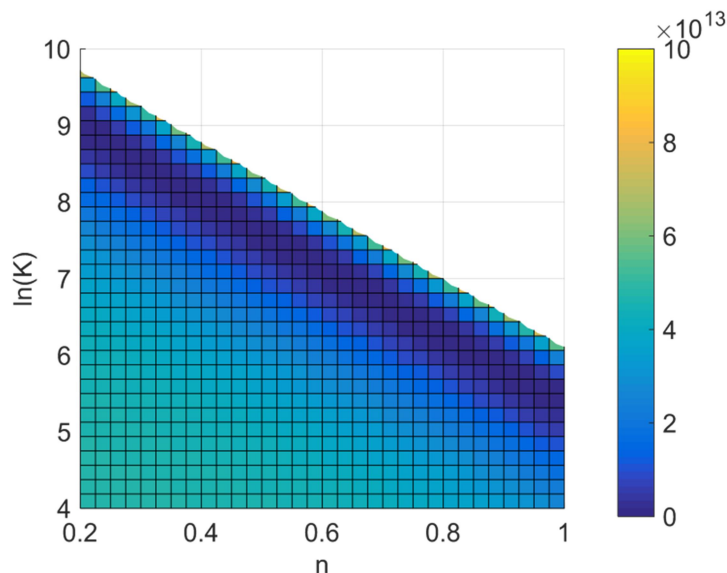


Figure 57 : J_p en fonction de n et $\ln(K)$ par rapport à la référence [$n = 0,6$, $\ln(K) = 7$] avec un débit de 30 cc.s^{-1}

Par conséquent, l'utilisation de J_v (dissipation visqueuse) avec J_p (pression) peut ne pas garantir l'unicité de la solution lors d'une méthode inverse. Cela est cohérent avec

l'observation de Pujos [12] dont la méthode inverse nécessite une bonne initialisation pour converger vers la solution recherchée. Une explication possible est que la perte de charge sous forme de travail mécanique est en effet la source énergie de la dissipation visqueuse, concentrée au niveau de l'axe central où les mesures de températures sont effectuées. La perte de charge peut donc donner une information similaire à celle des mesures de températures sur l'axe central.

Il convient de noter qu'il n'est pas nécessaire d'effectuer la mesure de pression exclusivement dans la partie annulaire. Les mesures de températures, qui bénéficient de la robustesse de mesures grâce à la géométrie annulaire, peuvent être utilisées avec une mesure de perte de charge dans une autre géométrie viscométrique lors de la méthode inverse.

IV.3 Sensibilité des mesures thermiques par rapport à l'incertitude sur la température d'entrée de l'écoulement

Dans nos études de dissipation visqueuse et de convection, il est important d'avoir des conditions limites et initiales fiables dans le modèle pour réaliser la méthode inverse. Or, notre modèle n'a pas de condition limite qui se base sur une température spécifique (par exemple, convection à l'air libre à température ambiante), on peut travailler en température relative par rapport à la température de régulation de la TRAC. Une des incertitudes les plus critiques est la température d'entrée de l'écoulement (par rapport à la température de régulation de la TRAC), qui dépend de divers paramètres sur une ligne de production [9,154]. Par la suite, on étudie l'impact de l'incertitude de la température d'entrée T_{in} sur les mesures thermiques.

IV.3.1 Dissipation visqueuse

On a pris un modèle avec la même température à l'entrée de l'écoulement, à la régulation et à l'état initial [$T_{in} = T_w = T_{init}$] pour étudier la dissipation visqueuse. Une deuxième configuration est proposée avec la température T_{in} augmentée de 0,5 K [$T_{in}^* = T_w + 0,5 \text{ K} = T_{init} + 0,5 \text{ K}$], pour étudier son impact sur les mesures thermiques. Le champ de température de la deuxième configuration soustrait à celui de la première est noté δT et est présenté dans la figure 58.

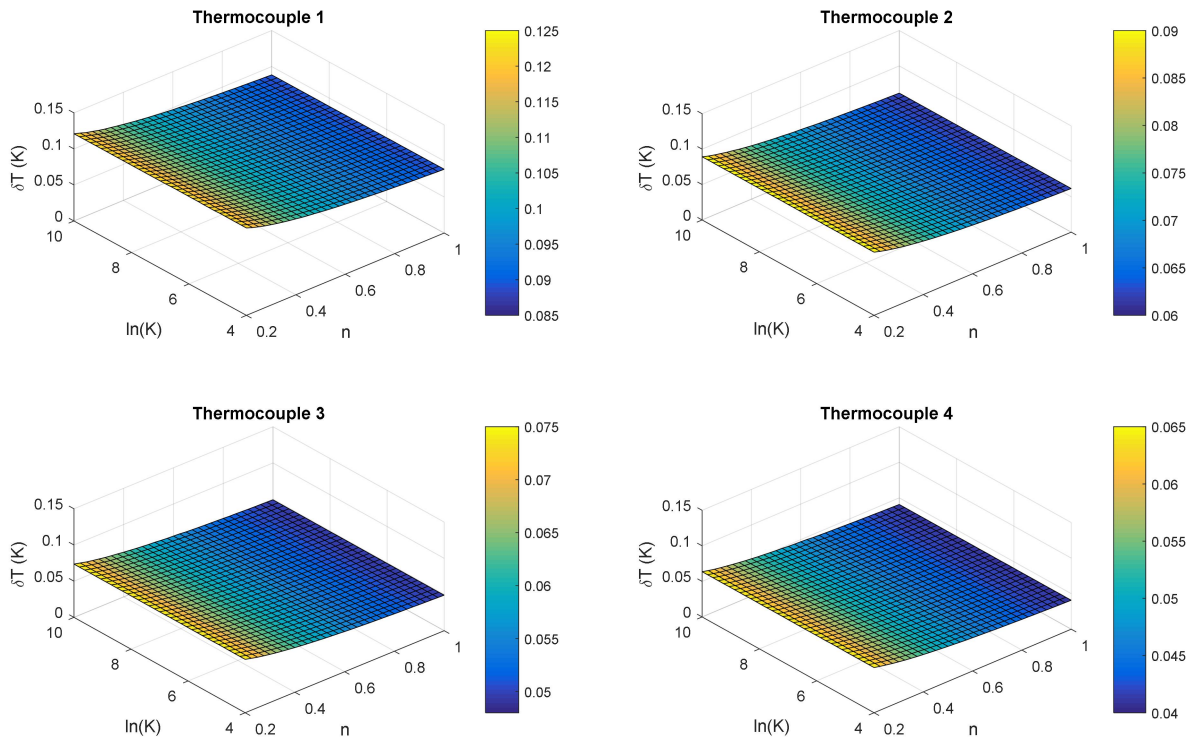


Figure 58 : δT à cause une augmentation de 0,5 K de la température T_{in} à 2 secondes de l'injection

Il convient de noter que la perturbation δT n'est pas fondamentalement différente de la température relative ΔT dans la méthode de caractérisation différentielle par la convection. La sensibilité de cette méthode a une corrélation positive par rapport l'écart de la température entre l'écoulement et l'axe central. Plus l'écart de température est grand, plus la convection est forte. Dans nos configurations, cet écart est plus grand à proximité de l'entrée où l'écoulement est encore proche de sa température initiale.

De même, dans la figure 58, on constate que la perturbation δT due à une augmentation de 0,5 K de la température T_{in} diminue quand on s'éloigne de l'entrée de l'écoulement. Or, plus on est en aval, plus l'augmentation de la température due à la dissipation visqueuse est grande. C'est-à-dire que pour les thermocouples en aval, les mesures sont plus sensibles à la dissipation visqueuse et moins sensible à l'incertitude de T_{in} .

Il est également possible de se projeter vers une démarche qui utilise les thermocouples en aval pour identifier la viscosité par dissipation visqueuse et ceux en amont pour identifier la température d'entrée T_{in} .

IV.3.2 Convection thermique

Concernant la caractérisation différentielle par la convection, on considère deux configurations, avec deux injections dans chaque configuration (problème différentiel). Dans la configuration I, on maîtrise T_{in} à l'entrée de l'écoulement pour les deux injections. Dans la configuration II, T_{in} est perturbé avec une erreur de 0,5 K sur la première injection. (Il convient de noter que si la même erreur est présente dans les deux injections, cette erreur est compensée par la différenciation et n'a aucune influence sur le résultat de la méthode.)

Configuration I : $\Delta T_I = T_1 - T_2$	Configuration II : $\Delta T_{II} = T_1^* - T_2$
<ul style="list-style-type: none"> • T_1 mesurée à la 1^{ère} injection avec [$T_{in} = T_w = T_{init}$]; • T_2 mesurée à la 2^{ème} injection avec T_{init} ou T_{in} modifiée volontairement. 	<ul style="list-style-type: none"> • T_1^* mesurée à la 1^{ère} injection avec [$T_{in}^* = T_w + 0,5 \text{ K} = T_{init} + 0,5 \text{ K}$]; • T_2 identique à celle de la configuration I.

On peut imaginer qu'on utilise la configuration I comme modèle direct, alors que ce qui se passe réellement dans l'expérimentation est la configuration II avec 0,5 K d'erreur sur une des injections. Lorsqu'on calcule $[\Delta T_{II} - \Delta T_I]$ pour étudier l'impact de l'incertitude de T_{in} , on obtient $[\Delta T_{II} - \Delta T_I = (T_1^* - T_2) - (T_1 - T_2) = T_1^* - T_1 = \delta T]$. Dans ce cas-là, on revient à la même perturbation δT présentée dans la figure 58 de la section précédente. Or, comme mentionné dans la section précédente, la convection est plus forte à proximité de l'entrée de l'écoulement dans nos configurations. C'est-à-dire que les thermocouples en amont sont à la fois plus sensibles à la variation du paramètre n (caractérisation différentielle par la convection) mais aussi à l'incertitude de T_{in} .

IV.4 Analyse inverse

Un résumé de plusieurs stratégies d'identification de la viscosité est présenté dans le tableau 7. L'estimation classique de la viscosité capillaire consiste à mesurer la perte de charge avec un débit modulé. D'après les analyses ci-dessus, il est aussi possible d'obtenir une loi de viscosité en utilisant la dissipation visqueuse (fonction de coût J_v) avec un débit modulé sans avoir besoin d'appliquer la correction de Rabinowitsch [155].

Stratégies	Nombre d'injection	Débit	Condition thermique	Pression	Température
Capillaire	>1	Modulé	Fixe	Mesurée	/
J_v	>1	Modulé	Fixe	/	Mesurée
$J_c + J_v$	2	Fixe	Modulée	/	Mesurée
$J_c + J_p$	2	Fixe	Modulée	Mesurée	Mesurée
$J_{c+v} + J_p$	1	/	/	Mesurée	Mesurée

Tableau 7 : Différentes stratégies d'identification de la viscosité

La caractérisation différentielle par la convection (fonction de coût J_c) nécessite deux injections avec une condition thermique modulée (T_{in} ou T_{init}) pour identifier l'indice de loi de puissance n . L'analyse de la dissipation visqueuse peut être effectuée lors de l'une de ces deux injections ainsi que la mesure de perte de charge, pour obtenir une relation entre K et n . Il est donc possible de combiner soit une fonction de coût de perte de charge J_p soit une fonction de coût de dissipation visqueuse J_v avec la fonction de coût de caractérisation différentielle par la convection J_c pour obtenir une solution unique de loi de puissance par méthode inverse à partir de deux injections avec un débit constant (tableau 7).

Avec une seule injection, il est toujours possible d'intégrer la mesure de perte de charge J_p et la mesure thermique J_{c+v} (équation (55), figure 55) lorsque la convection thermique est suffisamment dominante par rapport à la dissipation visqueuse (tableau 7). Un exemple avec des coefficients de pondération est donné par l'équation (61) en utilisant J_{c+v} de la figure 55 et J_p de la figure 57,

$$J_{c+v,p} = \alpha \frac{J_{c+v}}{\frac{\sum_{j=1}^{N_t} \sum_{i=1}^{N_{Th}} (\tilde{T}_{i,j}^* - \tilde{T}_{i,0})^2}{N_{Th} N_t}} + \beta \frac{J_p}{\left(\frac{dp^*}{dz}\right)^2} \quad (61)$$

avec $\alpha = 5$, $\beta = 0,1$ et $\tilde{T}_{i,0}$ la température initiale à $t = 0$ s mesurée par le thermocouple numéro i . Il existe de nombreuses approches pour adimensionner les termes dans l'équation (61). Ici, le terme J_{c+v} est divisé par la différence des moindres carrés des mesures de référence $\tilde{T}_{i,j}^*$ par rapport au champ de température initial $\tilde{T}_{i,0}$. Le terme J_p lié à la pression est divisé par $(dp^*/dz)^2$. Les coefficients de pondération sont choisis arbitrairement. La figure 59 montre l'image de $J_{c+v,p}$ obtenue par l'équation (61). Un minimum global peut être observé sur la figure 59.

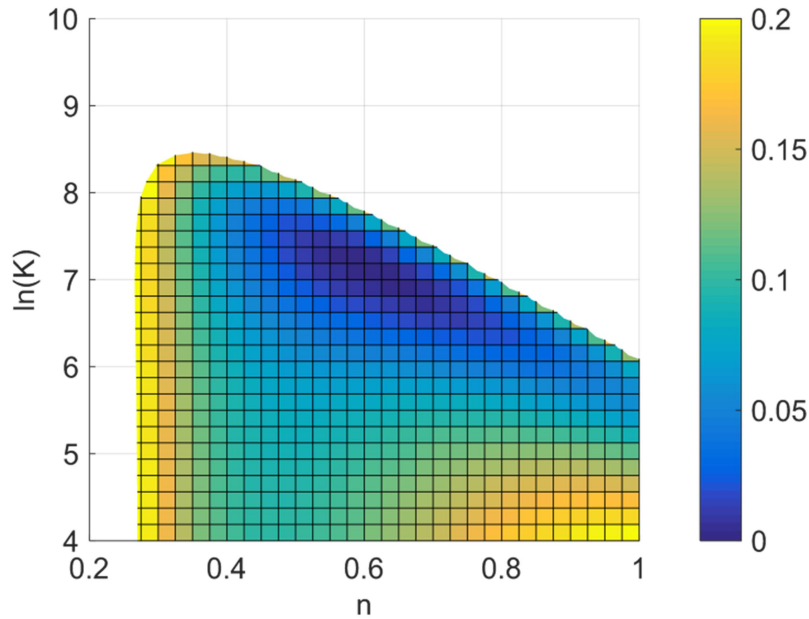


Figure 59 : $J_{c+v,p}$ en fonction de n et $\ln(K)$ par rapport à la référence [$n = 0,6$, $\ln(K) = 7$] avec un débit de 30 cc.s^{-1}

IV.4.1 Démonstration de la méthode inverse

A débit constant à 30 cc.s^{-1} , une caractérisation virtuelle par méthode inverse est effectuée sur la fonction de coût décrite par l'équation (61). L'algorithme du gradient conjugué (version de Polak-Ribière [133]) couplé aux conditions fortes de Wolfe [134,135] est choisi (voir la section « II.3.1 Algorithme du gradient conjugué »). La version de Polak-Ribière permet de réinitialiser la base des directions conjuguées (effectuées historiquement) en prenant une nouvelle direction initiale à partir du point actuel [131], lorsque la direction prise dans l'itération précédente n'est pas suffisamment exploitée. Le gradient est calculé numériquement dans l'espace $[n, \ln(K)]$. Le matériau à caractériser est le Polypropylène avec $K = 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$. Le point initial (point de départ) de la méthode inverse est choisi pour $K = 5000 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,5$. Le résultat et les itérations de la caractérisation virtuelle sont présentés dans la figure 60 et le tableau 8.

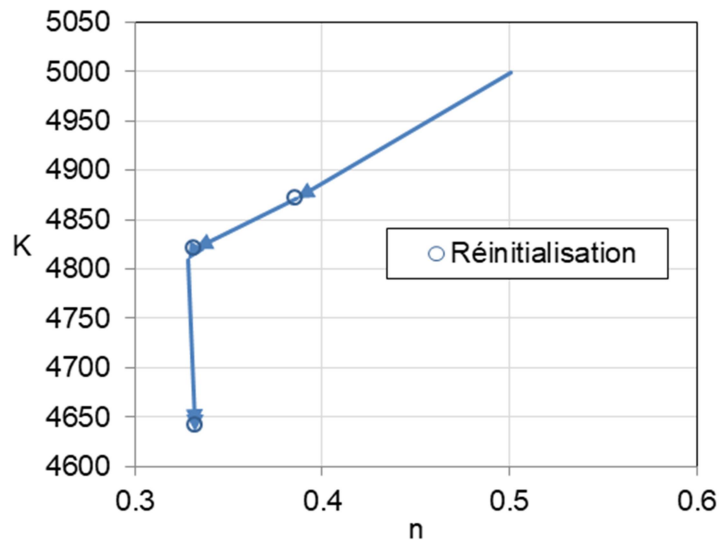


Figure 60 : Historique (chemin) de la caractérisation virtuelle par méthode inverse (gradient conjugué) avec $K = 5000 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,5$ comme point initial et un débit constant à 30 cc.s^{-1}

Itération	$K \text{ (Pa.s}^n\text{)}$	n	$J_{c+v,p}$
0	5000,00	0,5000	1,81E-01
1	4872,46	0,3857	1,26E-02
2	4821,55	0,3317	2,36E-04
3	4810,70	0,3278	1,74E-04
4	4642,36	0,3321	5,05E-07
5	4641,69	0,3319	1,14E-07
6	4639,97	0,3319	2,84E-08
7	4636,28	0,3320	3,28E-09

Tableau 8 : Historique de la caractérisation virtuelle par méthode inverse (gradient conjugué) avec $K = 5000 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,5$ comme point initial et un débit constant à 30 cc.s^{-1}

L'algorithme s'arrête lorsque le pas de la septième itération est inférieur à un critère (0,1 sur le paramètre K et 0,0001 sur le paramètre n). Puisque le pas de chaque itération est estimé numériquement avec une erreur numérique inévitable, la caractérisation virtuelle trouve $K = 4636,28 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$ au lieu de $K = 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$. Lors de l'utilisation des paramètres identifiés K et n dans le modèle cylindrique ou annulaire (équation (13)), cette erreur de 0,005% sur K conduit à une erreur de 0,005% sur la prédiction de la perte de pression.

Dans la partie suivante, plusieurs points initiaux de K - n sont testés pour vérifier la robustesse de cette méthode. Les résultats sont présentés dans le tableau 9 et dans la figure 61.

K initial (Pa.s ⁿ)	n initial	Nombre d'itération	K final (Pa.s ⁿ)	n final	$J_{c+v,p}$	Erreur sur la prédiction de pression
5000	0,50	7	4636,28	0,3320	3,28E-09	0,005%
5000	0,20	6	4634,85	0,3321	8,30E-09	0,013%
2000	0,50	12	4636,70	0,3321	2,33E-08	0,038%
2000	0,20	12	4634,38	0,3321	1,51E-08	0,022%
8000	0,35	7	4635,23	0,3321	6,09E-09	0,011%

Tableau 9 : Caractérisations virtuelles par méthode inverse (gradient conjugué) avec différents points initiaux de K - n et un débit constant à 30 cc.s⁻¹

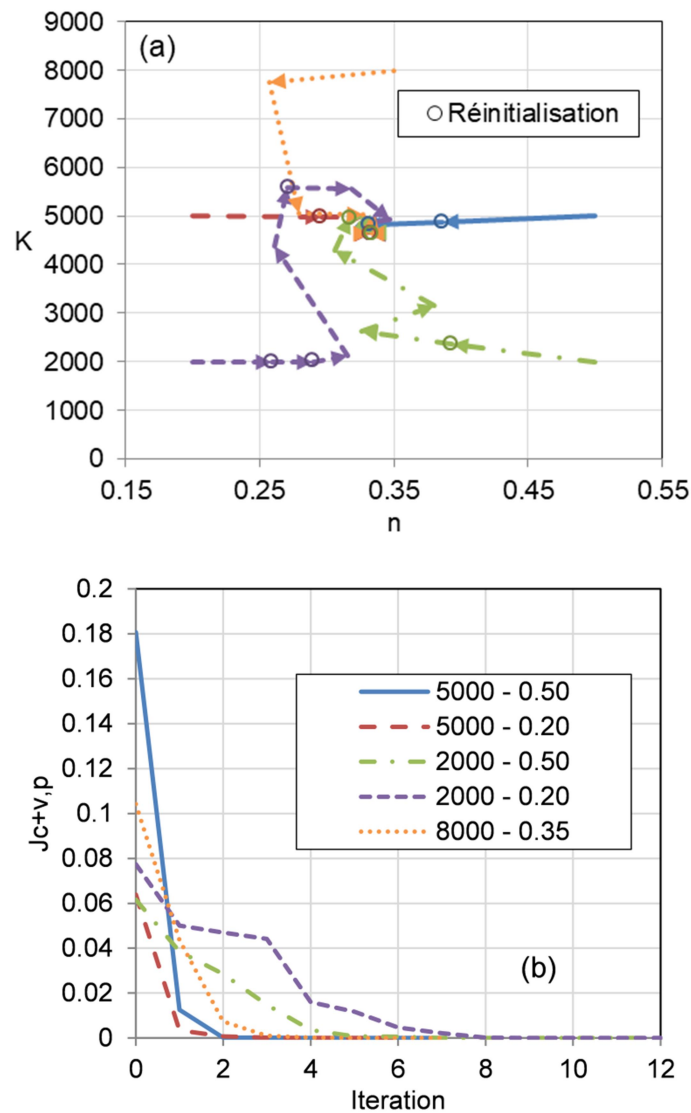


Figure 61 : (a) Chemins des caractérisations virtuelles et (b) histoire de $J_{c+v,p}$ avec différents points initiaux de K - n et un débit constant à 30 cc.s⁻¹

En raison de la complexité de la surface de la fonction de coût, l'efficacité de l'algorithme du gradient conjugué dépend du point initial. Malgré les points initiaux différents, l'algorithme

arrive toujours à des valeurs K - n proches de celles recherchées ($K = 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$) après une dizaine d'itérations. La plus grande erreur sur la prédiction de la perte de pression dans la même géométrie en utilisant les résultats (paramètres identifiés) de la caractérisation virtuelle est de 0,0381% parmi les tests démontrés.

Avec notre modèle numérique, chaque itération prend environ 40 minutes pour calculer cinq simulations pour l'estimation du gradient (différences centrales). Une amélioration possible est de remplacer notre modèle numérique par un modèle d'ordre réduit [156–158], qui réduira significativement le temps de calcul.

IV.4.2 Analyse d'erreur de la méthode démontrée

Une étude d'erreur est réalisée en introduisant une « incertitude de mesure de pression ». La pression de référence (pour $K = 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$) est augmentée de 15%. Avec les mêmes points initiaux, les résultats de la caractérisation sont présentés dans le tableau 10.

K initial (Pa.s ⁿ)	n initial	Nombre d'itération	K final (Pa.s ⁿ)	n final	$J_{c+v,p}$	Erreur sur la prédiction de pression
5000	0,50	4	4882,27	0,3498	7,22E-05	14,36%
5000	0,20	8	4881,26	0,3499	7,22E-05	14,35%
2000	0,50	10	4882,63	0,3498	7,23E-05	14,38%
2000	0,20	9	4885,04	0,3498	7,23E-05	14,40%
8000	0,35	7	4882,56	0,3498	7,21E-05	14,34%

Tableau 10 : Caractérisations virtuelles par méthode inverse (gradient conjugué) incluant une « incertitude artificielle de mesure de pression » avec différents points initiaux de K - n et un débit constant à 30 cc.s^{-1}

Avec « l'incertitude de mesure », les caractérisations prennent à peu près le même nombre d'itérations pour arriver à la solution finale. Le tableau 10 montre que les valeurs finales de K et n sont augmentées en raison de la pression de référence accrue. Les erreurs de prédiction de perte de pression dans la même géométrie en utilisant les paramètres identifiés sont légèrement inférieures à 15%, ce qui est raisonnable avec 15% d'incertitude de mesure de pression dans la fonction de coût pondérée (61). Comme les résultats du tableau 9, les valeurs finales de $J_{c+v,p}$ et les paramètres identifiés K - n dans le tableau 10 varient peu en fonction des points initiaux, ce qui montre à nouveau la robustesse de la méthode à différents points initiaux.

Sans aucune « incertitude de mesure de pression », un autre volet parallèle de l'étude d'erreur est réalisé en ajoutant des « incertitudes de mesure de température » aux données de température de référence (pour $K = 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$). Les « incertitudes de mesure de

température » sont créées en utilisant une distribution normale centrée avec un écart-type de 0,3 K. Les résultats de la caractérisation sont présentés dans le tableau 11.

K initial (Pa.s ^{<i>n</i>})	n initial	Nombre d'itération	K final (Pa.s ^{<i>n</i>})	n final	$J_{c+v,p}$	Erreur sur la prédiction de pression
5000	0,50	3	4589,79	0,3308	1,089E-01	-1,56%
5000	0,20	4	4527,30	0,3401	1,085E-01	1,38%
2000	0,50	5	4536,07	0,3429	1,086E-01	2,92%
2000	0,20	10	4410,23	0,3445	1,084E-01	0,78%
8000	0,35	5	4434,43	0,3442	1,085E-01	1,19%

Table 11 : Caractérisations virtuelles par méthode inverse (gradient conjugué) incluant des « incertitudes artificielles de mesure thermique » avec différents points initiaux de K - n et un débit constant à 30 cc.s⁻¹

L'algorithme est arrêté lorsque la valeur de $J_{c+v,p}$ descend en dessous de 0,1089, qui est l'erreur résiduelle sur la cible ($K = 4636$ Pa.s^{*n*} et $n = 0,332$) dans notre cas (fonction de coût pondérée (61)). En effet, les incertitudes sur les mesures thermiques font apparaître une erreur résiduelle si bien que $J_{c+v,p}$ ne peut pas être améliorée dans une certaine zone autour de la cible. Une fois que l'algorithme entre dans ce domaine, il est inutile de poursuivre la caractérisation inverse. En pratique, les critères d'arrêt doivent être fixés en fonction de l'écart des incertitudes. Dans le tableau 11, les valeurs absolues des erreurs de prédiction de perte de charge dans la même géométrie en utilisant les paramètres identifiés sont inférieures à 3%. Par rapport à ceux des tableaux 9 et 10, les paramètres K - n identifiés dans le tableau 11 varient davantage en fonction des points initiaux du fait de l'erreur résiduelle. En termes de vitesse de convergence, le point de départ à faible viscosité ($K = 2000$ Pa.s^{*n*} et $n = 0,2$) nécessite le plus d'itérations pour arriver à la solution finale. Ce point de départ emprunte également le chemin le moins efficace dans la figure 61a.

Pour compléter l'analyse des erreurs, les variations de la fonction coût sous l'influence des incertitudes de mesure sont illustrées dans la figure 62. La référence $J_{c+v,p}$ du Polypropylène ($K = 4636$ Pa.s^{*n*} et $n = 0,332$) sans l'incertitude de mesure est représentée en lignes continues d'iso-valeurs. $J_{c+v,p}$ avec une augmentation de 15% sur la mesure de pression est présentée en lignes discontinues d'iso-valeurs. $J_{c+v,p}$ avec des incertitudes sur les mesures de température, suivant une distribution normale centrée avec un écart-type de 0,3 K, est présentée en lignes pointillées d'iso-valeurs. Trois couleurs de ligne représentent les iso-valeurs de 0,003, 0,112 et 0,2. Nous précisons que la ligne d'iso-valeur 0,003 n'existe pas pour la fonction de coût avec des incertitudes sur les mesures de température.

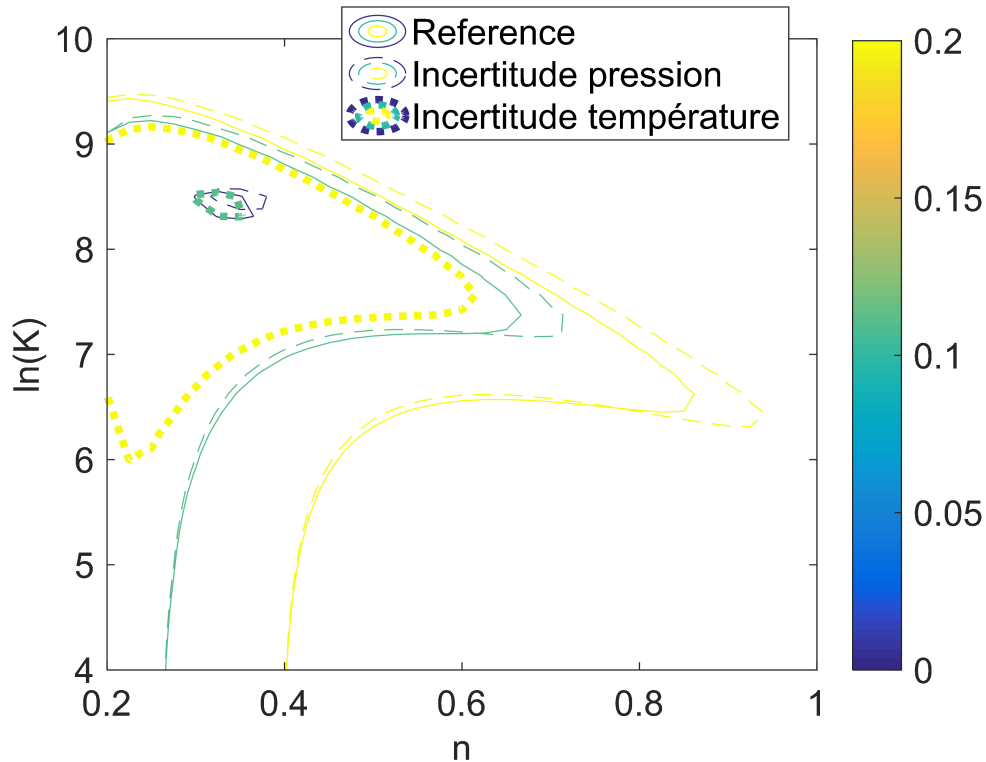


Figure 62 : Variations de la fonction de coût $J_{c+v,p}$ due à une augmentation de 15% sur la mesure de pression et aux incertitudes sur les mesures de températures (suivant une loi normale centrée avec un écart-type de 0,3 K) du Polypropylène avec $K= 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$

La référence $J_{c+v,p}$ de la figure 62 est similaire à celle de la figure 59, avec une confluence de la « vallée verticale de convection » et de la « vallée inclinée de mesure de pression ». L'augmentation de 15% sur la mesure de pression déplace la « vallée inclinée » en haut et à droite de la figure 62. Le contour discontinu d'iso-valeur 0,003 est nettement décalé vers cette zone par « l'incertitude de mesure de pression ». Quant aux incertitudes sur les mesures de température, bien qu'une erreur résiduelle soit induite par les incertitudes suivant une loi normale centrée, le contour en pointillé d'iso-valeur 0,112 reste proche du contour continu de référence d'iso-valeur 0,003. Les surfaces 3D des fonctions de coût de la figure 62 sont représentées sur la figure 63 ((a) pour les « incertitudes de mesure de pression » et (b) pour les « incertitudes de mesure de température »). La surface de référence est en transparence.

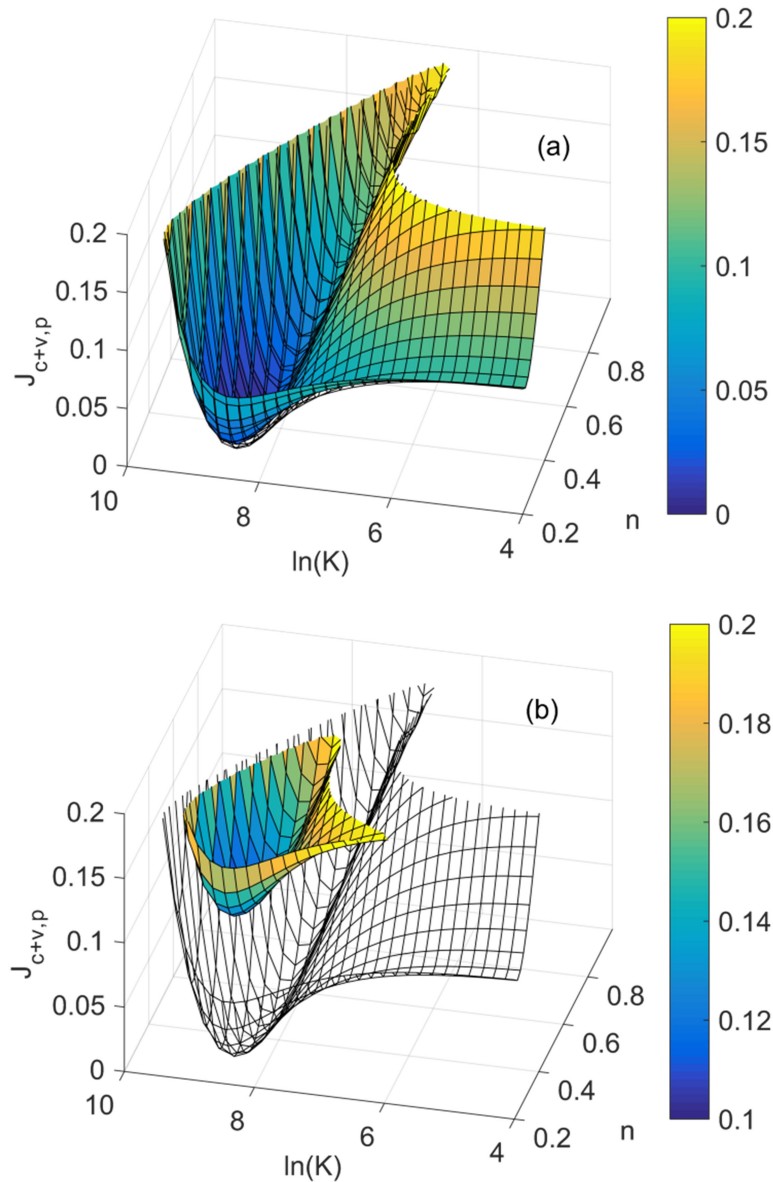


Figure 63 : Vues 3D de la variation de la fonction de coût $J_{c+v,p}$ due (a) à l'augmentation de 15% sur la mesure de pression et (b) aux incertitudes sur les mesures de températures (suivant une distribution normale centrée avec un écart-type de 0,3 K) de Polypropylène avec $K= 4636 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,332$

La figure 63a confirme la légère déformation de la surface de la fonction de coût due à l'incertitude sur la mesure de pression. La déformation est contrainte par la « vallée verticale de convection », qui reste quasiment immobile lorsque les valeurs de $\ln(K)$ et n sont proche de 4 et 0,2. Sur la figure 63b, les incertitudes sur les mesures de températures suivant une distribution normale centrée aplatissent les vallées de minimum et créent une erreur résiduelle. Aucun minimum local n'est observé en présence d'incertitudes.

IV.5 Conclusion

Un modèle direct est présenté dans ce chapitre et utilisé pour exploiter la corrélation entre les phénomènes thermo-rhéologiques et les paramètres de viscosité.

En analysant la dissipation visqueuse via les mesures de températures sur l'axe central pendant une injection à débit constant, un point critique $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ peut être identifié sur la courbe de viscosité. D'autres points critiques peuvent être obtenus en modulant le débit. Bien que le nuage de points soit obtenu avec le modèle de loi de puissance, il est possible de tracer une courbe à partir du nuage de points sans utiliser de modèle rhéologique prédéfini.

La convection thermique entre l'écoulement et l'axe central peut être favorisée lorsque l'écoulement arrive dans la TRAC à une température différente de la température initiale de l'axe. Ce phénomène de convection est sensible au paramètre n de la loi de puissance et insensible à l'autre paramètre K . Pour un matériau visqueux qui induit un auto-échauffement important, il est possible de différencier deux injections avec deux températures d'entrée différentes ou avec deux champs de température initiale de l'axe central différents, pour enlever l'influence de la dissipation visqueuse afin d'étudier la convection seule. Dans cette thèse, nous appelons cette stratégie : la caractérisation différentielle par la convection. La caractérisation différentielle par la convection avec différents champs de température initiale de l'axe central peut être réalisée sans avoir besoin de connaître précisément les profils de température d'entrée, tant qu'ils sont similaires pendant ces deux injections. Une solution technique consiste à introduire une source de chaleur dans l'axe central (par exemple, par une résistance électrique) pour modifier le champ de température de l'axe central. Il est à noter que si l'auto-échauffement n'est pas trop dominant par rapport à la convection thermique, une seule injection suffit pour utiliser le phénomène de convection thermique dans la méthode inverse.

La perte de charge dépend linéairement du paramètre K de la loi de puissance, ce qui permet d'utiliser cette mesure de pression avec l'analyse de la convection thermique, qui identifie seulement le paramètre n , pour identifier une loi de puissance complète. Cependant, la perte de pression donne presque la même information que la dissipation visqueuse. Nous pouvons utiliser l'analyse de la convection thermique avec l'analyse de l'auto-échauffement ou la mesure de perte de charge pour réaliser l'identification avec un débit constant.

Dans la dernière section de ce chapitre, un exemple de fonction de coût pondérée est donné pour un matériau fictif et montre un minimum unique dans la plage de viscosité étudiée. Avec les paramètres de loi de puissance du Polypropylène, une caractérisation inverse virtuelle est

démontrée et permet d'obtenir théoriquement une précision et une robustesse satisfaisantes. Une analyse d'erreur est également réalisée en prenant en compte les incertitudes de mesure. Aucune menace majeure pour la stabilité de la méthode démontrée n'est observée. Malgré cela, des expérimentations doivent être réalisées sur un dispositif réel pour vérifier le fonctionnement des méthodes mentionnées dans une application réelle.

Chapitre V. Expérimentation et application de la méthode inverse

Dans ce chapitre, des expérimentations sont réalisées avec la TRAC (« Thermo-Rhéologie Annular Cell »). Une première campagne d'essais est réalisée pour étudier la réponse des capteurs de pression et de température. Ensuite, la stabilité des processus de plastification d'une presse à injecter est étudiée à l'aide de la TRAC. Cette partie est publiée dans une revue internationale [159] et n'est pas détaillée dans la thèse. Enfin, la TRAC est utilisée pour réaliser du monitoring et pour identifier la viscosité des polymères à partir des mesures de températures sur une machine d'injection.

V.1 Matériel expérimental

Les premiers tests consistent à vérifier les mesures des thermocouples T_{0-4} sur l'axe central de la TRAC. Lors de ces essais, seul l'axe central est baigné dans la glace fondante ou dans un bain d'huile (avec la machine « Thermo Scientific™ Arctic A40/AC200 » présentée dans la figure 64).

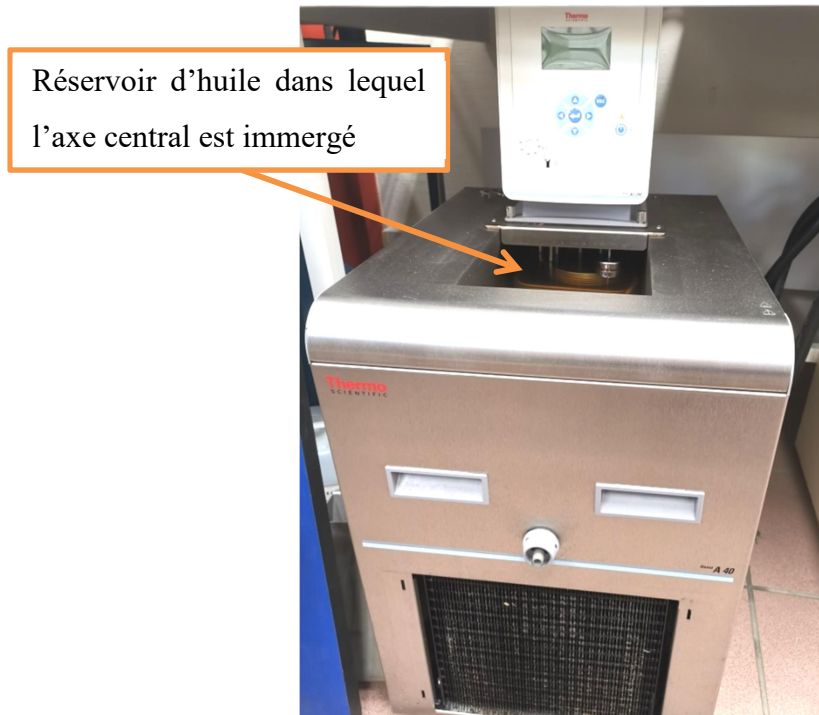


Figure 64 : Photo de la machine « Thermo Scientific™ Arctic A40/AC200 »

Ensuite, l'ensemble de la TRAC (avec l'axe central inséré dans le canal) est monté, en aval du fourreau à la place de la buse d'injection, sur une presse d'injection « MILACRON ELEKTRON 50 » dont le moule est retiré (figure 65a). L'unité d'injection est « IU-300 » avec un volume maximal de 113 cc et un débit maximal de 117 cc.s^{-1} . Le diamètre et la course de la vis sont de 30 mm et de 160 mm respectivement. En réalité, on n'utilise pas toute la course de la vis. Le volume réel injecté est inférieur à 113 cc. La vitesse de plastification est de 18 g.s^{-1} .

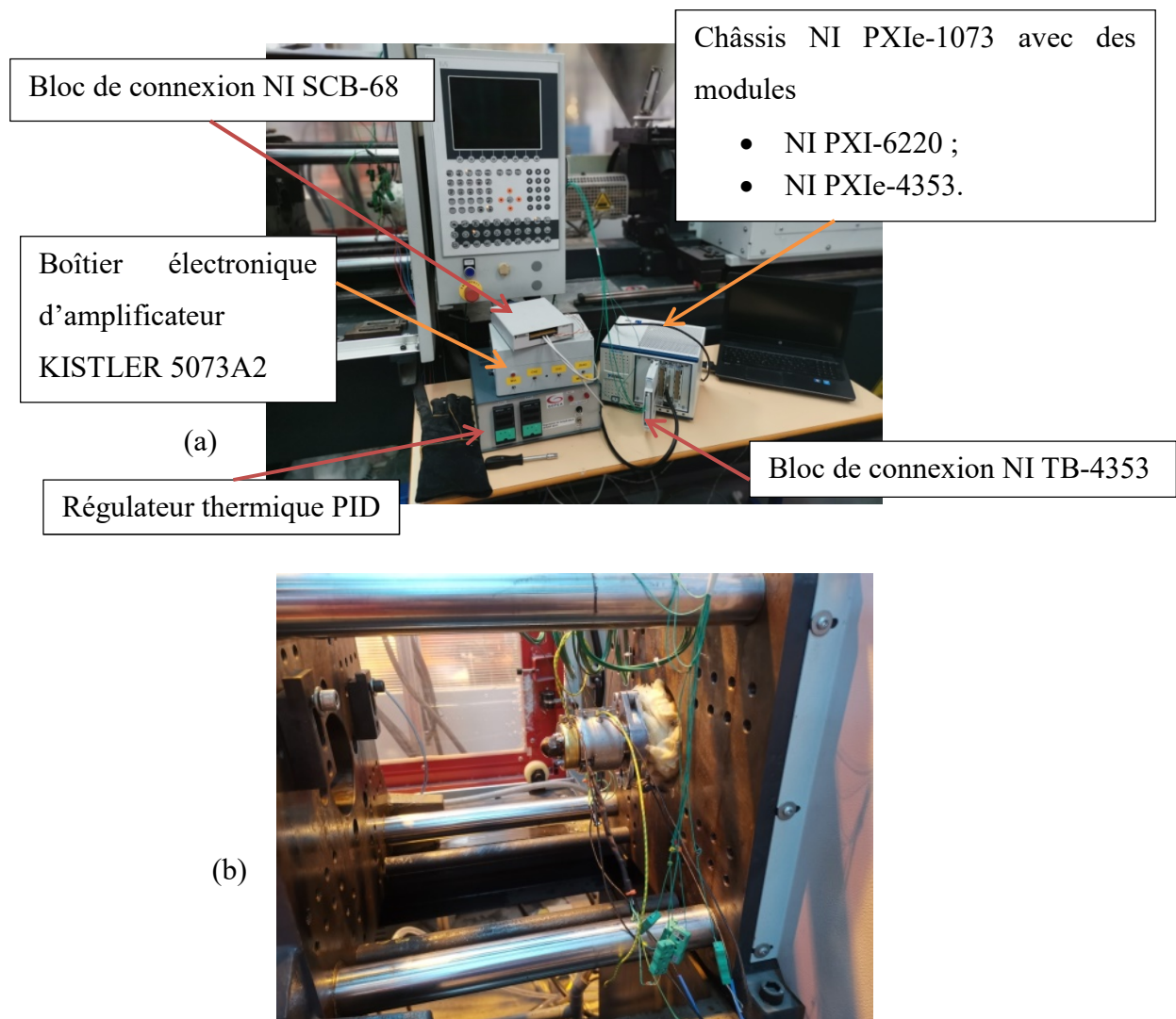


Figure 65 : (a) Vue de la presse avec les matériels d'expérimentation sur une table à côté et (b) zoom sur la TRAC montée sur la presse d'injection

L'appareil que nous utilisons pour enregistrer les signaux est le châssis « National Instruments PXIe-1073 », avec le module « PXIe-4353 » connecté au bloc de connexion « TB-4353 » pour les thermocouples et le module « PXI-6220 » connecté au bloc de connexion « SCB-68 » pour les capteurs de pression.

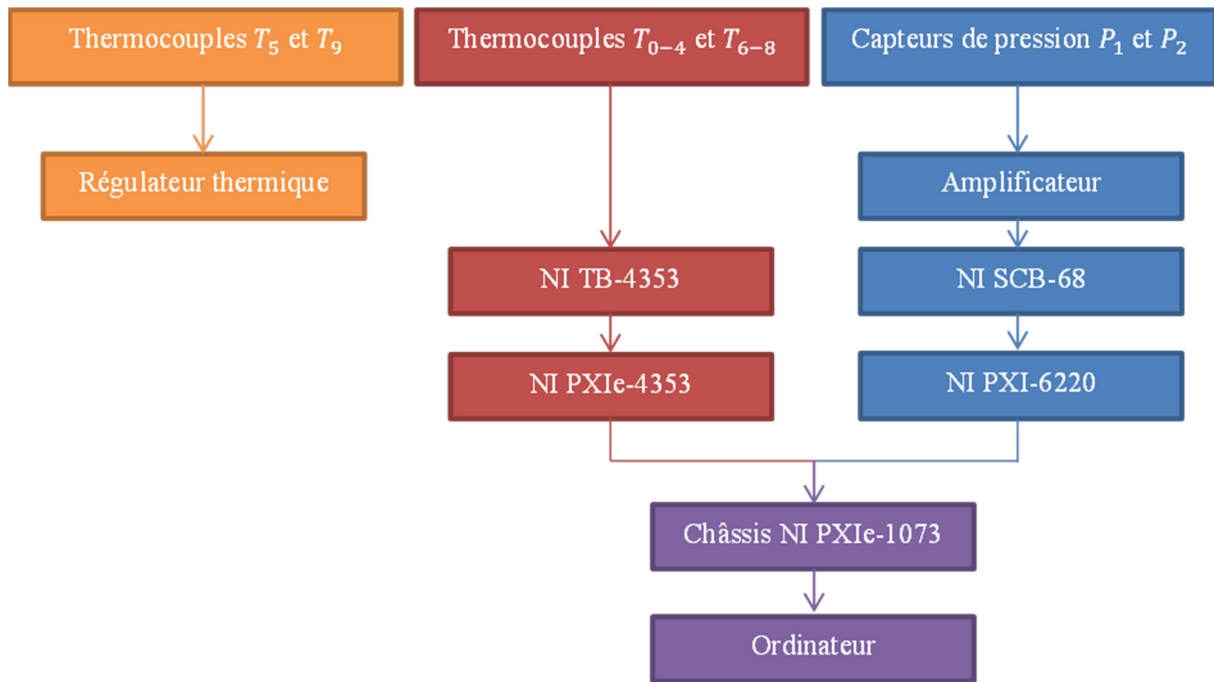


Figure 66 : Schéma connectique des capteurs de la TRAC

Un régulateur PID développé en interne est utilisé pour contrôler les deux colliers chauffants séparément. Un amplificateur KISTLER 5073A2 est utilisé pour le traitement de signal de nos capteurs de pression KISTLER 6159A.

V.2 Qualification des incertitudes des capteurs

Dans cette section, on vérifie les incertitudes des capteurs connectés à l'équipement d'acquisition présenté ci-dessus.

V.2.1 Thermocouple

Des mesures de calibration sont réalisées pour mieux connaître les incertitudes des thermocouples T_{0-4} qui mesurent les températures sur l'axe central. Les incertitudes des thermocouples T_{5-9} ont peu d'impact sur l'étude de cette thèse qui exploite principalement les mesures sur l'axe central. Nous rappelons que les thermocouples T_{5-9} mesurent le profil de température de la paroi extérieure de la TRAC, et que les mesures de températures au niveau de l'axe central sont théoriquement insensibles aux perturbations thermiques externes venant de la direction radiale, grâce à l'écoulement de polymère autour de l'axe avec un grand nombre de Graetz (voir la section « III.1.3 Robustesse des mesures à l'axe central »).

Pendant ces essais, l'axe central instrumenté est démonté et isolé du reste de la TRAC et trempé dans un bain d'huile (avec la machine « Thermo Scientific™ Arctic A40/AC200 ») et dans la glace fondante. La plage de températures de test est de 0 °C à 160 °C pour éviter

l'ébullition de l'huile de silicone. Bien que cette plage de températures soit en dessous de la température de production de la plupart des polymères et qu'il existe des étuves dans lesquelles la température peut monter au-delà de 160 °C, le champ de température dans les étuves a été constaté non homogène pendant des tests préliminaires. En effet, le circuit d'huile dans le réservoir de la machine « Thermo Scientific™ Arctic A40/AC200 » aide à homogénéiser le champ de température autour de l'axe central immergé dans le bain (figure 64).

Pour montrer l'homogénéité du champ de température dans le bain d'huile, un test est réalisé avec l'axe central orienté dans quatre différentes directions (est, nord, ouest et sud) dans le bain d'huile régulé à 50 °C. Le résultat est présenté dans le tableau 12.

Orientation	T_0 (°C)	T_1 (°C)	T_2 (°C)	T_3 (°C)	T_4 (°C)	Moyenne de T_{1-4} (°C)	$T_0 - \frac{1}{4} \sum_{i=1}^4 T_i$ (°C)
Est	49,65	50,01	49,95	50,09	50,01	50,02	-0,36
Nord	49,70	50,09	50,07	50,15	50,09	50,10	-0,40
Ouest	49,65	50,00	49,97	50,10	50,02	50,02	-0,37
Sud	49,74	50,10	50,06	50,19	50,08	50,11	-0,36

Tableau 12 : Test des thermocouples T_{0-4} avec quatre différentes orientations de l'axe central dans le bain d'huile avec une consigne à 50 °C

Le tableau 12 montre que les températures mesurées par chaque thermocouple ne dépendent pas de l'orientation de l'axe central. Le champ de température est bien homogène dans le bain d'huile. Les thermocouples T_{1-4} (diamètre 0,2 mm) mesurent une température proche de celle de consigne. Cependant, les mesures du thermocouple T_0 (chemisé, diamètre 0,5 mm) sont constamment décalées par rapport à celles des thermocouples T_{1-4} (non chemisés, diamètre 0,2 mm). On rappelle que la sonde chemisée du thermocouple T_0 est choisie pour avoir une meilleure résistance mécanique à l'écoulement frontal. Un décalage de la mesure du thermocouple T_0 par rapport à celles des T_{1-4} est aussi constaté dans la glace fondante (tableau 13).

Glacé fondante	T_0 (°C)	T_1 (°C)	T_2 (°C)	T_3 (°C)	T_4 (°C)
Moyenne	0,69	0,02	-0,02	0,05	0,03
Ecart-type	0,031	0,023	0,024	0,021	0,026

Tableau 13 : Test des thermocouples T_{0-4} dans la glace fondante

Des mesures complémentaires sont réalisées dans le bain d'huile et à température ambiante pour observer le comportement du thermocouple T_0 par rapport à T_{1-4} . Le résultat est présenté dans le tableau 14. Le décalage de mesure du thermocouple T_0 en fonction de la température moyenne mesurée par les thermocouples T_{1-4} est tracé dans la figure Thermocouple.

Moyenne de T_{1-4} (°C)	T_0 (°C)	T_1 (°C)	T_2 (°C)	T_3 (°C)	T_4 (°C)	$T_0 - \frac{1}{4}\sum_{i=1}^4 T_i$ (°C)
19,56	19,55	19,52	19,52	19,59	19,60	-0,01
30,30	30,18	30,30	30,25	30,36	30,29	-0,12
40,00	39,71	39,99	39,96	40,06	40,00	-0,29
50,02	49,65	50,01	49,95	50,09	50,01	-0,36
60,01	59,47	59,99	59,98	60,06	60,01	-0,54
70,06	69,50	70,03	70,03	70,12	70,06	-0,56
75,18	74,68	75,19	75,12	75,25	75,17	-0,50
79,87	79,39	79,86	79,85	79,93	79,85	-0,48
89,91	89,54	89,91	89,89	89,96	89,88	-0,37
100,00	99,71	100,00	99,96	100,06	99,96	-0,29
109,81	109,76	109,81	109,80	109,87	109,78	-0,05
119,80	119,93	119,83	119,73	119,85	119,78	0,14
129,54	129,96	129,58	129,47	129,60	129,52	0,42
139,55	140,37	139,58	139,54	139,57	139,52	0,82
149,29	150,52	149,32	149,28	149,30	149,25	1,23
154,25	155,73	154,31	154,24	154,26	154,22	1,48
157,21	158,90	157,24	157,20	157,21	157,18	1,69

Tableau 14 : Test des thermocouples T_{0-4} à température ambiante (première ligne) et dans le bain d'huile

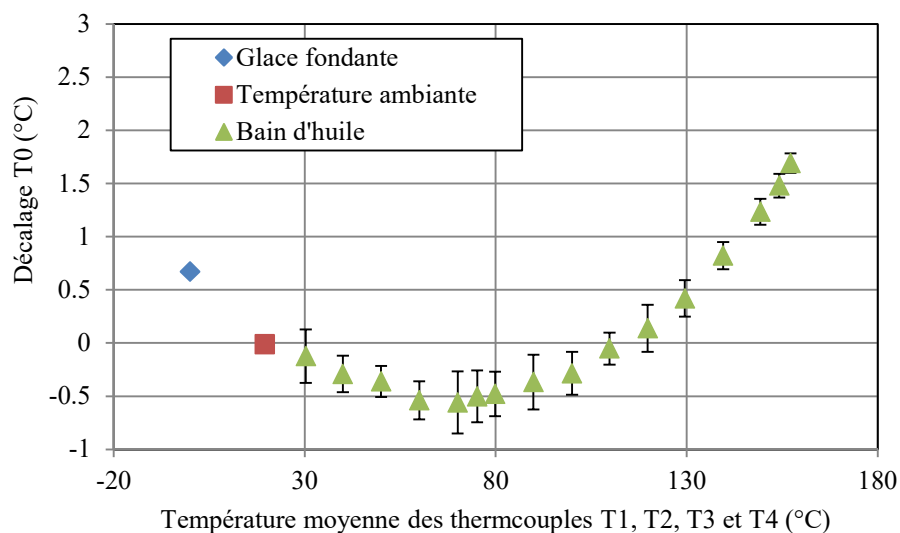


Figure 67 : Décalage de mesure de T_0 par rapport à la moyenne des thermocouples T_{1-4} dans la glace fondante, à température ambiante et dans le bain d'huile (écart-type de mesure présenté en barre d'erreur)

Les écarts-types de mesure pour les tests dans la glace fondante et à température ambiante (0,02 K et d 0,03 K) sont très faibles et masqués par les symboles dans la figure Thermocouple. Même avec des corrections manuelles sur les mesures de T_0 , la précision de ces corrections n'est pas suffisante pour qu'on puisse utiliser les mesures de T_0 dans la méthode inverse. Cependant, les précisions des thermocouples T_{1-4} , ayant un écart-type en dessous de 0,06 K entre eux dans la plage de températures testée, sont convenables.

V.2.2 Capteur de pression

Le fournisseur Kistler donne deux sensibilités (en pC.bar⁻¹) différentes sur deux plages de mesure (0 – 200 bars et 0 – 2000 bars), pour chaque capteur de pression avec chacune une erreur de linéarité associée (figure 68).

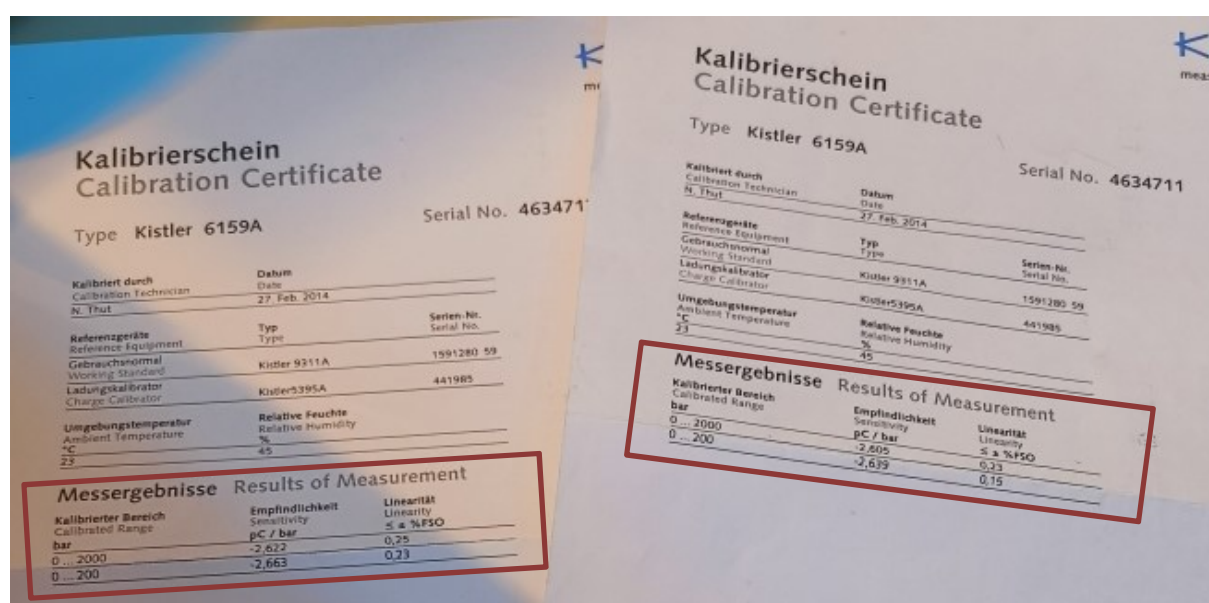


Figure 68 : Document des capteurs de pression KISTLER 6159A

On mesure des pressions absolues de 45 à 75 bars pour les premiers débits testés (10 – 20 cc.s⁻¹) sur la presse d'injection « MILACRON ELEKTRON 50 » (avec l'unité d'injection « IU-300 ») de l'IUT. Les sensibilités des capteurs pour la plage de 0 – 200 bars sont donc utilisées. Avec cette plage de mesure, l'erreur liée à la linéarité est de 0,15 – 0,23% soit 0,3 – 0,46 bars pour chaque capteur. Cette erreur n'est pas négligeable comparée à la grandeur de Δp entre les deux capteurs de pression (Un calcul analytique donne une valeur de 2 à 5 bars pour les débits testés.).

Concernant l'amplificateur, deux plages (0 – 100 bars et 0 – 200 bars) sont utilisées (sur 0 – 10 V) pour mieux afficher les valeurs des pressions absolues selon la situation. Avec les

sensibilités ($\text{pC}\cdot\text{bar}^{-1}$) des deux capteurs et la résolution du réglage de l'amplificateur, cette conversion (échelle) devient:

Plage	0 – 100 bars	0 – 200 bars
Valeurs de pression (bar) à 10 V		
Capteur P_1	100,031	200,061
Capteur P_2	99,863	199,725

Tableau 15 : Conversion pression-volte des capteurs de pression (calculée automatiquement par les logiciels de configuration des amplificateurs de Kistler).

En effet, la sensibilité du capteur pour une plage de 0 – 200 bars est donnée par le fournisseur afin de mieux approximer la courbe caractéristique du capteur par une droite dans cette plage mentionnée. Rien n'empêche d'appliquer une plage différente sur l'amplificateur pour maximiser l'étendue du signal de mesure dans l'intervalle de 0 – 10 V face au bruit de mesure de tension. Le minimum de l'étendue de la plage de l'amplificateur est à 100 pC (environ 40 bars pour nos capteurs qui ont une sensibilité de $\sim 2,5 \text{ pC}\cdot\text{bar}^{-1}$). Selon les valeurs de pression absolue mesurées dans les premiers tests, on ne risque pas de réduire l'étendue de mesure en dessous de ce minimum. La précision de l'amplificateur est de 0,5% de la sortie pleine échelle, donc environ 0,5 bar pour une plage de 0 – 100 bars et 1 bar pour une plage de 0 – 200 bars.

D'un côté, la TRAC est conçue pour générer une faible perte de charge afin d'éviter de gêner la production. De l'autre, positionnée comme une buse d'injection en amont du moule, la TRAC doit enregistrer des pressions absolues élevées. Le défi pour les capteurs de pression est de mesurer une faible différence de pression de façon précise avec une grande étendue de mesure. Selon les analyses dans la section « IV.2 Analyse de corrélation entre les phénomènes thermo-rhéologiques et les paramètres de viscosité », les mesures de températures et de pressions peuvent être effectuées séparément puis prises en compte ensemble dans la méthode inverse. C'est-à-dire que les mesures de température peuvent être réalisées avec la structure annulaire (grâce à ses avantages sur la robustesse et la sensibilité des mesures thermiques) et que les mesures de pressions peuvent être réalisées ailleurs sur la chaîne de production (avec le capteur de pression d'origine de l'unité d'injection ou même avec le couple de moteur [7,46]). Il est également possible de travailler avec une mesure de pression absolue par rapport à la pression atmosphérique, si la géométrie de la pression absolue mesurée jusqu'à la pression atmosphérique est connue et modélisable.

V.3 Résultat expérimental type obtenu sur presse à injecter

Pour faciliter la compréhension des figures qui contiennent des mesures de températures et de pressions sur une presse d'injection, un résultat type est présenté dans cette section avec des explications sur les différentes parties caractéristiques du résultat de mesures.

La figure 69 contient un cycle de fonctionnement classique (dosage-purge) de la machine d'injection. Pendant la phase de dosage, la vis tourne pour plastifier et envoyer la matière vers l'aval et recule elle-même vers l'amont dans le fourreau. Quand il y a assez de matière accumulée dans l'espace en aval de la vis, la phase de dosage prend fin. Pendant la phase de purge, la vis réalise une translation et pousse la matière en dehors du fourreau comme un piston. Dans notre cas, la matière est expulsée à l'air libre à la sortie de la TRAC.

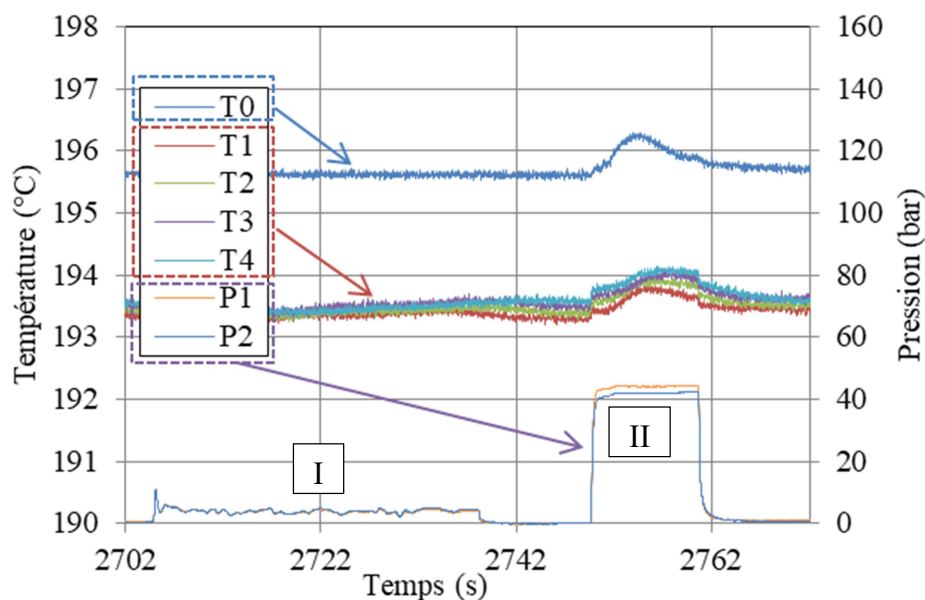


Figure 69 : Mesures de températures et de pressions sur une presse d'injection

La marque I dans la figure 69 montre une légère augmentation de pression pendant la phase de dosage. La valeur de cette pression dépend du réglage de la contre pression de la machine. En effet, la pression en aval de la vis augmente quand la vis tourne et envoie la matière vers l'aval. Quand la pression (mesurée par un capteur de la machine en aval de la vis) atteint la consigne de contre pression, la vis recule (vers l'amont) pour augmenter l'espace en aval entre la vis et le fourreau afin de réguler la pression (mesurée par un capteur de la machine en aval de la vis) autour de la valeur de consigne de la contre pression. C'est pour cela que la pression mesurée pendant le dosage n'est pas très stable. Les températures mesurées varient peu pendant le dosage dans cette configuration d'essai.

La marque II dans la figure 69 montre la phase de purge, où la pression augmente brusquement, atteint un palier et puis redescend rapidement. En fonction des conditions de production et de l'état de matière, le palier peut devenir une courbe. Pendant la purge, les températures mesurées sur l'axe central varient. Cela peut être causé soit par la dissipation visqueuse dans la TRAC, soit parce que la matière entre dans la TRAC à une température différente de celle de l'axe central.

Entre la phase de dosage (marque I dans la figure 69) et la phase de purge (marque II dans la figure 69), un temps de séjour peut être ajouté pour que le champ de température de la matière plastifiée s'homogénéise dans le fourreau. Dans un cycle d'injection réel, il peut y avoir la phase de compactage durant laquelle la vis continue à appliquer une pression sur la matière après le remplissage du moule. Les capteurs de pression dans la TRAC, positionnée en aval de la vis et en amont du moule, devront mesurer une pression de compactage après l'injection. Dans notre cas, le moule est retiré et il n'y a pas de phase de compactage. Après la purge, la pression tombe à zéro sur la figure 69 (marque II dans la figure 69).

Les mesures du thermocouple T_0 sont décalées par rapport aux mesures des thermocouples T_{1-4} , car le thermocouple T_0 (chemisé, diamètre 0,5 mm) est différent des thermocouples T_{1-4} (non chemisés, diamètre 0,2 mm) (voir la section « V.2.1 Thermocouple »). Par la suite, les températures relevées par le thermocouple T_0 , ne seront pas présentées dans les figures par commodité de leur lecture.

V.4 Application - monitoring

Nous rappelons qu'un des objectifs de cette thèse est de proposer un outil expérimental d'aide à la surveillance des procédés d'injection et d'extrusion. Les premières applications de la TRAC sur une presse à injecter sont présentées dans l'article [159]. Ces résultats nous permettent de mieux connaître les caractéristiques de la presse d'injection « MILACRON ELEKTRON 50 » avec l'unité d'injection « IU-300 ». Ensuite, d'autres essais sont effectués pour vérifier si la TRAC est capable de détecter un changement de matière pendant la production par la lecture directe des mesures de températures.

Pendant ces essais, le fourreau et la TRAC sont réglés à 195 °C. La machine d'injection réalise des cycles successifs. Durant chaque cycle, on a la succession des phases suivantes :

1. Dosage à 60 tr.min⁻¹ (vitesse de rotation de la vis) avec 2 bars de contre pression ;
2. Pause de 10 s avant chaque purge ;
3. Purge à 10 mm.s⁻¹ (vitesse de translation de la vis) sur 112 mm de course (soit 7,07 cc.s⁻¹ pour un volume de 79,17 cc) ;
4. Pause de 15 s après chaque purge.

Bien que le moule soit retiré pendant ces tests, des pauses sont ajoutées dans les cycles d'actions pour simuler le temps passé durant les phases de compactage et de refroidissement dans la production réelle. La matière initialement dans la presse d'injection est du Polypropylène (TotalEnergies PPC 9642). Une trentaine de cycles sont réalisés pour stabiliser le système. Ensuite, du Polystyrène (ATOFINA LACQRENE[®] 1540) est ajouté dans la presse sans interrompre les cycles de purges (figure 70). Au bout du 10^{ème} cycle après l'ajout du PS, une modification de l'aspect de la matière à la sortie de la TRAC est observée à l'œil nu. Les résultats sont présentés dans la figure 71.

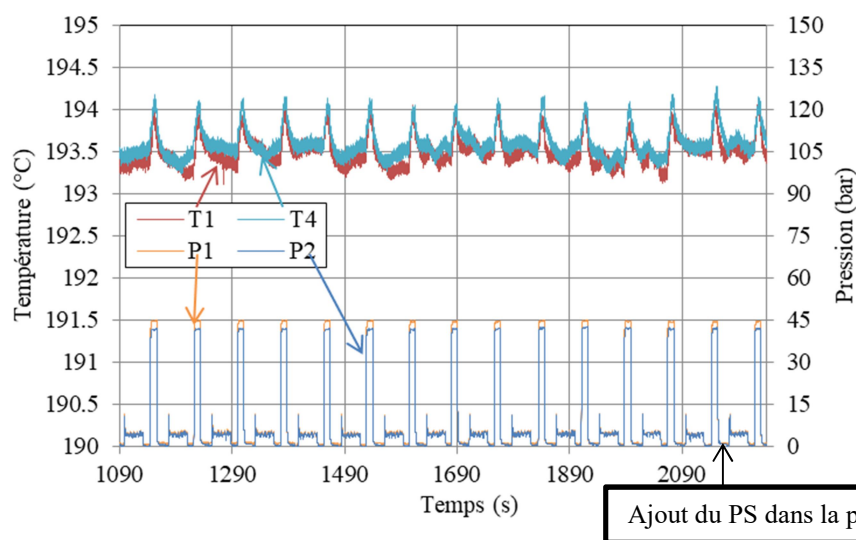


Figure 70 : Mesures de température et de pression pour 15 cycles de purge du PP

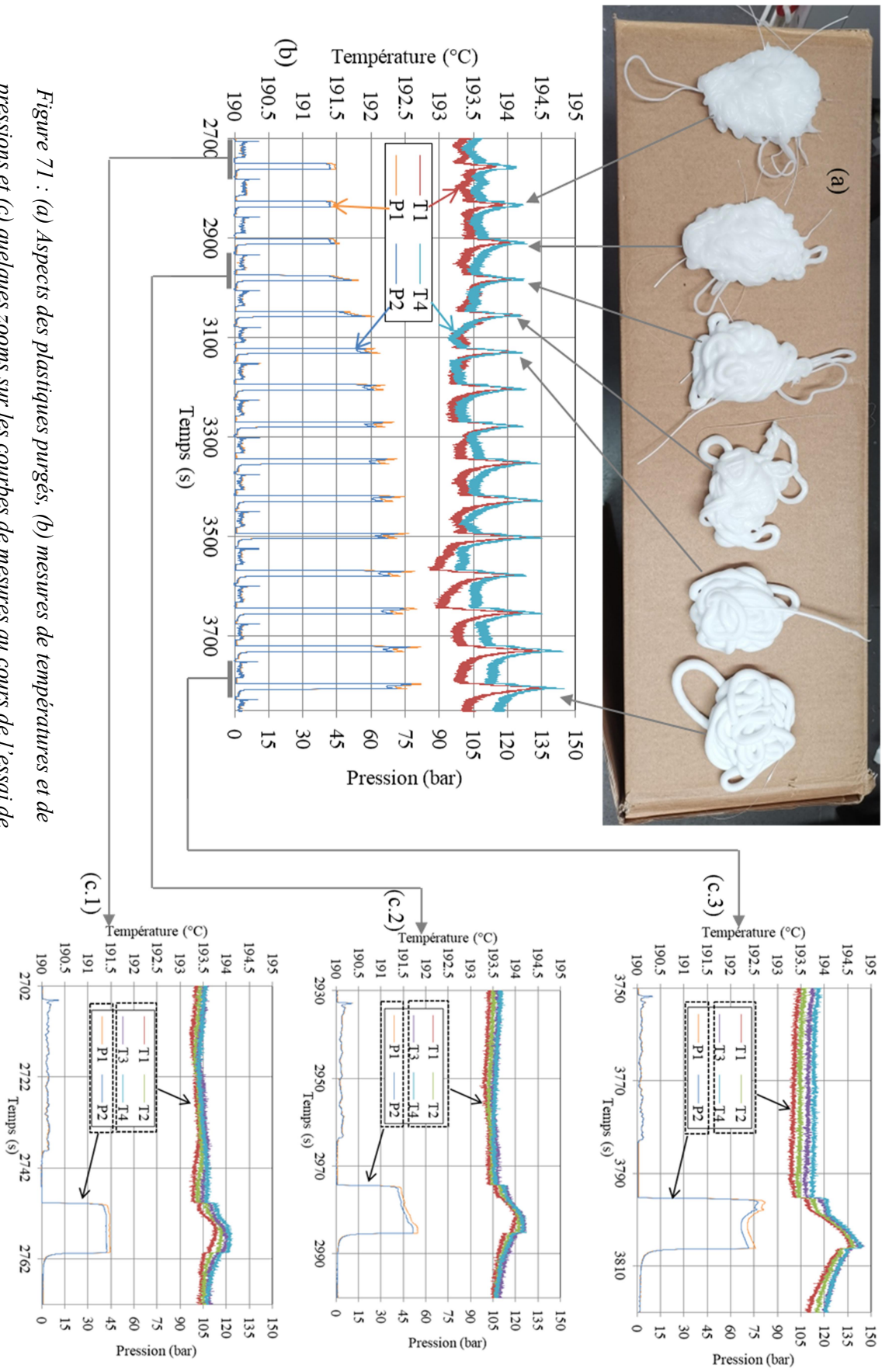


Figure 71 : (a) Aspects des plastiques purgés, (b) mesures de températures et de pressions et (c) quelques zooms sur les courbes de mesures au cours de l'essai de mélange PP-PS pendant la production

La figure 71a montre la variation d'aspect du plastique récupéré à la sortie de la buse, au cours des cycles de purge après l'ajout du PS dans la production continue du PP. Chaque tas de matière produite est relié, par une flèche, à son cycle respectif dans la figure 71b, qui représente quinze cycles de purge.

Pour une lecture aisée de la figure 71b, seules les températures mesurées par les thermocouples T_1 et T_4 sont présentées avec les mesures de pressions des capteurs P_1 et P_2 . Les courbes de température sont toujours au-dessus des courbes de pression dans la présentation (figures 71b, 71c.1, 71c.2 et 71c.3). Les figures 71c.1, 71c.2 et 71c.3 représentent trois cycles de purge parmi les quinze de la figure 71b, comme indiqués par les flèches. En raison de la grande échelle de la figure 71b, les variations de températures et de pressions pendant les purges se présentent sous forme de pics. Les figures 71c.1, 71c.2 et 71c.3 sont respectivement de même échelle que le résultat type présenté dans la figure 69.

Après l'ajout du PS dans la production continue du PP, la variation d'aspect du plastique récupéré à la sortie de la buse (figure 71a) est cohérente avec la variation des pressions mesurées par la TRAC (figure 71b). L'amplitude de la variation des températures pendant chaque purge s'accroît. Ceci est cohérent avec l'amplitude croissante de la variation des pressions, du fait que le PS est plus visqueux que le PP.

Cette augmentation de la variation des températures pendant les purges est liée au fait que le PS provoque plus de dissipation visqueuse, à la fois dans la TRAC, mais aussi dans le fourreau pendant la plastification. Dans ces deux cas, les mesures de températures peuvent être corrélées au changement de matière dans la ligne de production. Il est donc possible d'utiliser les thermocouples, qui sont moins chers et demandent des conditions de fonctionnement moins strictes que les capteurs de pression, pour réaliser ce type de surveillance de procédés, à condition que ces thermocouples soient installés au sein de l'écoulement (par exemple, dans une géométrie annulaire) pour avoir suffisamment de sensibilité de mesures.

L'intérêt des capteurs de pression est montré dans les figures 71c.1, 71c.2 et 71c.3, comme les mesures de pression permettent de détecter des variations de façon instantanée au cours d'une purge, comparées aux mesures de température qui ont une constante de temps (liée à la diffusivité thermique du système) plus longue. Pendant les purges, on constate un palier de pression dans la figure 71c.1, une rampe de pression dans la figure 71c.2 et une courbe de pression plus complexe dans la figure 71c.3. Néanmoins, selon le besoin, des thermocouples pourraient suffire pour avoir une information moyennée sur une purge.

V.5 Application – identification de la viscosité via la dissipation visqueuse

Vu l'incertitude contraignante des capteurs de pression mentionnée dans la section « V.2.2 Capteur de pression » et les nombreuses possibilités de stratégies d'identification de la viscosité présentées dans la section « IV.2 Analyse de corrélation entre les phénomènes thermo-rhéologiques et les paramètres de viscosité », dans cette thèse, l'identification de la viscosité est réalisée uniquement par les mesures de températures. Les mesures de pressions, les résultats de caractérisation des anciens travaux, ainsi que la base des données de matériaux du logiciel « Autodesk® Moldflow® », sont utilisés pour valider les résultats.

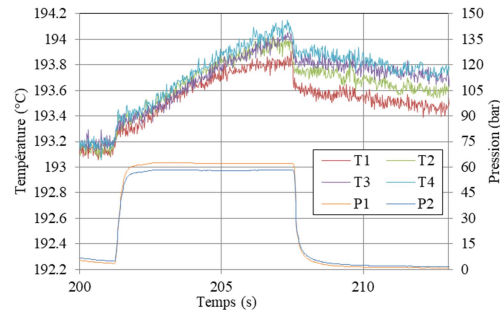
La première méthode d'identification concerne la dissipation visqueuse.

V.5.1 Adaptation de la méthode de la dissipation visqueuse

La section « IV.2.1 Dissipation visqueuse » montre que la variation de température au niveau de l'axe central due à la dissipation visqueuse d'un écoulement à débit constant ne permet pas l'identification d'une courbe de viscosité entière. En effet, il existe une infinité de courbes de viscosité qui reproduisent la même variation de température à l'axe central. Pujos [12] a aussi évoqué que le problème inverse est mal posé pour identifier une courbe de viscosité à partir des mesures d'auto-échauffement.

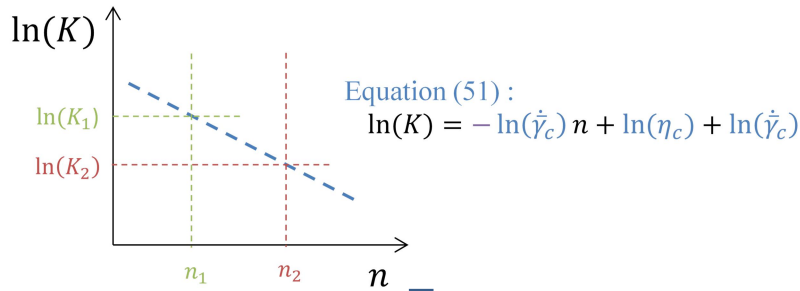
On propose, dans cette thèse, une nouvelle démarche d'identification de viscosité critique (voir la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse »). Quand le phénomène de la dissipation visqueuse est dominant, les lois de puissance des matériaux, qui donnent les mêmes mesures de températures sur l'axe central pour un débit donné, passent à proximité d'un point critique commun (figure 51 de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse »). Ce point critique $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$, se transforme en une droite dans l'espace $[n, \ln(K)]$ selon l'équation (51) de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ». Donc, l'identification des points critiques peut être réalisée via l'identification des droites dans l'espace $[n, \ln(K)]$. La démarche d'identification est donc :

1. Mesures de températures pour une purge à un débit donnée ;



2. Recherche de la valeur de K_1 qui minimise la fonction de coût J_v (équation (52) de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») par méthode inverse, avec la valeur de n_1 fixée ;

3. Recherche de la valeur de K_2 qui minimise la fonction de coût J_v (équation (52) de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») par méthode inverse, avec la valeur de n_2 fixée ;



4. Identification du point critique $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ à partir d'un système d'équation.

$$\begin{cases} \ln(K_1) = -\ln(\dot{\gamma}_c) n_1 + \ln(\eta_c) + \ln(\dot{\gamma}_c) \\ \ln(K_2) = -\ln(\dot{\gamma}_c) n_2 + \ln(\eta_c) + \ln(\dot{\gamma}_c) \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \dot{\gamma}_c = \exp\left(\frac{\ln(K_1) - \ln(K_2)}{n_2 - n_1}\right) \\ \eta_c = \exp\left(\frac{\ln(K_1) - \ln(K_2)}{n_2 - n_1} n_1 + \ln(K_1) + \frac{\ln(K_2) - \ln(K_1)}{n_2 - n_1}\right) \end{cases}$$

n_1 et n_2 sont fixés à 0,3 et 0,5 dans la méthode, car cet intervalle est proche des valeurs de n des matériaux couramment utilisés en injection [160]. Le fait de prendre cet intervalle relativement petit permet de limiter l'erreur de l'identification au cas où l'iso-ligne de la température dans l'espace $[n, \ln(K)]$ (figure 50 de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») n'est pas tout à fait une droite, à cause d'éventuels phénomènes négligés dans notre modèle. Cela équivaut à une linéarisation dans un petit intervalle. Dans l'« Annexe IV », on présente l'influence des choix de valeurs de n_1 et de n_2 sur la précision de la méthode.

On rappelle que cette méthode de la dissipation visqueuse est valable quand le phénomène de la dissipation visqueuse est dominant, comparé au phénomène de convection. C'est-à-dire

quand la température de l'axe central est proche de la température de l'écoulement (T_{in}). Dans les faits, il est difficile de réguler précisément la température sur une ligne de production. Un décalage sur la température T_{in} provoque, en effet, de l'échange par convection supplémentaire entre l'écoulement et l'axe central (voir la section « IV.3 Sensibilité des mesures thermiques par rapport à l'incertitude sur la température d'entrée de l'écoulement »). Cet échange par convection peut courber les iso-lignes de température de la figure 50 (section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») dans la zone où les valeurs de K et de n sont petites, comme l'exemple donné dans la figure 72, où ΔT la variation de la température après 2 secondes d'injection par rapport à l'état initial est présentée sous forme logarithmique naturelle ($\ln \Delta T$) en fonction de $\ln(K)$ et n , avec une perturbation de 1 degré sur T_{in} .

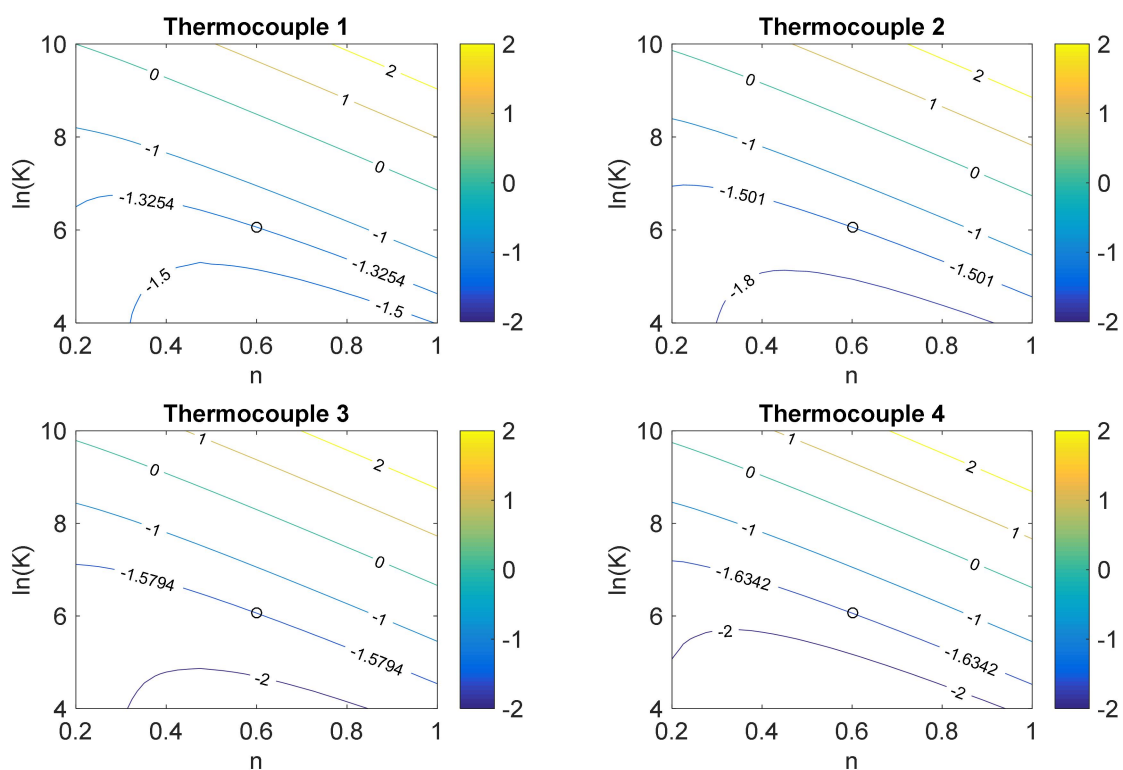


Figure 72 : Iso-lignes de $\ln(\Delta T)$, après 2 secondes d'injection, sous l'influence d'une perturbation de 1 degré sur T_{in} (avec un point entouré $\ln(K) = 6,0625; n = 0,6$), pour les thermocouples T_1, T_2, T_3 et T_4

Dans la figure 72, on confirme de nouveau que les thermocouples T_{1-4} donnent quasiment la même information (la pente de la « partie droite » de l'iso-ligne, voir l'équation (51)) sur la dissipation visqueuse (voir la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») et que plus le thermocouple est en aval, moins il est influencé (iso-ligne moins courbée) par la convection causée par le décalage de T_{in} (voir la section « IV.3 Sensibilité des mesures thermiques par rapport à l'incertitude sur la température d'entrée de l'écoulement »), notamment si on

observe les iso-lignes passant par le point entouré ($\ln(K) = 6,0625$ et $n = 0,6$). Grâce au fait que ces deux phénomènes (dissipation visqueuse & convection) n'ont pas la même distribution de sensibilité sur les thermocouples, il est possible de déterminer la température T_{in} et la valeur de K au même temps dans la méthode inverse (au lieu de rentrer une valeur de T_{in} arbitrairement dans le modèle direct). Dans un premier temps, la température T_{in} est considérée constante dans l'espace et dans le temps.

Démarche d'identification de la viscosité modifiée

L'étape 2 de la méthode est modifiée :

Recherche des valeurs de K_1 **et de T_{in}** qui minimisent la fonction de coût J_v (équation (52) de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») par méthode inverse, avec la valeur de n_1 fixée.

car la sensibilité à T_{in} est plus forte quand la valeur de n est petite (Pour chaque iso-ligne de la figure 72, plus la valeur de n est petit, plus l'iso-ligne est courbée.).

L'étape 3 de la méthode est aussi modifiée :

Recherche de la valeur de K_2 qui minimise la fonction de coût J_v (équation (52) de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ») par méthode inverse, avec la valeur de n_2 **fixée et la valeur de T_{in} égale à celle identifiée dans l'étape 2**

Le modèle direct utilisé dans la méthode inverse est celui présenté dans la section « IV.1 Modèle direct » avec quelques modifications :

- Le champ de température initial ainsi que les conditions de Dirichlet sont déterminés par interpolation des mesures des thermocouples de la TRAC.
- Le domaine ($\Omega_{w,1}$) (axe central dans la figure 48) contient de la résine Epoxy et des fils de thermocouples pour $z > 6$ mm et $r < 2,1$ mm, avec une conductivité thermique de $0,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, une masse volumique de 1231 kg.m^{-3} et une capacité thermique massique isobare de $1159 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- La conductivité thermique, la masse volumique et la capacité thermique massique isobare du domaine fluide sont constantes et sont celles de la base des données du logiciel « Autodesk® Moldflow® » à la température de régulation de la presse.

Pour que la température de l'écoulement T_{in} (hypothèse dans le modèle direct) soit stable dans le temps, le dosage est réalisé avec une vitesse de rotation de la vis lente (20 tr.min^{-1}). La matière plastifiée pendant le dosage ne subit pas trop de dissipation visqueuse et a suffisamment de temps pour que le champ de température s'homogénéise. Un algorithme de

méthode inverse est programmé avec le langage « Python™ » et communique avec le logiciel « ANSYS® POLYFLOW® » dans l’environnement « Windows ».

V.5.2 Identification et sensibilité du paramètre K (étapes 1, 2 & 3 de la démarche)

Un exemple est donné (figure 73) pour montrer les profils de température mesurés et les profils de température simulés avec les valeurs de K_1 et de K_2 identifiées. L’exemple est basé sur un essai d’une purge à $56,5 \text{ cc}\cdot\text{s}^{-1}$ pour un volume total de $88,7 \text{ cc}$. La matière utilisée est du PPC 9642. Par commodité de lecture, seuls deux thermocouples parmi les quatre thermocouples T_{1-4} sont présentés.

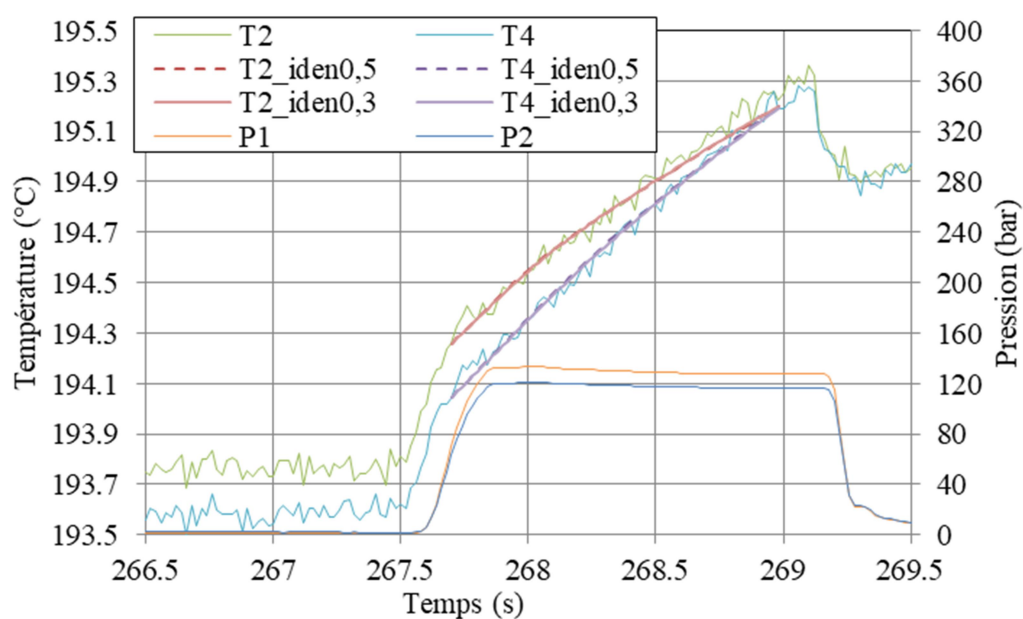


Figure 73 : Profils de température mesurés et calculés avec les valeurs de K_1 et de K_2 identifiées pour une purge à $56,5 \text{ cc}\cdot\text{s}^{-1}$ (« iden0,3 » pour une identification avec n_1 fixé à $0,3$; « iden0,5 » pour une identification avec n_2 fixé à $0,5$)

Dans la figure 73, « $T_i_iden0,3$ » signifie le profil de température du thermocouple T_i , calculé à partir de K_1 identifié avec n_1 fixé à $0,3$ (étape 2 de la méthode de l’identification). De même, « iden0,5 » correspond à une identification de K_2 avec n_2 fixé à $0,5$ (étape 3 de la méthode de l’identification).

Les résultats de « iden0,3 » et de « iden0,5 » sont proches des profils de température mesurés (référence), car ils sont sur la même iso-ligne de température dans l’espace $[n, \ln(K)]$. Les couples $K-n$ identifiés sont respectivement $9540,3-0,3$ et $3917,6-0,5$. On rappelle qu’il existe une infinité de couples $K-n$ pour reproduire les mêmes mesures de températures à l’axe central. (Ici, on a besoin de deux couples $K-n$ pour réaliser l’étape 4 de la démarche.)

Prenons le couple 3917,6-0,5 pour vérifier la sensibilité. On s'intéresse uniquement au paramètre K car la valeur de n est fixée dans cette démarche de méthode inverse. Si la valeur de K_2 est mal estimée et est de 20% plus grande, soit 4701,1 Pa.sⁿ, les profils de température calculés seront décalés des profils de référence. Dans la figure 74, les profils de température calculés avec une valeur de K_2 de 20% plus grande (4701,1 Pa.sⁿ) sont suffixés « K*120% ».

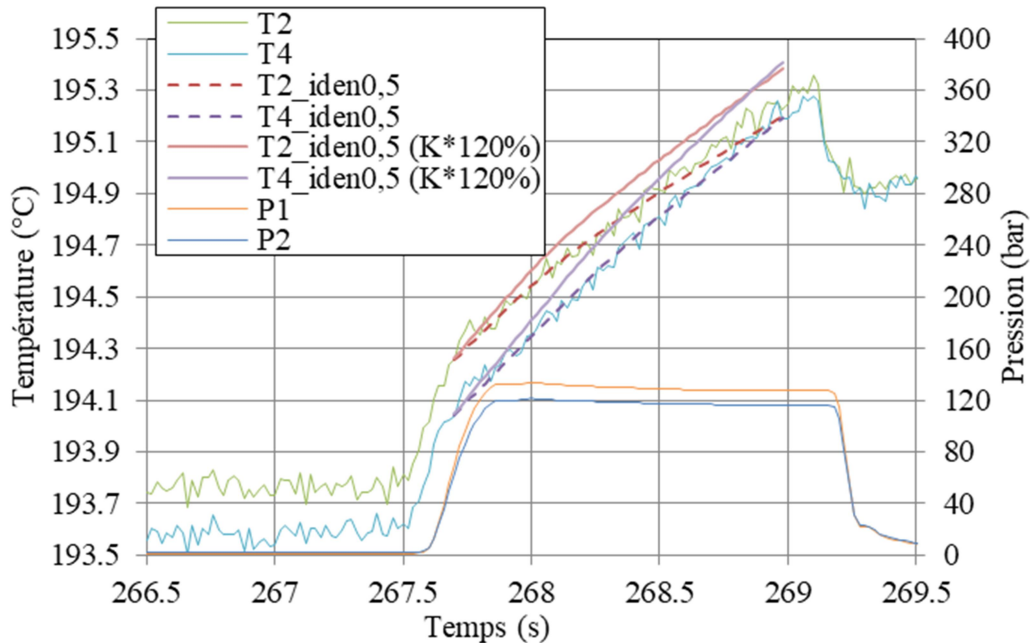


Figure 74 : Profils de température mesurés et calculés avec K_2 identifié pour une purge à 56,5 cc.s⁻¹ (« iden0,5 » pour une identification avec n_2 fixé à 0,5 ; « K*120% » pour une valeur de K_2 de 20% plus grande)

On constate dans la figure 74 que les profils de température avec K_2 augmenté de 20% diffèrent des mesures expérimentales. Les différences se distinguent devant le bruit de mesure (de chaque thermocouple) ayant un écart-type de 0,03 K. On peut donc confirmer de la méthode inverse ainsi que les conditions d'expérimentation permettent d'obtenir des couples $K-n$ qui minimisent la fonction de coût J_v de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse ».

Nous voudrions souligner qu'une erreur de 20% dans la valeur estimée de K_1 ou K_2 ne représente pas 20% d'erreur dans l'estimation de la viscosité (voir « Annexe IV » pour les incertitudes de la méthode).

V.5.3 Résultat de l'identification de la viscosité (étape 4 de la démarche)

Le tableau 16 résume les températures T_{in} , les valeurs de K_1 (avec $n_1 = 0,3$) et les valeurs de K_2 (avec $n_2 = 0,5$) identifiées dans les essais de purge du Polypropylène PPC 9642 :

- avec une température de régulation à 195 °C
 - pour quatre différents débits (14,1 cc.s⁻¹, 28,3 cc.s⁻¹, 42,4 cc.s⁻¹ et 56,5 cc.s⁻¹) ;
- avec une température de régulation à 205 °C
 - pour deux différents débits (42,4 cc.s⁻¹ et 56,5 cc.s⁻¹).

A 205 °C, l'écoulement à faibles débits (14,1 cc.s⁻¹ et 28,3 cc.s⁻¹) ne provoque pas assez de dissipation visqueuse, en raison de la baisse de la viscosité du Polypropylène lors d'une augmentation de la température. En effectuant l'étape 4 sur chacune de ces purges à différents débits, des points critiques peuvent être obtenus (tableau 16).

Consigne de débit (cc.s ⁻¹)	T_{in} (°C)	K_1 (Pa.s ⁿ)	K_2 (Pa.s ⁿ)	$\dot{\gamma}_c$ (s ⁻¹)	η_c (Pa.s)
Température de régulation à 195 °C					
14,1	193,73	8310,2	4457,9	22,5	939,6
28,3	195,31	9353,8	4537,6	37,2	743,8
42,4	194,65	9111,8	4015,4	60,2	517,6
56,5	194,51	9540,3	3917,6	85,7	423,3
Température de régulation à 205 °C					
42,4	204,49	8187,3	3625,3	58,7	473,0
56,5	204,25	8648,5	3607,3	79,2	405,3

Tableau 16 : Bilan des paramètres identifiés pour les essais de purge du Polypropylène PPC 9642

Il convient de noter que pour le même débit, la valeur de $\dot{\gamma}_c$ identifiée ne doit pas beaucoup changer. Dans le tableau 16, la valeur de $\dot{\gamma}_c$ varie légèrement pour les essais ayant la même consigne de débit. Cette variation est liée aux erreurs numériques de la méthode inverse (« Annexe IV »), à la durée des signaux de mesure utilisés dans la méthode inverse (tableau 6 de la section « IV.2.1 Dissipation visqueuse »), ainsi qu'aux différences de température initiale et de température T_{in} dans le modèle d'éléments finis pour chaque essai (voir les iso-lignes courbées dans la figure 72).

Dans la figure 75, les points critiques du Polypropylène PPC 9642 sont présentés (avec deux températures de régulation à 195 °C et à 205 °C). Deux courbes de viscosité (Modèle de Cross-WLF [112,161], à 195 °C et à 205 °C) du PPC 9642 de la base des données du logiciel « Autodesk® Moldflow® » sont aussi présentées sur la figure 75 pour la validation de la méthode d'identification de la viscosité. Deux autres courbes de Cross-WLF du PPC 9642 à 195 °C et à 205 °C, obtenues par une buse rhéométrique montée sur une presse d'injection pendant la thèse de G. El Hajj Sleiman [85,162], sont aussi tracées sur la même figure. Nous

voudrions souligner que la buse rhéométrique utilise un capteur de pression pour réaliser la mesure de viscosité.

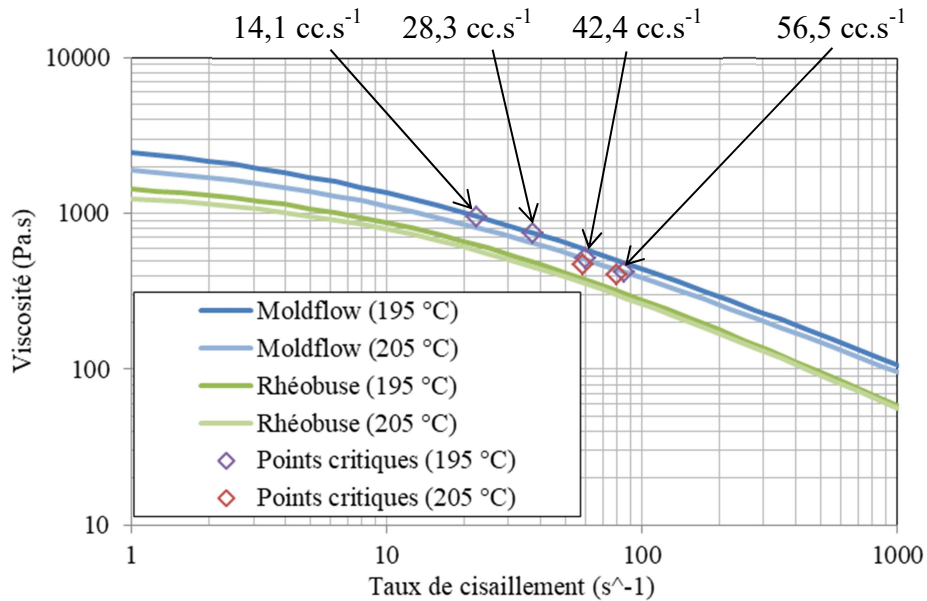


Figure 75 : Points critiques du Polypropylène (PPC 9642) comparés aux lois de viscosité dans la base des données du logiciel « Autodesk® Moldflow® » et aux lois de viscosité identifiée par une buse rhéométrique [162]

Les données pour reproduire les courbes de la figure 75 :

Modèle de Cross-WLF [112,161] :	Paramètres de modèle (PPC 9642) :	
$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\eta_0}{\tau^* \dot{\gamma}}\right)^{1-n}}$		Moldflow Rhéobuse [162]
	A_1	39,822 19,590
avec	A_2 (K)	51,6 51,6
	D_1 (Pa.s)	2,0935E+17 1,0410E+10
$\eta_0 = D_1 \exp\left(-\frac{A_1(T - T^*)}{A_2 + (T - T^*)}\right)$	T^* (K)	263,15 263,15
	τ^* (Pa)	19996,2 19100,0
	n	0,3387 0,2600

Le fait que les points critiques identifiés soient proches des courbes de viscosité de la littérature (« Moldflow » et « Rhéobuse » dans la figure 75) est encourageant pour la validation de notre nouvelle méthode d'identification de la viscosité.

On constate aussi, dans la figure 75, que les viscosités issues des lois identifiées par la buse rhéométrique sont plus faibles que celles du logiciel « Autodesk® Moldflow® ». En effet, les mesures de température à la paroi de la buse rhéométrique sont loin d'être représentatives de la température de la matière. Par conséquent, les mesures de viscosité avec la buse rhéométrique, utilisant la rhéométrie capillaire, ne tiennent pas compte de l'augmentation de

température de la matière due à la dissipation visqueuse dans les filières capillaires. Quand la température du polymère est plus élevée, la viscosité du polymère baisse. La buse rhéométrique peut donc sous-estimer la viscosité en négligeant l'augmentation de la température du polymère lors des essais.

Quand la température de régulation est augmentée à 205 °C, les points critiques obtenus sont moins visqueux. Afin de comparer les viscosités identifiées à différentes températures de régulation (195 °C et 205 °C) par rapport au même taux de cisaillement critique, les points critiques identifiés à 42,4 cc.s⁻¹ et à 56,5 cc.s⁻¹ (tableau 16) sont utilisés pour obtenir une viscosité critique à $\dot{\gamma}_c = 70 \text{ s}^{-1}$ par interpolation pour chaque température de régulation. La viscosité obtenue par interpolation est notée η_c^* dans le tableau 17. Le ratio de η_c^* entre une température de régulation à 195 °C et celle à 205 °C est de 110%. Ce ratio est cohérent avec le ratio des mesures de pression par le capteur P_1 (111,3% à 42,4 cc.s⁻¹ et 111,4% à 56,5 cc.s⁻¹) à 2% près. Les mesures de P_1 sont utilisées ici au lieu de $[P_1 - P_2]$, qui est de l'ordre d'une dizaine de bars, car l'erreur de mesure de pression est de 0,8~1,5 bars par capteur de pression, comme présentée dans la section « V.2.2 Capteur de pression ». L'incertitude de $[P_1 - P_2]$ est de l'ordre de 10~25%.

$\dot{\gamma}_c \text{ (s}^{-1}\text{)}$	$\eta_c^* \text{ (Pa.s)}$ Température de régulation à 195 °C	$\eta_c^* \text{ (Pa.s)}$ Température de régulation à 205 °C	Ratio : $[\eta_c^* (195 \text{ °C})] / [\eta_c^* (205 \text{ °C})]$
70	474,6	431,3	110,0%
Consigne de débit (cc.s ⁻¹)	$P_1 \text{ (bars)}$ Température de régulation à 195 °C	$P_1 \text{ (bars)}$ Température de régulation à 205 °C	Ratio : $[P_1 (195 \text{ °C})] / [P_1 (205 \text{ °C})]$
42,4	108	97	111,3%
56,5	127	114	111,4%

Tableau 17 : Ratio de viscosité et de pression mesurée entre 195 °C et 205 °C

Selon les données du modèle de Cross-WLF de « Moldflow », ce ratio sur la viscosité est de 114,8% pour un taux de cisaillement à 70 s⁻¹. Selon le modèle identifié par la buse rhéométrique, ce ratio sur la viscosité est de 106,4% pour le même taux de cisaillement. Le résultat obtenu par la nouvelle méthode de dissipation visqueuse est cohérent avec le modèle de « Moldflow » et celui obtenu par la buse rhéométrique.

Pour vérifier cette méthode d'identification de la viscosité sur un autre matériau, la même démarche est réalisée sur du PS ATOFINA LACQRENE® 1540,

- avec une température de régulation à 195 °C
 - pour un débit (14,1 cc.s⁻¹) ;
- avec une température de régulation à 210 °C
 - pour deux différents débits (14,1 cc.s⁻¹ et 28,3 cc.s⁻¹).

Les débits des essais sont limités, surtout à basse température (195 °C), pour éviter d'endommager la TRAC avec l'écoulement du PS qui est plus visqueux que le PP. Le résultat de caractérisation est présenté dans le tableau 18.

Consigne de débit (cc.s ⁻¹)	T_{in} (°C)	K_1 (Pa.s ⁿ)	K_2 (Pa.s ⁿ)	$\dot{\gamma}_c$ (s ⁻¹)	η_c (Pa.s)
Température de régulation à 195 °C					
14,1	196,31	18591,5	10223,5	19,9	2292,5
Température de régulation à 210 °C					
14,1	210,39	12975,8	6832,1	24,7	1374,4
28,3	210,63	15675,4	7422,5	42,0	1145,2

Tableau 18 : Bilan des paramètres identifiés pour les essais de purge du Polystyrène ATOFINA

LACQRENE[®] 1540

On ne possède pas d'autres données expérimentales sur la viscosité du PS ATOFINA LACQRENE[®] 1540. La viscosité de ce matériau est aussi absent dans la base des données de matériaux du logiciel « Autodesk[®] Moldflow[®] ». Une recherche dans les travaux publiés n'a pas permis de connaître la viscosité de ce PS. Des expériences sont donc réalisées avec le rhéomètre plan-plan « HAAKE[™] MARST[™] » de « Thermo Scientific[™] » pour le PS ATOFINA LACQRENE[®] 1540 et pour le PPC 9642 dont la viscosité est bien connue. Comme la température d'utilisation du rhéomètre « HAAKE[™] MARST[™] » est limitée à 200 °C, les essais sont réalisés à 195 °C. La viscosité de chaque matériau est identifiée grâce à la règle de Cox-Merz [163]. Cependant, l'utilisation du rhéomètre plan-plan nécessite des précautions sur la préparation des échantillons et sur les conditions d'essai.

Les points critiques du PS (tableau 18), les points critiques du PPC 9642 obtenus auparavant (tableau 16) et les courbes de viscosité obtenues par le rhéomètre plan-plan sont présentés dans la figure 76. Les courbes de viscosité du PPC 9642 dans la base des données du logiciel « Autodesk[®] Moldflow[®] » sont présentées de nouveau dans la figure 76 pour la comparaison.

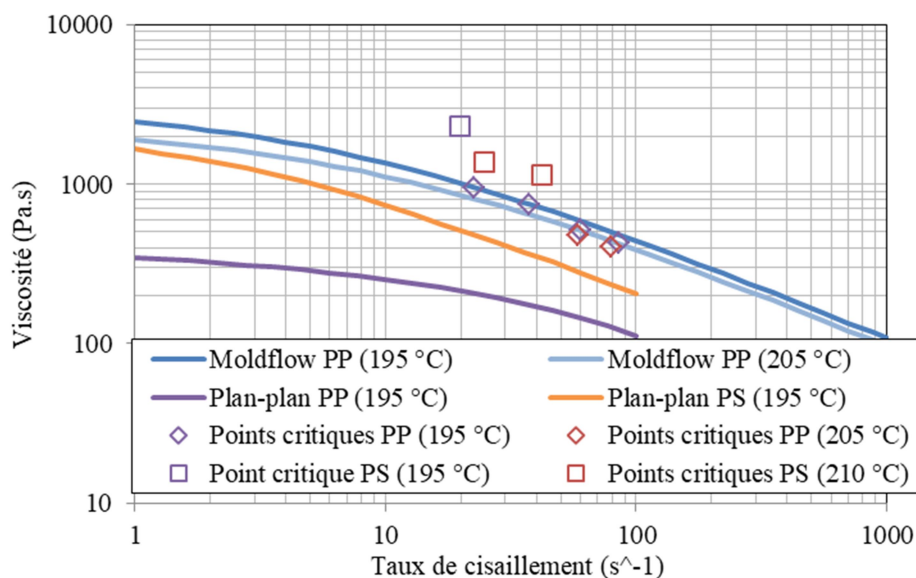


Figure 76 : Points critiques du Polypropylène (PPC 9642) comparés aux lois de viscosité dans la base des données du logiciel « Autodesk® Moldflow® », points critiques du Polystyrène (ATOFINA LACQRENE® 1540) et courbes de viscosité du PP et du PS obtenues par la rhéométrie plan-plan à 195 °C

Dans la figure 76, on constate que les courbes obtenues par le rhéomètre plan-plan (« Plan-plan PP (195 °C) » et « Plan-plan PS (195 °C) ») sont décalées par rapport aux autres courbes de viscosité/points critiques. La viscosité critique du PS à 195 °C ($\eta_c = 2292,5 \text{ Pa.s}$; $\dot{\gamma}_c = 19.9 \text{ s}^{-1}$ pour un débit de $14,1 \text{ cc.s}^{-1}$) est 2,44 fois plus élevée que celle du PP obtenue à 195 °C avec le même débit. La rhéométrie plan-plan donne un rapport de viscosité de 2,36 entre ces deux matériaux pour un taux de cisaillement autour de 20 s^{-1} .

Sans aller plus loin dans l'interprétation des résultats du rhéomètre plan-plan, ces expériences montrent que le PS ATOFINA LACQRENE® est plus visqueux que le PPC 9642 à 195 °C. Cette observation est cohérente avec les mesures de pressions de la figure 71 de la section « V.4 Application - monitoring ». La nouvelle méthode d'identification de la viscosité via la dissipation visqueuse démontre une précision compétitive par rapport aux autres méthodes de laboratoire.

V.5.4 Remplacement du modèle numérique dans la méthode inverse par un modèle réduit

Bien que l'exemple ci-dessus montre la performance de la nouvelle méthode de caractérisation rhéologique, il reste difficile d'implémenter directement cette démarche pour réaliser un suivi de production de polymère, à cause du long temps de calcul avec le modèle numérique de « ANSYS® POLYFLOW® ».

Durant la thèse, une collaboration a eu lieu pour le développement d'un modèle réduit avec Manuel Girault de l'institut de P'. Le modèle réduit est construit par la méthode d'identification modale. Tout d'abord, sa forme générale est obtenue à partir des équations de conservation locales et de la loi de puissance de la viscosité. Ensuite, le modèle réduit est identifié en utilisant l'optimisation par essais de particules et la méthode des moindres carrés ordinaire, à partir des simulations provenant d'un modèle numérique « ANSYS® POLYFLOW® ». Beaucoup de simulations sont nécessaires afin de donner au modèle réduit la capacité de calculer pour différents matériaux à partir de différents champs de température initiaux. Dans un premier temps, le modèle réduit considère que le champ de température initial dans la TRAC est homogène à la température T_{in} du polymère entrant. Les propriétés thermo-physiques de l'écoulement sont celles du Polypropylène PPC 9642. Les paramètres rhéologiques $K-n$ et le débit sont considérés comme les variables d'entrée du modèle réduit. Les plages de variation sont de 2000 à 35000 Pa.sⁿ pour K , de 0,33 à 0,5 pour n et de 10 à 120 cc.s⁻¹ pour le débit. Les températures en fonction du temps aux emplacements des thermocouples sont les résultats de sortie du modèle réduit.

Une fois construit, le modèle réduit permet de remplacer le modèle numérique du logiciel « ANSYS® POLYFLOW® » dans la méthode inverse et de réduire une dizaine d'heures de calcul inverse à l'ordre d'une seconde. L'estimation de la viscosité sur une ligne de production se fait quasi-instantanément avec le modèle réduit. Le résultat de l'identification des points critiques avec le modèle réduit (présenté dans la figure 77) est légèrement différent de celui de la figure 76.

Dans les expériences réelles, le champ de température initial dans la TRAC est proche de la température du polymère entrant. De ce fait, le modèle réduit, ayant un champ de température initial à la température T_{in} , permet d'obtenir des points critiques du PP satisfaisants et proches des courbes de viscosité dans la base des données du logiciel « Autodesk® Moldflow® ».

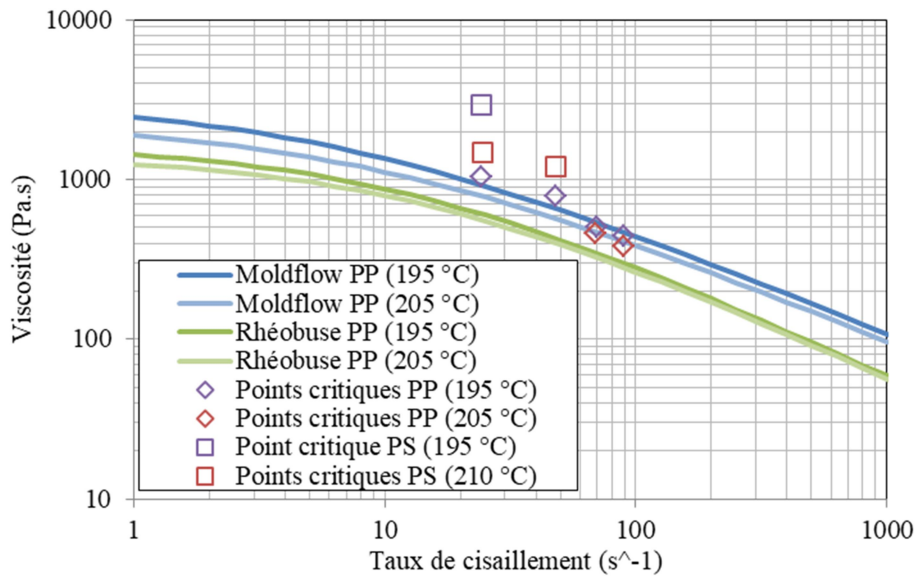


Figure 77 : Points critiques du Polypropylène (PPC 9642) et du Polystyrène (ATOFINA LACQRENE[®] 1540) identifiés avec le modèle réduit, comparés aux lois de viscosité dans la base des données du logiciel « Autodesk[®] Moldflow[®] » et aux lois de viscosité identifiée par une buse rhéométrique [162]

Bien que les propriétés thermo-physiques de l'écoulement dans le modèle réduit soient fixées à celles du PPC 9642, la méthode inverse couplée avec le modèle réduit est capable d'identifier correctement la viscosité du PS, comme le montre la figure 77 (par rapport au cas avec le modèle numérique dans la figure 76). En effet, les propriétés thermo-physiques des deux matériaux sont proches. A 200 °C à la pression atmosphérique, la valeur de ρC_p du PP est 7% supérieure à celle du PS et la conductivité du PP est 4% inférieure à celle du PS. La figure 77 montre que la méthode d'identification de la viscosité via la dissipation visqueuse peut détecter le changement de viscosité lié au changement de matière sans tenir compte des faibles variations de propriétés thermo-physiques. Cependant, il est préférable d'effectuer des études de sensibilité sur les propriétés thermo-physiques pour confirmer si c'est le cas général.

V.6 Application – mesure de la convection

Dans la section « IV.2.2 Convection thermique », on a présenté, par simulations numériques, une méthode pour l'identification de l'index n de la loi de puissance de viscosité. Une des démarches proposées est de chauffer l'axe central par une résistance électrique et de mesurer comment l'écoulement de polymère refroidit l'axe central par convection. La comparaison de cette mesure avec celle réalisée dans les mêmes conditions de production mais sans le chauffage de l'axe central permet d'annuler la dissipation visqueuse (quand la viscosité est non thermo-dépendante) ou de réduire l'influence de la dissipation visqueuse (quand la viscosité est thermo-dépendante).

V.6.1 Élément chauffant

Une campagne d'expériences est réalisée en utilisant le thermocouple T_0 (figures 45 et 46 de la section « III.3 Instrumentation de la TRAC ») comme résistance chauffante. En effet, le thermocouple T_0 est le seul qui traverse tout l'axe central et a des décalages de mesure par rapport aux thermocouples T_{1-4} (voir la section « V.2.1 Thermocouple ». Le câble du thermocouple T_0 est branché aux pôles positif et négatif d'une alimentation électrique. Pendant le chauffage de l'axe central, l'alimentation électrique envoie un courant de 0,6 A sur toute la longueur du câble du thermocouple T_0 . La tension est de 27 V. Bien que la puissance totale électrique soit connue, il est difficile de savoir si cette puissance est distribuée de façon homogène. Il convient de noter que la puissance de chauffe a été déterminée lors d'essais préliminaires pour éviter une surchauffe de la partie du câble exposée à l'air libre. Cette faible puissance de chauffe nous impose un temps de chauffe relativement long.

V.6.2 Résultat et analyses

Les essais sont réalisés avec du Polypropylène PPC 9642. Le chauffage de l'axe central est activé après la fin du dosage et désactivé avant l'injection pour que l'échange par convection entre l'axe central et l'écoulement soit intensif dès que l'injection débute. La figure 78 montre la fin d'un dosage (chute de pression à 266 secondes) et le chauffage de l'axe central suivi par une injection ($42,4 \text{ cc.s}^{-1}$) qui débute à 313 secondes avec une montée de pression. Les noms des courbes sont marqués avec « (H) » pour le cas de l'axe central chauffé. Le thermocouple T_3 n'est pas présenté car il a été endommagé lors de diverses opérations.

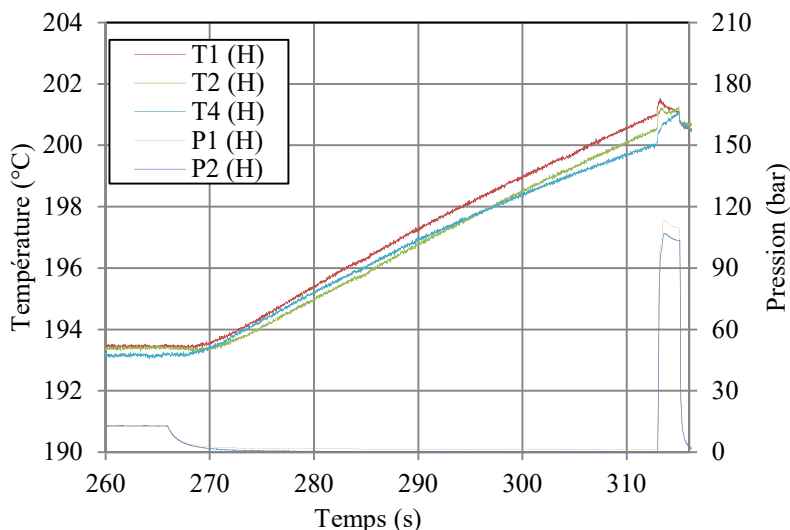


Figure 78 : Variations de température pendant le chauffage de l'axe central avec des mesures de pressions pour indiquer la fin du dosage et l'injection à $42,4 \text{ cc.s}^{-1}$

On voit dans la figure 78 que la variation de la température est presque linéaire en fonction du temps. Il faut environ 33 secondes pour une augmentation de 8 degrés. Un zoom sur l'injection est présenté dans la figure 79a. La figure 79b est issue d'une injection réalisée dans les mêmes conditions (avec 33 secondes de pause entre le dosage et l'injection), mais sans chauffer l'axe central. La figure 79c est obtenue en effectuant la soustraction des mesures de températures « $T_i(H)$ » (figure 79a) par « T_i » (figure 79b). Les mesures de pressions de la figure 79b sont converties dans la figure 79c pour indiquer le début et la fin de l'injection.

Dans la figure 79a, le thermocouple T_1 (en amont) mesure une baisse de température alors que le thermocouple T_5 (en aval) mesure une augmentation de température pendant l'injection. D'un côté, il y a un flux de chaleur de l'amont vers l'aval dans l'axe central, car ce dernier est plus chaud en amont après le chauffage par thermocouple sous tension. De l'autre, le refroidissement de l'axe central par l'écoulement de polymère est plus efficace en amont (voir la section « IV.3 Sensibilité des mesures thermiques par rapport à l'incertitude sur la température d'entrée de l'écoulement ») et la dissipation visqueuse crée une augmentation de température plus forte en aval, comme on peut constater dans la figure 79b.

La figure 79c est cohérente avec les analyses de la section « IV.2.2 Convection thermique ». En faisant la différenciation des champs de température, l'effet de la dissipation visqueuse est réduit voire annulé. Sur la figure 79c, il n'y a plus d'augmentation de température en raison de la dissipation visqueuse. Le refroidissement de l'axe central par convection est mis en évidence.

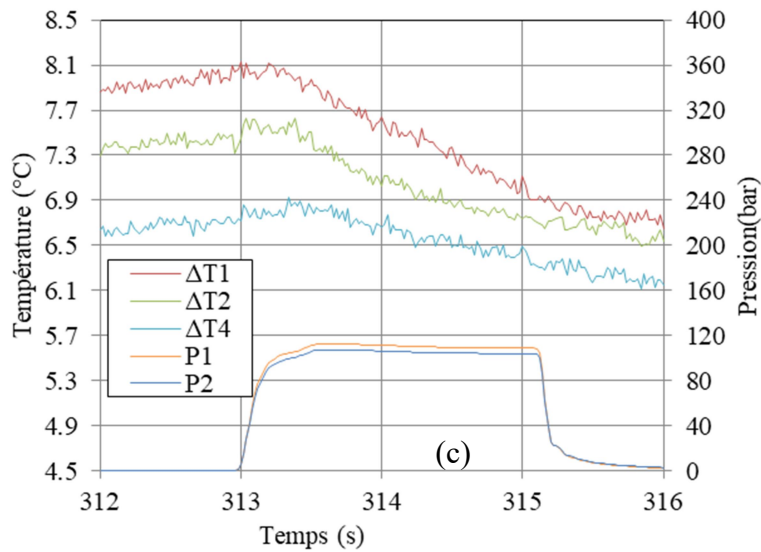
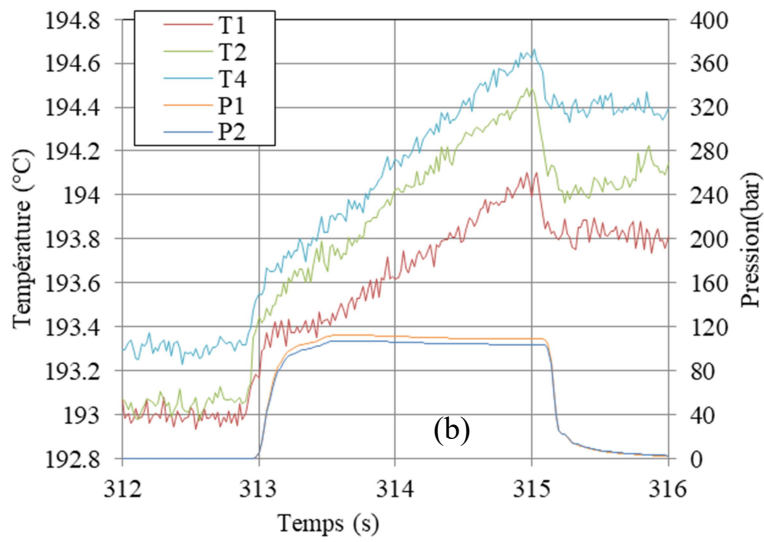
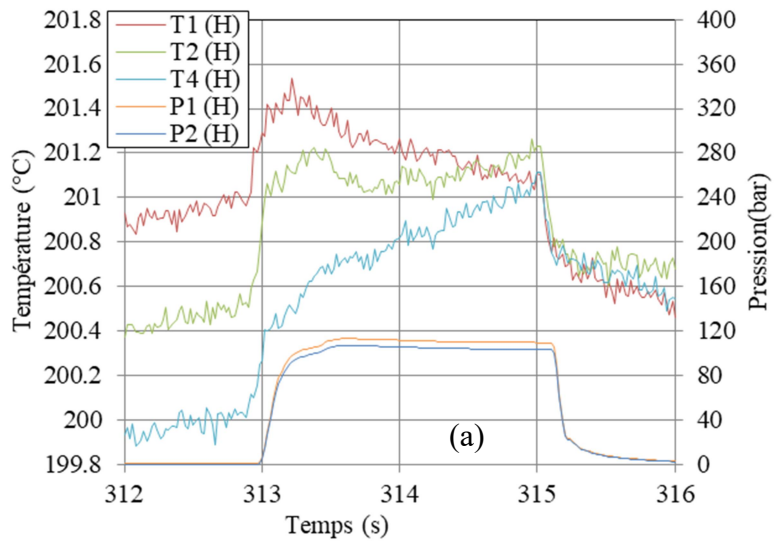


Figure 79 : Mesures de températures et de pressions pour une injection à $42,4 \text{ cc}\cdot\text{s}^{-1}$ (a) avec l'axe central préchauffé et (b) avec l'axe central non préchauffé ; (c) températures différenciées avec des mesures de pressions du cas de l'axe central non préchauffé

V.6.3 Développements nécessaires pour une application de la méthode basée sur la convection

Plusieurs tentatives de méthode inverse sont effectuées pour appliquer la « caractérisation différentielle par la convection » afin d'identifier l'indice de pseudo-plasticité. Cependant, on n'a pas réussi à obtenir un indice de pseudo-plasticité cohérent.

Une des causes possibles est que l'axe central, étant un composant métallique rempli de résine Epoxy, a des propriétés thermo-physiques très hétérogènes. De plus, le thermocouple T_0 n'est pas un élément chauffant classique. Le champ de température de l'axe central chauffé peut être fortement hétérogène quand l'injection débute. Il est difficile de reconstruire fidèlement ce champ de température initial dans le modèle de calcul d'injection (de la section « IV.1 Modèle direct »), à partir des mesures des thermocouples T_{1-4} alignés dans la direction axiale. A la différence du cas de l'identification via la dissipation visqueuse, la méthode basée sur la convection est sensible aux erreurs commises dans la reconstruction du champ de température initial du modèle. Dans une prochaine version du dispositif, le fait d'ajouter des thermocouples à une différente position radiale dans l'axe central peut aider à mieux connaître ce champ de température hétérogène.

Il est également possible de créer un autre modèle qui permet de simuler la phase de chauffage de l'axe central. Cependant, la composition complexe de l'axe central et les caractéristiques de chauffe inconnues du thermocouple T_0 sont des contraintes pour la construction de ce modèle. Il est nécessaire d'intégrer un élément chauffant adéquat dans l'axe central pour maîtriser la phase de chauffage.

V.7 Conclusion

Après avoir fabriqué et instrumenté la TRAC (« Thermo-Rhéo Annular Cell »), ce système de mesure est testé en température et qualifié en terme d'incertitudes. Le thermocouple T_0 , ayant une sonde plus grande et chemisée pour avoir une meilleure résistance à l'écoulement frontal, montre un décalage de mesure par rapport au reste des thermocouples non chemisés sur l'axe central. Les capteurs de pression, à une distance de 28 mm entre eux pour l'encombrement de la TRAC, ne permettent pas de mesurer une faible différence de pression de façon précise, quand ils travaillent sous de grandes pressions absolues. Des améliorations peuvent être apportées sur la prochaine version du dispositif pour un environnement de fonctionnement des capteurs plus optimal.

Malgré le fait qu'on ne puisse pas exploiter les capteurs de mesure exactement comme prévu, la TRAC est capable d'effectuer des tâches de monitoring (détecter des changements de paramètres de production [159] ou de l'état de matière).

Grâce aux différentes stratégies d'utilisation de la TRAC proposées dans la section « IV.2 Analyse de corrélation entre les phénomènes thermo-rhéologiques et les paramètres de viscosité », des méthodes d'identification de la viscosité sont testées sur deux polymères (PPC 9642 et PS ATOFINA LACQRENE[®] 1540). Les résultats obtenus par la nouvelle méthode de dissipation visqueuse (sans employer les mesures de pression) sont bien en accord avec les courbes de viscosité disponibles dans la littérature.

Concernant l'identification de la viscosité pendant une production industrielle, le coulage de la méthode inverse avec un modèle réduit (de type MIM) permet d'obtenir des résultats tout aussi satisfaisants et de réduire fortement le temps de calcul, par rapport au cas avec un modèle numérique via le logiciel « ANSYS[®] POLYFLOW[®] ». Dans les essais réalisés, les hypothèses du modèle réduit, concernant le champ de température initial uniforme et les propriétés thermo-physiques constantes ont peu d'influence sur la détermination de la viscosité. Il faut procéder à une étude de sensibilité pour confirmer s'il s'agit du cas général.

Des essais sont également réalisés en utilisant un thermocouple à axe central comme élément chauffant pour intensifier l'échange par convection entre l'axe central et l'écoulement de polymère. Les résultats de mesure sont cohérents avec les études analytiques et numériques de la section « IV.2.2 Convection thermique ». Cependant, la démarche d'identification de la viscosité via la convection n'a pas été accomplie à cause des limitations du dispositif actuel. Des pistes d'amélioration sont proposées pour une prochaine version du dispositif, afin de tester les méthodes de caractérisation basées sur la convection.

Bien que la configuration expérimentale actuelle ne permette pas de tester toutes les méthodes de caractérisation proposées dans la thèse, les résultats obtenus vérifient la méthode basée sur la dissipation visqueuse et montrent la possibilité d'utiliser les thermocouples, en complément ou à la place des capteurs de pression, pour réaliser du monitoring et de la caractérisation du matériau sur une ligne de production.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette thèse est de concevoir un nouvel outil (dispositif de mesure, méthode, algorithme...) de caractérisation thermo-rhéologique des polymères. Les premières démarches investiguées sur l'identification de viscosité ainsi que les mesures directes de pression et de température obtenues sur un écoulement annulaire permettent de surveiller à priori la chaîne de production.

Rappel du contexte

La viscosité est un indicateur de l'état des polymères et influence les paramètres de mise en œuvre de ces derniers. De nombreuses études ont été menées pour développer des systèmes de mesures rhéologiques sur une ligne de production des polymères [16–37].

Inspirée des travaux précédents [10–13,81,82], la nouveauté du dispositif et dans les démarches de l'identification de la viscosité proposés dans cette thèse est que les mesures de températures sont mises en avant. En effet, même si l'auto-échauffement dans un écoulement de polymère est en lien avec la viscosité, la contribution des mesures de températures seules à l'identification de la viscosité reste peu exploitée dans les travaux précédents [12]. De plus, la difficulté commune sur ce type de dispositifs est que les mesures de températures sont souvent soit aux parois des filières qui peuvent être plus sensibles à la variation de la régulation thermique qu'à la température de l'écoulement [6], soit sur une structure au sein de l'écoulement qui y provoque des perturbations difficiles à modéliser et à estimer précisément [84].

Nouvelle géométrie

Dans cette thèse, une géométrie annulaire (avec des thermocouples instrumentés sur l'axe central) est choisie pour le dispositif de mesure. D'un côté, la présence de l'axe central dans l'écoulement entraîne une concentration de dissipation visqueuse informative et modélisable autour de lui, et de l'autre, les mesures de températures à l'axe central sont entourées de l'écoulement de polymère et protégées contre les perturbations thermiques à la paroi extérieure du dispositif, tout en s'assurant d'un passage aisé des connexions de fils thermocouples. Ce dispositif est appelé « TRAC » (« Thermo-Rhéologie Annular Cell »).

Des calculs de nombre adimensionnel, des simulations numériques et des expérimentations sont réalisés et prouvent la performance de la TRAC dans des applications de monitoring de production. La TRAC est capable de détecter de faibles variations de température (de l'ordre de 0,5 degrés ou même en dessous) causées par un changement de paramètres de production (condition de dosage, régulation thermique du fourreau, temps de cycle...) ou par un changement de matière (impureté de PS dans du PP).

Par rapport aux solutions de mesure de température innovantes d'aujourd'hui, la structure annulaire donne une meilleure résistance mécanique que la grille de thermocouples [9,77,78] pour être montée sur une machine d'injection, qui provoque des changements de pression importants et brusques. La dissipation visqueuse causée par l'axe central dans l'écoulement est également plus facile à modéliser et considérée comme une information utile plutôt qu'une perturbation, comparée aux autres solutions de mesure intrusive mentionnées dans la thèse, par exemple la cellule de mesure [84]. Bien entendu, la grille de thermocouples et la cellule de mesure sont capables de donner plus d'informations dans la direction radiale de l'écoulement. Par rapport aux solutions de mesure non intrusive [81,82], la structure annulaire permet d'obtenir des mesures de température plus robustes et plus sensibles à l'écoulement. De plus, les méthodes sans thermocouple telles que les ultrasons [59] et l'infrarouge [8] nécessitent souvent un étalonnage complexe.

Nouvelles méthodes

Des études numériques sont réalisées sur la géométrie annulaire choisie pour analyser les caractéristiques des phénomènes thermo-rhéologiques et pour établir différentes stratégies d'utilisation des mesures de températures lors de l'identification de la viscosité.

Quand l'écoulement entre dans la TRAC à une température proche de celle de l'axe central, la principale source de chaleur est la dissipation visqueuse. Bien que cette source de chaleur soit apportée à l'axe central par convection, on dit que la variation de température à l'axe central

est due à la dissipation visqueuse par abus de langage. Il est observé que cette variation de température sur l'axe central due à la dissipation visqueuse fournit des informations similaires à une perte de charge (utilisée lors de la rhéométrie classique). En rhéométrie capillaire, la mesure de pression permet de déterminer une viscosité apparente (attachée à un taux de cisaillement apparent), tandis que dans notre démarche qui concerne la dissipation visqueuse, une viscosité critique (attachée à un taux de cisaillement critique) peut être obtenue. Plusieurs viscosités apparentes doivent être obtenues pour appliquer la correction de Rabinowitsch [155] et transformer les viscosités apparentes en points représentatifs d'une loi de puissance de viscosité, alors que les viscosités critiques sont déjà représentatives d'une courbe de viscosité (sans se baser sur un modèle existant) sans besoin de correction.

Quand l'écoulement entre dans la TRAC à une température différente de celle de l'axe central, l'échange convectif dû à l'écart de température entre le polymère et l'axe peut être prédominant et affecte le champ de température plus que la dissipation visqueuse. On propose dans la thèse une approche de différenciation des champs de température qui permet d'annuler la dissipation visqueuse (quand la viscosité est non thermo-dépendante) ou de diminuer l'influence de la dissipation visqueuse (quand la viscosité est thermo-dépendante), afin d'étudier l'échange par convection seul. Grâce à la différenciation, il est prouvé que la variation de température de l'axe central due uniquement à l'échange par convection est sensible au profil vitesse de l'écoulement, qui dépend de l'indice de pseudo-plasticité. (Il convient de noter que l'indice de pseudo-plasticité est en effet la pente d'une loi de viscosité en échelle logarithmique.) Il est aussi important de mentionner que l'intensité de la convection dépend de la différence entre la température de l'écoulement entrant dans la TRAC et celle de l'axe central, et diminue de l'amont vers l'aval. Cela donne une possibilité d'utiliser les thermocouples situés vers l'amont de l'axe central pour identifier la température de l'écoulement entrant dans la TRAC par méthode inverse, sachant que la température de l'écoulement est difficile à mesurer directement et précisément sur une ligne de production [8–11,81,82].

En combinant les caractéristiques des phénomènes de dissipation visqueuse et de convection, une démarche est proposée pour identifier des points de viscosités critiques et la température de l'écoulement à l'entrée de la TRAC simultanément par méthode inverse. Cette démarche est testée sur du Polypropylène PPC 9642 et du Polystyrène ATOFINA LACQRENE® 1540 à deux différentes températures. Les viscosités critiques du Polypropylène identifiées sont cohérentes avec les courbes de viscosité dans la base des données de matériaux du logiciel « Autodesk® Moldflow® » et celles identifiées dans la thèse de G. El Hajj Sleiman [85,162] à

partir des mesures pressions. Les données sur la viscosité du Polystyrène ne sont pas disponibles dans la littérature (y compris la base des données du logiciel « Autodesk[®] Moldflow[®] ») pour comparer avec le résultat de la caractérisation de la thèse. Cependant, une viscosité plus élevée du PS par rapport à celle du PP est observée et est cohérente avec les mesures des capteurs de pression de la TRAC. Des expériences avec un rhéomètre plan-plan sont réalisées sur le PP et le PS et montrent également que le PS est plus visqueux que le PP. Néanmoins, probablement dus aux conditions de test, les résultats du rhéomètre plan-plan ont un grand écart par rapport aux courbes du logiciel « Autodesk[®] Moldflow[®] » et aux résultats obtenus par la nouvelle méthode de dissipation visqueuse. La bonne corrélation entre les résultats obtenus par la nouvelle méthode de dissipation visqueuse et les courbes de viscosité dans la base des données de matériaux du logiciel « Autodesk[®] Moldflow[®] » démontre une précision compétitive de la nouvelle méthode par rapport aux autres méthodes de laboratoire pour l'identification de la viscosité.

A l'aide un modèle réduit, la démarche utilisant la dissipation visqueuse permet l'identification de la viscosité en temps réel sur une ligne de production. Il est également avéré que dans nos conditions de test, les hypothèses sur le champ de température initial uniforme et sur les propriétés thermo-physiques constantes dans le modèle réduit ont peu d'influence sur l'identification de la viscosité. Une étude de sensibilité est nécessaire pour confirmer si c'est le cas général.

Une autre démarche d'identification de la viscosité basée sur la différenciation des champs de température est proposée et nommée la « caractérisation différentielle par la convection ». Selon les analyses numériques, l'indice de pseudo-plasticité peut être identifié sans besoin de connaître la température de l'écoulement grâce à la différenciation. Une campagne d'expériences est réalisée et utilise un thermocouple comme résistance chauffante pour chauffer l'axe central et pour intensifier l'échange par convection. Les mesures corroborent certaines conjectures sur la différenciation des champs de température. Cependant, l'identification de l'indice de pseudo-plasticité n'a pas pu être accomplie, car il est difficile de reproduire fidèlement le chauffage par thermocouple sous tension dans le modèle. Pour répondre à cette contrainte, on peut soit ajouter plus de thermocouples dans l'axe central pour mieux connaître le champ de température hétérogène créé par l'élément chauffant, soit mettre à niveau le système de chauffage de l'axe central (chauffage plus rapide, précis et homogène).

Perspectives dans la recherche en transfert de masse et de chaleur

Bien que plus d'essais soient nécessaires pour vérifier la « caractérisation différentielle par la convection », les différentes nouvelles démarches d'identification de la viscosité proposées dans la thèse donnent de nouvelles possibilités. Parallèlement à ces avancées, nous avons mis à jour de nouvelles questions ouvertes.

La première question concerne la démarche sur la dissipation visqueuse. En effet, le lien entre les viscosités critiques et la dissipation visqueuse est une observation, qui n'est pas démontrée analytiquement dans la thèse. Nous avons profité du phénomène observé pour construire une méthode autour sans trouver une explication comme en indentation conique [151] : la démonstration analytique de la « déformation représentative » reste toujours un sujet de recherche en indentation. Nous voudrions souligner que dans la démarche de dissipation visqueuse, la variation de température à l'axe central est un résultat de l'échange par convection qui apporte une quantité de chaleur produite par la dissipation visqueuse de l'écoulement vers l'axe central. Pour que tous les polymères ayant la même viscosité critique causent (quasiment) la même variation de température à l'axe central, il doit y avoir un équilibre entre la puissance de convection et la puissance de dissipation visqueuse.

La deuxième question concerne la sensibilité des paramètres thermiques des matériaux (de la TRAC et de l'écoulement), car dans la thèse, les phénomènes thermiques sont utilisés pour identifier des paramètres rhéologiques. Il y a eu des analyses sur la sensibilité des paramètres thermiques sur les méthodes proposées dans la thèse. Cependant, ces analyses ne sont pas généralisées et complètes.

La troisième question concerne la mesure de flux de chaleur. Il est peut-être possible de mettre au point des méthodes similaires basées sur des mesures de flux de chaleur en complément des mesures de températures. Quel est l'avantage de faire cela ?

Points d'amélioration de la conception et perspectives vers des applications industrielles

Nous avons choisi les dimensions (diamètre de l'axe central, diamètre du canal, longueur de la partie annulaire...) de la TRAC pour être capable de provoquer, par dissipation visqueuse, des variations de températures détectables sur l'axe central, par rapport à une grande plage de polymères. Ce critère est ambitieux car les polymères peuvent avoir des viscosités très différentes. Au final, la géométrie annulaire a démontré sa capacité à mesurer de faibles variations de température lors d'expériences. Ainsi, le critère sur la sensibilité de mesure de température n'était pas un point de départ optimal pour la conception. Un critère de départ

alternatif peut être de choisir les dimensions du dispositif selon le débit de production pour être sûr d'identifier des taux de cisaillement critiques dans la plage intéressée.

Pour la commodité de l'utilisation lors d'une application industrielle, un autre critère important sur la conception du dispositif est la résistance structurale, afin de diminuer le risque d'abimer le dispositif face à différents écoulements ayant différentes viscosités. Investir dans un matériau résistant, tenace et à faible conductivité thermique pour le système qui maintient l'axe central est essentiel pour améliorer la robustesse mécanique et de mesure du système.

Comme mentionné dans la thèse, l'espacement des capteurs de pression peut être plus écarté pour une meilleure sensibilité de mesure de perte de charge. Or, les expériences dans la thèse montrent aussi la possibilité d'utiliser seulement les thermocouples pour réaliser du monitoring et de la caractérisation du matériau sur une ligne de production. Nous pourrions réaliser un dispositif sans capteur de pression, sachant qu'un capteur de pression est environ 10 fois plus encombrant, 50 à 100 fois plus cher et plus fragile (moins résistant à la chaleur et à l'usure) qu'un thermocouple dans notre cas. Les capteurs de pression qu'on utilise ont des températures d'utilisation maximales à 240 °C sur leurs corps et 450 °C en pointe. De plus, les capteurs de pression nécessitent souvent des amplificateurs et des corrections de mesure en fonction de la température d'utilisation.

De nouvelles stratégies de contrôle peuvent être développées sur les machines de production, grâce à l'identification de viscosité critique en temps réel avec le modèle réduit. En fonction du résultat de l'identification de la viscosité, ces stratégies de contrôle peuvent ajuster les paramètres de production tels que la température de régulation, la vitesse de dosage, la pression de compactage, etc. pour assurer la qualité de la production [2–4] et pour réduire la consommation d'énergie [5]. De plus, sur une ligne de production industrielle, la connaissance sur la variation relative de la viscosité (plutôt que la viscosité absolue) du matériau est parfois suffisante pour appliquer des corrections aux paramètres de production. Un modèle réduit basé sur des variations relatives est envisageable.

Annexe I. Dissipation visqueuse sur une section circulaire perpendiculaire à l'écoulement

La dissipation visqueuse dans un écoulement laminaire axial s'écrit comme l'équation (A.1).

$$\int \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} 2\pi r dr = \int \tau \frac{du_z}{dr} 2\pi r dr = \int 2\pi r \tau du_z \quad (\text{A.1})$$

Or, avec une intégration par parties, l'équation (A.1) s'écrit aussi comme l'équation (A.2).

$$\int 2\pi r \tau du_z = \underbrace{[2\pi r \tau u_z]_{r=\sigma R \text{ ou } r=0}^{r=R}}_{=0} - \int 2\pi u_z d(\tau r) \quad (\text{A.2})$$

Pour un écoulement annulaire, avec les conditions de non glissement ($u_z = 0$) aux parois ($r = R$ et $r = \sigma R$) : $[2\pi r \tau u_z]_{r=\sigma R}^{r=R} = 0$.

Pour un écoulement cylindrique, on a une condition limite de non glissement ($u_z = 0$) à $r = R$ et une contrainte de caillement nul (vitesse maximale) pour $r = 0$: $[2\pi r \tau u_z]_{r=0}^{r=R} = 0$.

Reprenons l'équation (7),

$$\frac{dp}{dz} = \frac{\tau}{r} + \frac{d\tau}{dr}$$

En multipliant $r dr$ à chaque terme :

$$\frac{dp}{dz} r dr = \tau dr + r d\tau = d(\tau r)$$

On peut donc remplacer $d(\tau r)$ par $\frac{dp}{dz} r dr$ dans la partie droite de l'équation (A.2) :

$$\int 2\pi r \tau du_z = 0 - \int 2\pi u_z d(\tau r) = - \int 2\pi u_z \frac{dp}{dz} r dr \quad (\text{A.3})$$

Grâce aux relations (A.1) et (A.3), on obtient l'équation (31) :

$$\int \bar{s} : \dot{\bar{\epsilon}} 2\pi r dr = - \frac{dp}{dz} \int u_z(r) 2\pi r dr = - \frac{dp}{dz} Q$$

Remarque :

L'équation (7) est, en effet, l'équation de conservation de la quantité de mouvement pour un fluide incompressible. Nous rappelons qu'il est possible de négliger la compressibilité dans les équations d'équilibre et de la prendre en compte dans l'équation de la chaleur. La sensibilité n'est pas la même dans les deux cas.

Annexe II. Gradient conjugué

Cette annexe décrit en détail la méthode du gradient conjugué, du principe de base à l'application au problème thermo-rhéologique inverse. Une approximation sur la matrice Hessienne est également justifiée et utilisée dans la démarche.

A.II.1 Description du problème

Soit $\bar{\bar{A}}$ une matrice définie positive. On cherche la solution \vec{x}_m de l'équation suivante :

$$\bar{\bar{A}}\vec{x}_m - \vec{b} = 0 \quad (\text{A.4})$$

Quand $\bar{\bar{A}}$ est la matrice Hessienne définie positive d'une fonction quadratique (fonction polynomiale du second degré) et que $[\bar{\bar{A}}\vec{x} - \vec{b}]$ est le gradient, la solution \vec{x}_m annule le gradient et représente un minimum. Il convient de noter que la méthode de Newton est basée sur une démarche similaire.

A.II.2 Principe du gradient conjugué

Il existe un ensemble de vecteurs non nuls $D = \{\vec{d}_1, \vec{d}_2 \dots \vec{d}_m\}$ dans lequel on a $\bar{\bar{A}}\vec{d}_i$ orthogonal à \vec{d}_j , pour $\forall i \neq j$. Les vecteurs de l'ensemble D sont appelés les vecteurs conjugués par rapport à la matrice $\bar{\bar{A}}$.

L'ensemble D peut être utilisé comme base pour représenter \vec{x}_m de dimension m :

Si l'ensemble des vecteurs \vec{d}_i (avec $i = 1, 2, \dots, m$) ne peut pas construire une base, il existe des valeurs α_i différentes de zéro pour que $\sum_{i=1}^m \alpha_i \vec{d}_i = \vec{0}$. On effectue le produit scalaire de chaque côté de cette équation par le vecteur $\bar{\bar{A}}\vec{d}_j$ avec $\vec{d}_j \in D$ et obtient :

A gauche	A droite
$\sum_{i=1}^m \alpha_i \vec{d}_i^T \bar{\bar{A}}\vec{d}_j = \alpha_j \vec{d}_j^T \bar{\bar{A}}\vec{d}_j$	$\vec{0} \bar{\bar{A}}\vec{d}_j = 0$

car $\bar{\bar{A}}\vec{d}_j$ est orthogonal à \vec{d}_i pour $\forall i \neq j$

(produit scalaire nul)

Or, $\bar{\bar{A}}$ est une matrice définie positive, les vecteurs \vec{d}_j sont non nuls, α_j est différente de zéro.

Le produit de ces éléments ne peut pas être nul (absurde : $\alpha_j \vec{d}_j^T \bar{\bar{A}}\vec{d}_j \neq 0$). Donc, l'ensemble D peut forcément être utilisé comme base d'un espace à m dimensions.

$$\vec{x}_m = \sum_{i=1}^m \alpha_i \vec{d}_i \quad (\text{A.5})$$

Pour un problème à m dimensions, il suffit avoir m itérations $\alpha_i \vec{d}_i$ avant d'arriver à la solution \vec{x}_m . Pour une solution intermédiaire de l'itération k , on note :

$$\vec{x}_k = \vec{x}_{k-1} + \alpha_{k-1} \vec{d}_{k-1} = \sum_{i=1}^k \alpha_i \vec{d}_i \quad (\text{A.6})$$

Et le résidu à \vec{x}_k :

$$\vec{r}_k = \bar{A}\vec{x}_k - \vec{b} = \bar{A}(\vec{x}_k - \vec{x}_m) = - \sum_{i=k}^m \alpha_i \bar{A}\vec{d}_i \quad (\text{A.7})$$

$$\vec{r}_k = \vec{r}_{k-1} + \alpha_{k-1} \bar{A}\vec{d}_{k-1} \quad (\text{A.8})$$

Remarque :

Grâce aux propriétés des vecteurs conjugués, le résidu \vec{r}_k (expression (A.7)) est orthogonal aux directions précédentes \vec{d}_j pour $j < k$.

$$\vec{d}_j^T \vec{r}_k = - \sum_{i=k}^m \alpha_i \vec{d}_j^T \bar{A}\vec{d}_i = 0; j < k \quad (\text{A.9})$$

A.II.3 Directions conjuguées et longueur de pas

Il existe différentes méthodes pour obtenir un ensemble de vecteurs conjugués $D = \{\vec{d}_1, \vec{d}_2 \dots \vec{d}_m\}$. La méthode de Gram-Schmidt [164] permet de définir les vecteurs conjugués à partir d'un ensemble de vecteurs linéairement indépendants $E = \{\vec{u}_1, \vec{u}_2 \dots \vec{u}_m\}$, avec $\vec{d}_1 = \vec{u}_1$. La direction \vec{d}_k d'une itération correspond à la partie conjuguée de \vec{u}_k par rapport aux directions précédentes \vec{d}_i pour $i < k$, car par définition, \vec{d}_k est conjugué par rapport aux \vec{d}_i pour $\forall i \neq k$. Pour enlever les parties de \vec{u}_k qui ne sont pas conjuguées par rapport aux directions \vec{d}_i avec $i < k$, \vec{u}_k est soustrait par une combinaison linéaire de \vec{d}_i , avec $\beta_{i,k}$ comme coefficient.

$$\vec{d}_k = \vec{u}_k + \sum_{i=1}^{k-1} \beta_{i,k} \vec{d}_i \quad (\text{A.10})$$

Cette étape peut être garantie car \vec{u}_k est linéairement indépendant de \vec{u}_i , dont se composent les directions précédentes \vec{d}_i , avec $i < k$. \vec{u}_k est donc linéairement indépendant de \vec{d}_i , avec $i < k$.

Dans l'algorithme du gradient conjugué, le résidu \vec{r}_k est utilisé comme vecteur \vec{u}_k .

$$\vec{d}_k = \vec{r}_k + \sum_{i=1}^{k-1} \beta_{i,k} \vec{d}_i \quad (\text{A.11})$$

Justification :

Si on effectue le produit scalaire de chaque terme de l'équation (A.11) par le vecteur \vec{r}_j , on obtient :

$$\vec{d}_k^T \vec{r}_j = \vec{r}_k^T \vec{r}_j + \sum_{i=1}^{k-1} \beta_{i,k} \vec{d}_i^T \vec{r}_j \quad (\text{A.12})$$

Selon la relation (A.9), quand $j > k$, l'équation (A.12) se réduit à :

$$\vec{r}_k^T \vec{r}_j = 0; j > k \quad (\text{A.13})$$

Le résidu \vec{r}_k est bien orthogonal (linéairement indépendant) par rapport aux résidus précédents.

Or, $\vec{r}_k^T \vec{r}_j$ est un produit scalaire. L'ordre de la multiplication peut être inversé.

$$\vec{r}_k^T \vec{r}_j = \vec{r}_j^T \vec{r}_k = 0; j \neq k \quad (\text{A.14})$$

Les résidus sont donc orthogonaux (linéairement indépendants) entre eux et peuvent être utilisés comme vecteurs de l'ensemble $E = \{\vec{u}_1, \vec{u}_2 \dots \vec{u}_m\}$.

Remarque :

Quand $j = k$, l'équation (A.12) devient :

$$\vec{d}_k^T \vec{r}_k = \vec{r}_k^T \vec{r}_k \quad (\text{A.15})$$

car $\sum_{i=1}^{k-1} \beta_{i,k} \vec{d}_i^T \vec{r}_k = 0$ pour $i \leq k - 1 < k$, selon la relation (A.9).

Grâce à l'orthogonalité de \vec{r}_k par rapport aux directions précédentes \vec{d}_i avec $i < k$ (relation (A.9)) et aux résidus des autres itérations \vec{r}_j avec $j \neq k$ (relation (A.14)), le calcul de \vec{d}_k peut être effectué à partir de seulement \vec{d}_{k-1} au lieu de toutes les directions précédentes dans l'équation (A.11),

$$\vec{d}_k = \vec{r}_k + \beta_k \vec{d}_{k-1} \quad (\text{A.16})$$

avec

$$\beta_k = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\vec{r}_{k-1}^T \vec{r}_{k-1}} \quad (\text{A.17})$$

Une fois la direction \vec{d}_k déterminée, une longueur de pas α_k peut être calculée :

$$\alpha_k = \frac{\vec{r}_k^T \vec{d}_k}{\vec{d}_k^T \vec{A} \vec{d}_k} \quad (\text{A.18})$$

pour composer la solution (A.6) de façon itérative.

Justification de l'expression de α_k :

Utilisons l'expression (A.8) pour exprimer $\vec{r}_{k+1} = \vec{r}_k - \alpha_k \vec{A} \vec{d}_k$ et faisons le produit scalaire de \vec{r}_k^T avec chaque terme pour obtenir :

$$\underbrace{\vec{r}_k^T \vec{r}_{k+1}}_{=0} = \vec{r}_k^T \vec{r}_k - \alpha_k \vec{r}_k^T \vec{A} \vec{d}_k$$

Selon la relation (A.14), $\vec{r}_k^T \vec{r}_{k+1} = 0$. On peut donc obtenir :

$$\alpha_k = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\vec{r}_k^T \vec{A} \vec{d}_k}$$

α_k peut aussi être exprimé différemment. Faisons le produit scalaire de $\vec{A} \vec{d}_k$ avec chaque terme de l'équation (A.11), on obtient :

$$\vec{d}_k^T \vec{A} \vec{d}_k = \vec{r}_k^T \vec{A} \vec{d}_k + \sum_{i=1}^{k-1} \beta_{ik} \underbrace{\vec{d}_i^T \vec{A} \vec{d}_k}_{=0}$$

Car $i \in [1, 2, \dots, k-1]$, qui veut dire $i \neq k$, on a $\sum_{i=1}^{k-1} \beta_{ik} \vec{d}_i^T \vec{A} \vec{d}_k = 0$ selon la définition de vecteurs conjugués. On a donc :

$$\vec{d}_k^T \vec{A} \vec{d}_k = \vec{r}_k^T \vec{A} \vec{d}_k + 0$$

pour substituer le dénominateur de α_k . Le numérateur de α_k peut être substitué par la relation (A.15). α_k peut donc s'écrire sous la forme :

$$\alpha_k = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\vec{r}_k^T \vec{A} \vec{d}_k} = \frac{\vec{d}_k^T \vec{r}_k}{\vec{d}_k^T \vec{A} \vec{d}_k} = \frac{\vec{r}_k^T \vec{d}_k}{\vec{d}_k^T \vec{A} \vec{d}_k}$$

On rappelle que $\vec{d}_k^T \vec{r}_k$ est un produit scalaire dont l'ordre peut être inversé.

Justification de l'expression de β_k :

Multiplions $\vec{A}\vec{d}_j$ avec $j < k$, à chaque terme de l'équation (A.11), on obtient :

$$\underbrace{\vec{d}_k^T \vec{A}\vec{d}_j}_{=0} = \vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_j + \underbrace{\sum_{i=1}^{k-1} \beta_{i,k} \vec{d}_i^T \vec{A}\vec{d}_j}_{=0 \text{ si } i \neq j} ; j < k$$

Car $j \neq k$ (ou $j < k$), le terme $\vec{d}_k^T \vec{A}\vec{d}_j$ est nul (propriété de vecteurs conjugués). En utilisant le même principe, on peut écrire $\sum_{i=1}^{k-1} \beta_{i,k} \vec{d}_i^T \vec{A}\vec{d}_j = \beta_{j,k} \vec{d}_j^T \vec{A}\vec{d}_j$. On a donc :

$$\beta_{j,k} = \frac{-\vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_j}{\vec{d}_j^T \vec{A}\vec{d}_j} ; j < k$$

On peut désormais calculer les termes $\beta_{j,k}$ un par un en multipliant $\vec{A}\vec{d}_j$, avec $j \in [1, 2, \dots, k-1]$, à chaque terme de l'équation (A.11). Cependant, il n'y a pas besoin de calculer tous les termes $\beta_{j,k}$. Utilisons l'expression (A.8) pour exprimer $\vec{r}_{j+1} = \vec{r}_j - \alpha_j \vec{A}\vec{d}_j$ et multiplions chaque terme par \vec{r}_k^T pour obtenir :

$$\vec{r}_k^T \vec{r}_{j+1} = \vec{r}_k^T \vec{r}_j - \alpha_j \vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_j$$

Lorsque $k > j + 1$ (ou $j < k - 1$), $\vec{r}_k^T \vec{r}_{j+1} = 0$ et $\vec{r}_k^T \vec{r}_j = 0$, selon la relation (A.14). On a donc :

$$0 = 0 - \alpha_j \vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_j$$

C'est-à-dire que les numérateurs $-\vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_j$ des termes $\beta_{j,k}$ ainsi que les termes $\beta_{j,k}$ sont nuls quand $k > j + 1$ (ou $j < k - 1$). On rappelle que $j \in [1, 2, \dots, k-1]$. Il ne reste que le terme $\beta_{j,k}$ pour $j = k - 1$.

Il ne reste qu'un terme. Notons ce terme β_k (au lieu de $\beta_{j,k}$) par commodité. L'équation (A.11) devient :

$$\vec{d}_k = \vec{r}_k + \beta_k \vec{d}_{k-1}$$

avec

$$\beta_k = \frac{-\vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_{k-1}}{\vec{d}_{k-1}^T \vec{A}\vec{d}_{k-1}}$$

qui est en effet $\beta_{j,k}$ avec $j = k - 1$.

β_k peut être exprimé différemment. Multiplions \vec{r}_k^T à chaque terme de l'expression (A.8) pour obtenir :

$$\vec{r}_k^T \vec{r}_k = \underbrace{\vec{r}_k^T \vec{r}_{k-1}}_{=0} - \alpha_{k-1} \vec{r}_k^T \vec{A}\vec{d}_{k-1}$$

Car $\vec{r}_k^T \vec{r}_{k-1} = 0$ selon la relation (A.14), on a :

$$-\vec{r}_k^T \bar{\bar{A}} \vec{d}_{k-1} = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\alpha_{k-1}}$$

Or $\alpha_{k-1} = (\vec{r}_{k-1}^T \vec{r}_{k-1}) / (\vec{d}_{k-1}^T \bar{\bar{A}} \vec{d}_{k-1})$ selon « Justification de l'expression de α_k ». On peut substituer le terme α_{k-1} dans la relation :

$$-\vec{r}_k^T \bar{\bar{A}} \vec{d}_{k-1} = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\alpha_{k-1}} = \vec{r}_k^T \vec{r}_k \frac{\vec{d}_{k-1}^T \bar{\bar{A}} \vec{d}_{k-1}}{\vec{r}_{k-1}^T \vec{r}_{k-1}}$$

Le numérateur de β_k peut donc être remplacé.

$$\beta_k = \frac{-\vec{r}_k^T \bar{\bar{A}} \vec{d}_{k-1}}{\vec{d}_{k-1}^T \bar{\bar{A}} \vec{d}_{k-1}} = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\vec{r}_{k-1}^T \vec{r}_{k-1}}$$

Dans la pratique, il n'est pas toujours efficace de dépenser trop de temps et de puissance de calcul pour obtenir une valeur de α_k précise. Le choix de α_k est flexible tant que les critères forts de Wolfe [134,135] sont respectés pour assurer la convergence. En effet, la méthode de gradient conjugué est basée sur la recherche de minimum d'une fonction quadratique (voir la section A.II.1 sur la description du problème de base). Si la fonction de coût (à minimiser) du problème est quadratique, α_k peut être calculé précisément avec la formule ci-dessus. Sinon, il n'est pas nécessaire d'avoir une longueur de pas α_k optimale pour chaque itération alors que la méthode elle-même réalise des approximations sur la fonction de coût par une fonction quadratique.

Critères forts de Wolfe [134,135] :

Soit f une fonction à minimiser par méthode itérative, les critères forts de Wolfe s'appliquent sur le choix du pas α_k d'une itération,

$$f(\vec{x}_k + \alpha_k \vec{d}_k) \leq f(\vec{x}_k) + c_1 \alpha_k \vec{d}_k^T \vec{\nabla} f(\vec{x}_k) \quad (\text{A.19})$$

$$\left| \vec{d}_k^T \vec{\nabla} f(\vec{x}_k + \alpha_k \vec{d}_k) \right| \leq c_2 \left| \vec{d}_k^T \vec{\nabla} f(\vec{x}_k) \right| \quad (\text{A.20})$$

avec $0 < c_1 < c_2 < 1$. Le premier critère garantit la descente de $f(\vec{x})$ après chaque itération. Néanmoins, ce critère est toujours vrai quand α_k tend vers zéro. Le deuxième critère évite d'avoir un pas α_k trop grand et de s'éloigner d'un point critique de f . Il convient de noter que lorsqu'on est proche d'un extremum ou d'un point selle, le deuxième critère empêche l'algorithme de s'éloigner de cette zone et d'aller chercher un minimum ailleurs. Dans ce cas-là, on peut relancer la méthode inverse avec un point de départ différent.

Il existe plusieurs approches pour définir la direction \vec{d}_k [132,133,165–168] pour des fonctions non-quadratiques. Selon le choix des approches de \vec{d}_k , la performance de l'algorithme pour converger est différente.

A.II.4 Application à une fonction quelconque

L'approximation d'une fonction quelconque $f(\vec{x})$ autour de \vec{x}_0 par une fonction quadratique peut s'écrire :

$$f(\vec{x}_0 + \alpha \vec{d}) \approx f(\vec{x}_0) + \alpha [\vec{\nabla} f(\vec{x}_0)]^T \vec{d} + \frac{\alpha^2}{2} \vec{d}^T \bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0) \vec{d} \quad (\text{A.21})$$

$$\frac{\partial f(\vec{x}_0 + \alpha \vec{d})}{\partial \alpha} \approx [\vec{\nabla} f(\vec{x}_0)]^T \vec{d} + \alpha \vec{d}^T \bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0) \vec{d} \quad (\text{A.22})$$

Si $f(\vec{x}_0 + \alpha \vec{d})$ est un point critique de $f(\vec{x})$, on a $\partial f(\vec{x}_0 + \alpha \vec{d}) / \partial \alpha = 0$ dans l'équation (A.22). De ce fait, à partir d'un point de départ $f(\vec{x}_0)$ avec $\vec{\nabla} f(\vec{x}_0)$ et $\bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0)$ connus, on peut déterminer la longueur de pas α suivant la direction \vec{d} pour atteindre le point critique $f(\vec{x}_0 + \alpha \vec{d})$.

$$\alpha \approx - \frac{[\vec{\nabla} f(\vec{x})]^T \vec{d}}{\vec{d}^T \bar{\nabla}^2 f(\vec{x}) \vec{d}} \leftrightarrow \frac{\vec{r}_k^T \vec{d}_k}{\vec{d}_k^T \bar{A} \vec{d}_k} \quad (\text{A.23})$$

Pour que le point critique soit un minimum, il faut que $\bar{\nabla}^2 f(\vec{x})$ soit définie positive.

Remarque :

La méthode de Newton est basée sur une démarche similaire. L'approximation d'une fonction quelconque $f(\vec{x})$ autour de \vec{x}_0 par une fonction quadratique :

$$f(\vec{x}_0 + \vec{p}) \approx f(\vec{x}_0) + [\vec{\nabla} f(\vec{x}_0)]^T \vec{p} + \frac{1}{2} \vec{p}^T \bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0) \vec{p} \quad (\text{A.24})$$

$$\frac{\partial f(\vec{x}_0 + \vec{p})}{\partial \vec{p}} \approx \vec{\nabla} f(\vec{x}_0) + \bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0) \vec{p} \quad (\text{A.25})$$

Si $f(\vec{x}_0 + \vec{p})$ est un point critique de $f(\vec{x})$, on a $\partial f(\vec{x}_0 + \vec{p}) / \partial \vec{p} = \vec{0}$ dans l'équation (A.25). De ce fait, à partir d'un point de départ $f(\vec{x}_0)$ avec $\vec{\nabla} f(\vec{x}_0)$ et $\bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0)$ connus, on peut déterminer le pas \vec{p} qu'il faut pour atteindre le point critique $f(\vec{x}_0 + \vec{p})$.

$$\vec{p} \approx -[\bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0)]^{-1} \vec{\nabla} f(\vec{x}_0) \quad (\text{A.26})$$

Pour que le point critique soit un minimum, il faut que $\partial^2 f(\vec{x}_0 + \vec{p}) / \partial \vec{p}^2 = \bar{\nabla}^2 f(\vec{x})$ soit définie positive.

Les directions conjuguées des itérations précédentes sont basées sur les approximations quadratiques effectuées antérieurement et influencent le choix des directions des prochaines itérations (équation (A.11)). Quand la fonction quadratique approchée à chaque itération évolue considérablement, le fait d'effacer l'historique des directions conjuguées et de redémarrer la méthode à partir du point actuel peut améliorer l'efficacité de la méthode, par exemple avec β_k de Polak–Ribière [133].

β_k de Polak–Ribière [133] :

$$\beta_k = \max \left\{ \frac{[\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)]^T [\bar{\nabla}f(\vec{x}_k) - \bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})]}{[\bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})]^T \bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})}, 0 \right\}$$

Si $f(\vec{x})$ est quadratique, on retrouve l'expression (A.17) de β_k :

$$\frac{[\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)]^T [\bar{\nabla}f(\vec{x}_k) - \bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})]}{[\bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})]^T \bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})} = \frac{[\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)]^T \bar{\nabla}f(\vec{x}_k)}{[\bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})]^T \bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})} = \frac{\vec{r}_k^T \vec{r}_k}{\vec{r}_{k-1}^T \vec{r}_{k-1}}$$

car $[\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)]^T \bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1}) = \vec{r}_k^T \vec{r}_{k-1} = 0$, selon la relation (A.14).

Avec cette version de Beta de Polak–Ribière [133], la direction \vec{d}_k de l'itération $k \neq 0$ peut être réinitialisée (en prenant $\beta_k = 0$, on a $\vec{d}_k = -\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)$ comme pour la choix de la première direction, mais à partir de \vec{x}_k de l'itération $k \neq 0$). Cette réinitialisation est effectuée quand la projection de $\bar{\nabla}f(\vec{x}_{k-1})$ dans la direction de $\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)$ est plus grande que $\|\bar{\nabla}f(\vec{x}_k)\|$.

Le calcul de $\bar{\nabla}^2 f(\vec{x})$ est souvent lourd et coûteux en temps. Il existe des méthodes pour estimer la dérivée seconde (matrice Hessienne) de la fonction à minimiser.

A.II.5 Approximation sur la dérivée seconde (matrice Hessienne)

Avec $f(\vec{x}) = C \|\vec{g}(\vec{x}) - \vec{b}\|^2$ une forme classique de fonction de coût, on peut linéariser $\vec{g}(\vec{x}) \approx \bar{\bar{A}}\vec{x}$ pour obtenir :

$$f(\vec{x}) \approx C \|\bar{\bar{A}}\vec{x} - \vec{b}\|^2 \quad (\text{A.27})$$

avec $\bar{\bar{A}}$ le Jacobien de $\vec{g}(\vec{x})$ par rapport à \vec{x} . Lorsqu'on minimise $C \|\bar{\bar{A}}\vec{x} - \vec{b}\|^2$, on cherche les zéros de sa dérivée $2C\bar{\bar{A}}^T(\bar{\bar{A}}\vec{x} - \vec{b})$. La dérivée seconde vaut $2C\bar{\bar{A}}^T\bar{\bar{A}}$. La matrice $\bar{\bar{A}}^T\bar{\bar{A}}$ est semi-définie positive.

Justification :

Pour un vecteur $\vec{d} \neq \vec{0}$, on a :

$$\vec{d}^T (\bar{A}^T \bar{A}) \vec{d} = (\bar{A} \vec{d})^T \bar{A} \vec{d} = \|\bar{A} \vec{d}\|^2 \geq 0$$

La matrice $\bar{A}^T \bar{A}$ est donc semi-définie positive.

Remarque :

Quand $\bar{A} \vec{d} = \vec{0}$, la fonction de coût ne varie pas dans la direction \vec{d} , la longueur de pas α tend vers l'infini (équation (A.23)), le problème de l'unicité de solution est rencontré dans cette direction.

Le fait d'utiliser $2C\bar{A}^T\bar{A}$ pour remplacer la matrice Hessienne allège le calcul pour chaque itération et assure la recherche de minimum dans le cas où la matrice Hessienne est définie négative ou non-inversible (comparé à la méthode de Newton avec $-\left[\bar{\nabla}^2 f(\vec{x}_0)\right]^{-1} \bar{\nabla} f(\vec{x}_0)$ comme pas d'itération). En effet, la direction de descente de la méthode de gradient conjugué ne dépend pas du calcul de la dérivée seconde. L'influence de la perte de précision liée cette approximation de la matrice Hessienne est uniquement sur la profondeur de pas et est mineure. La précision finale de la caractérisation par cette méthode est principalement liée à la précision expérimentale (des données \vec{b}) et à la précision des dérivées premières par méthode numérique.

Pour notre problème, on a une fonction de coût du type :

$$Err = C_1 \sum_{i=1}^N (T_i - T_i^*)^2 + C_2 (\Delta p - \Delta p^*)^2 \quad (A.28)$$

avec C_1 et C_2 les coefficients de pondération, N le nombre total de mesures (nombre d'instantants + nombre de thermocouples), T_i et Δp les températures et la perte de charge calculées par un modèle direct et T_i^* et Δp^* les mesures de températures et de perte de charge. Il est possible d'utiliser d'autres observables dans la fonction de coût. Ici, l'exemple est donné avec la température et la pression.

On linéarise notre système (modèle direct) avec :

$$\begin{cases} [T_1 \quad \dots \quad T_N]^T \approx \bar{A} \vec{x} = \bar{A} \begin{bmatrix} K \\ n \end{bmatrix} \\ \Delta p \approx \bar{B} \vec{x} = \bar{B} \begin{bmatrix} K \\ n \end{bmatrix} \end{cases} \quad (A.29)$$

On rappelle que K est le coefficient de consistance et que n est l'indice de la loi de puissance de la viscosité. Il est possible d'y ajouter d'autres paramètres à identifier ou de remplacer certains paramètres par d'autres. Ici, l'exemple est donné avec K et n (identification des paramètres de la viscosité).

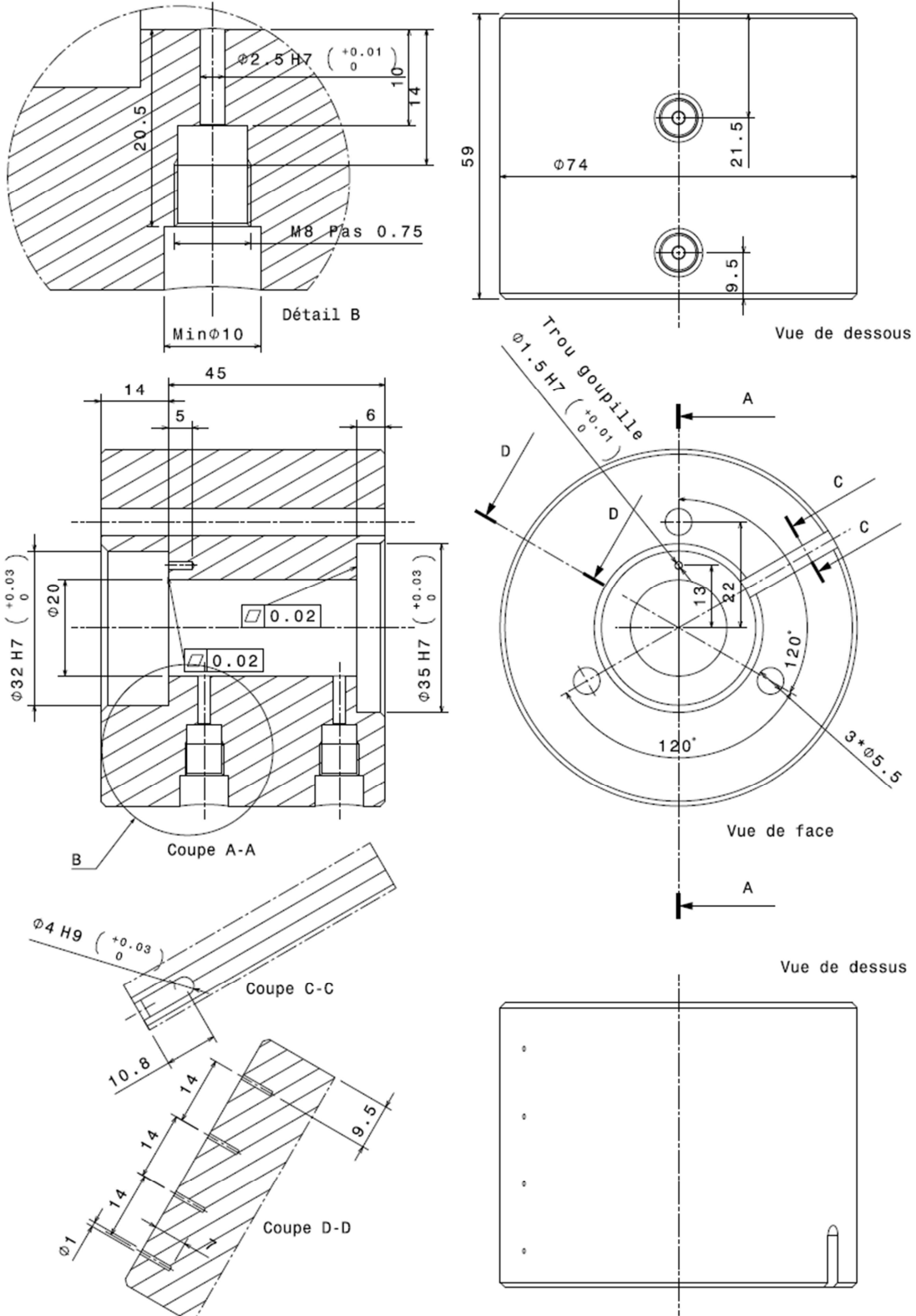
La matrice Hessienne s'écrit comme :

$$\begin{aligned} \overline{\nabla}^2 Err(\vec{x}) &\approx 2C_1 \overline{\vec{A}}^T \overline{\vec{A}} + 2C_2 \overline{\vec{B}}^T \overline{\vec{B}} \\ &= 2C_1 \sum_{i=1}^N \begin{bmatrix} \frac{(dT_i)^2}{dKdK} & \frac{(dT_i)^2}{dKdn} \\ \frac{(dT_i)^2}{dKdn} & \frac{(dT_i)^2}{dndn} \end{bmatrix} + 2C_2 \begin{bmatrix} \frac{(d\Delta p)^2}{dKdK} & \frac{(d\Delta p)^2}{dKdn} \\ \frac{(d\Delta p)^2}{dKdn} & \frac{(d\Delta p)^2}{dndn} \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (A.30)$$

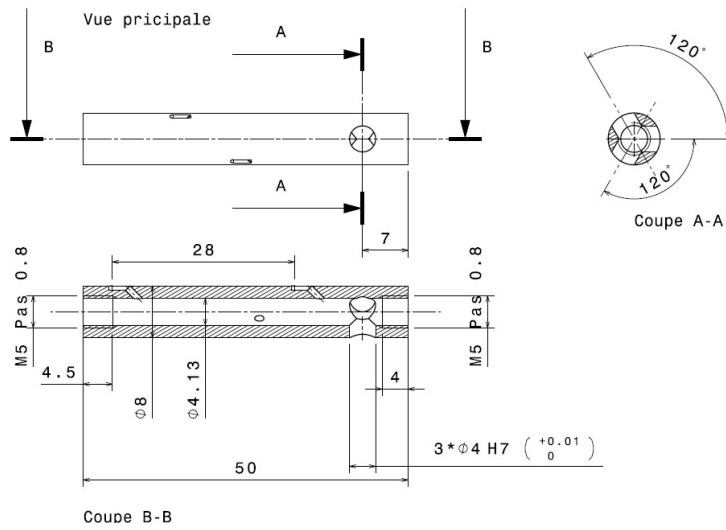
On note $\overline{\vec{H}}^* = 2C_1 \overline{\vec{A}}^T \overline{\vec{A}} + 2C_2 \overline{\vec{B}}^T \overline{\vec{B}}$.

Annexe III. Plans de conception

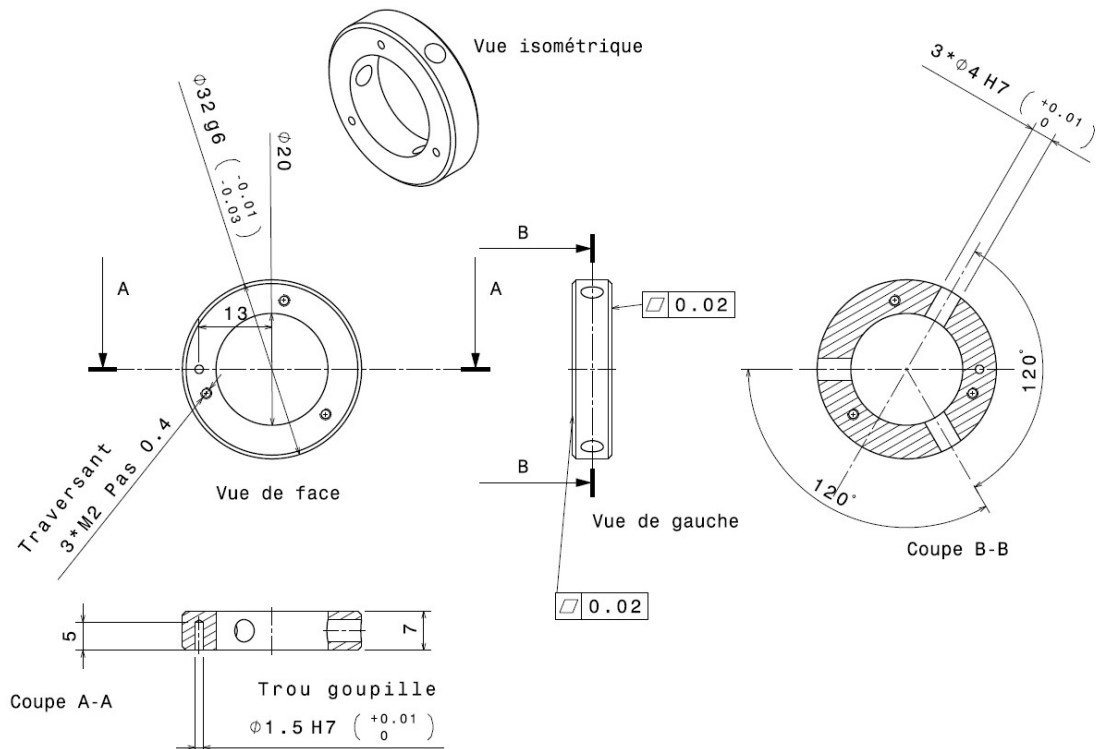
Pièce 1 - Canal



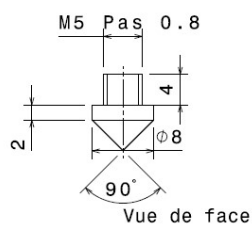
Pièce 2 – Axe central



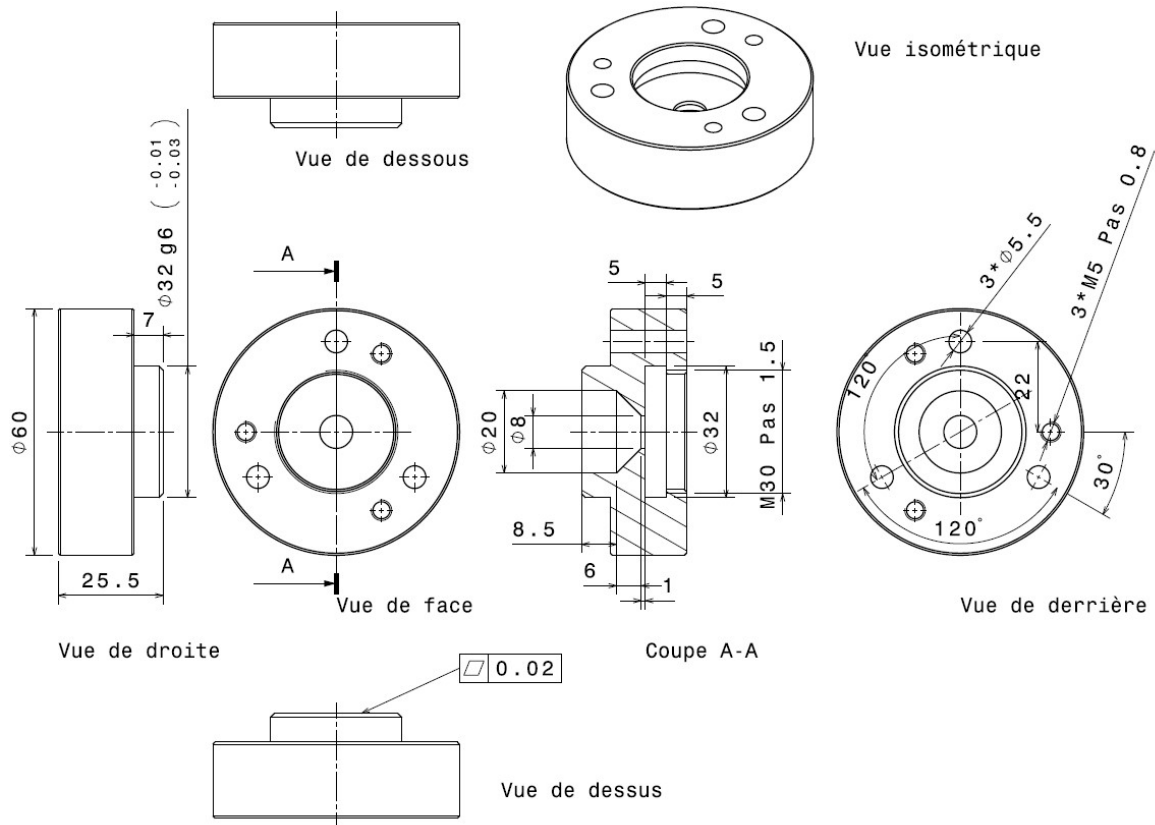
Pièce 3 – Bague de fixation



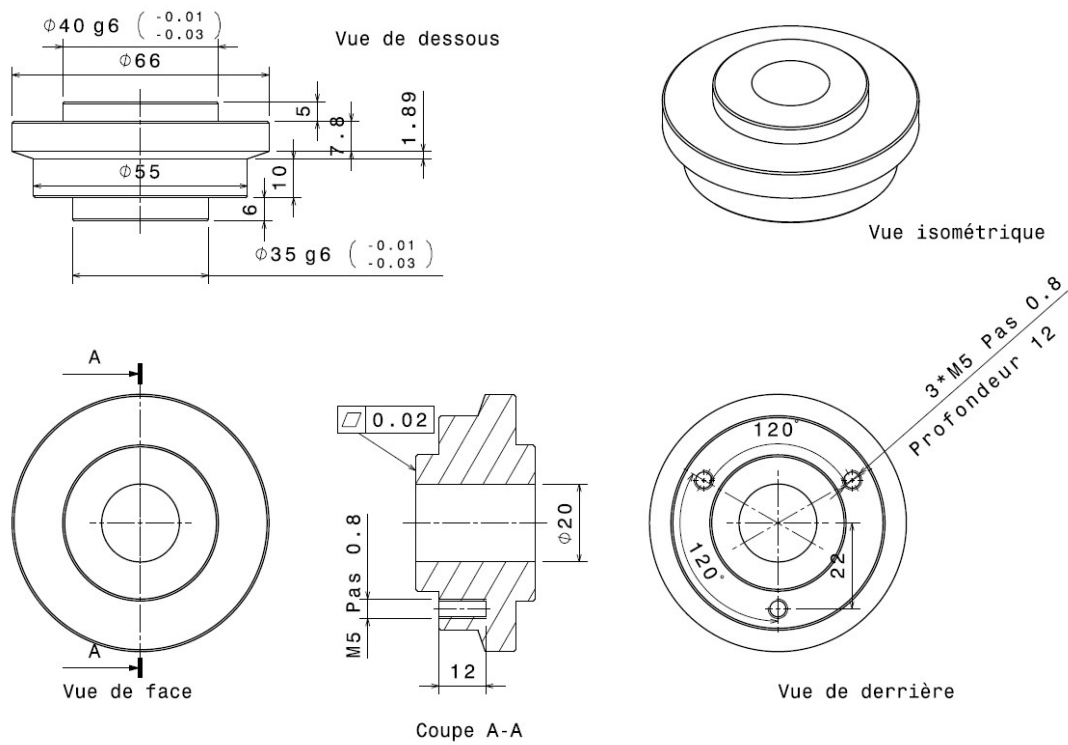
Pièce 4 – Cône



Pièce 7 – Connecteur de sortie



Pièce 8 – Connecteur d'entrée



Annexe IV. Etude d'incertitude de la méthode d'identification de la viscosité via la dissipation visqueuse

On rappelle que la méthode de dissipation visqueuse consiste à identifier les valeurs de K_1 et de K_2 en fixant les valeurs de n_1 et de n_2 , et que le calcul d'un point critique $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$ en fonction des paramètres K_1, K_2, n_1 et n_2 s'écrit comme :

$$\begin{cases} \dot{\gamma}_c = \exp\left(\frac{\ln(K_1) - \ln(K_2)}{n_2 - n_1}\right) \\ \eta_c = \exp\left(\frac{\ln(K_1) - \ln(K_2)}{n_2 - n_1}n_1 + \ln(K_1) + \frac{\ln(K_2) - \ln(K_1)}{n_2 - n_1}\right) \end{cases}$$

On introduit un facteur d'erreur x sur l'estimation de K_1 . Lorsqu'on a xK_1 à la place de K_1 dans le calcul de point critique, $\dot{\gamma}_c$ est calculé avec l'erreur et devient $\dot{\gamma}_c^*$:

$$\dot{\gamma}_c^* = \exp\left(\frac{\ln(xK_1) - \ln(K_2)}{n_2 - n_1}\right)$$

η_c devient η_c^* à cause de l'erreur :

$$\eta_c^* = \exp\left(\frac{\ln(xK_1) - \ln(K_2)}{n_2 - n_1}n_1 + \ln(xK_1) + \frac{\ln(K_2) - \ln(xK_1)}{n_2 - n_1}\right)$$

$\Delta \ln \dot{\gamma}_c$, la déviation du taux de cisaillement critique en échelle logarithmique s'écrit donc comme :

$$\Delta \ln \dot{\gamma}_c = \ln \dot{\gamma}_c^* - \ln \dot{\gamma}_c = \frac{\ln x}{n_2 - n_1} \quad (\text{A.31})$$

$\Delta \ln \eta_c$, la déviation de la viscosité critique en échelle logarithmique s'écrit comme :

$$\Delta \ln \eta_c = \ln \eta_c^* - \ln \eta_c = \frac{\ln x}{n_2 - n_1}(n_2 - 1) = (n_2 - 1)\Delta \ln \dot{\gamma}_c \quad (\text{A.32})$$

En utilisant le même principe, lorsqu'on a xK_2 à la place de K_2 dans le calcul de point critique, les déviations du point critique sont :

$$\Delta \ln \dot{\gamma}_c = -\frac{\ln x}{n_2 - n_1} \quad (\text{A.33})$$

$$\Delta \ln \eta_c = (n_1 - 1)\Delta \ln \dot{\gamma}_c \quad (\text{A.34})$$

Il est intéressant d'exprimer les déviations sous forme des équations (A.31), (A.32), (A.33) et (A.34). Car la loi de puissance (1) s'écrit :

$$\eta = K\dot{\gamma}^{n-1}$$

en échelle logarithmique :

$$\ln \eta = \ln K + (n - 1) \ln \dot{\gamma}$$

La variation $\Delta \ln \eta$ en fonction de $\Delta \ln \dot{\gamma}$ s'écrit donc comme :

$$\Delta \ln \eta = (n - 1) \Delta \ln \dot{\gamma} \quad (\text{A.35})$$

L'équation (A.35) représente une relation linéaire entre $\Delta \ln \eta$ et $\Delta \ln \dot{\gamma}$. Cette relation linéaire ayant une pente de $(n - 1)$ est en effet la loi de puissance ayant un indice n en échelle logarithmique. Si les valeurs de n_1 et de n_2 sont proches de celle de n , les équations (A.32) et (A.34) deviennent presque l'équation (A.35). C'est-à-dire que les erreurs d'estimation déplacent le point critique suivant une direction proche de la pente de la loi de puissance. Malgré les erreurs d'estimation, le point critique sera toujours proche la courbe de viscosité recherchée. Il est donc avantageux de choisir des valeurs de n_1 et n_2 proches de la valeur de n de la loi de puissance recherchée (si n peut être pré-estimé grossièrement).

Un exemple est donné dans la figure A1 pour un matériau rhéo-fluidifiant ($n < 1$). Une surestimation de K_1 mène à une surestimation de $\dot{\gamma}_c$ et une sous-estimation de η_c , avec une pente de $(n_2 - 1)$. Une surestimation de K_2 correspond à une sous-estimation de $\dot{\gamma}_c$ et une surestimation de η_c , avec une pente de $(n_1 - 1)$.

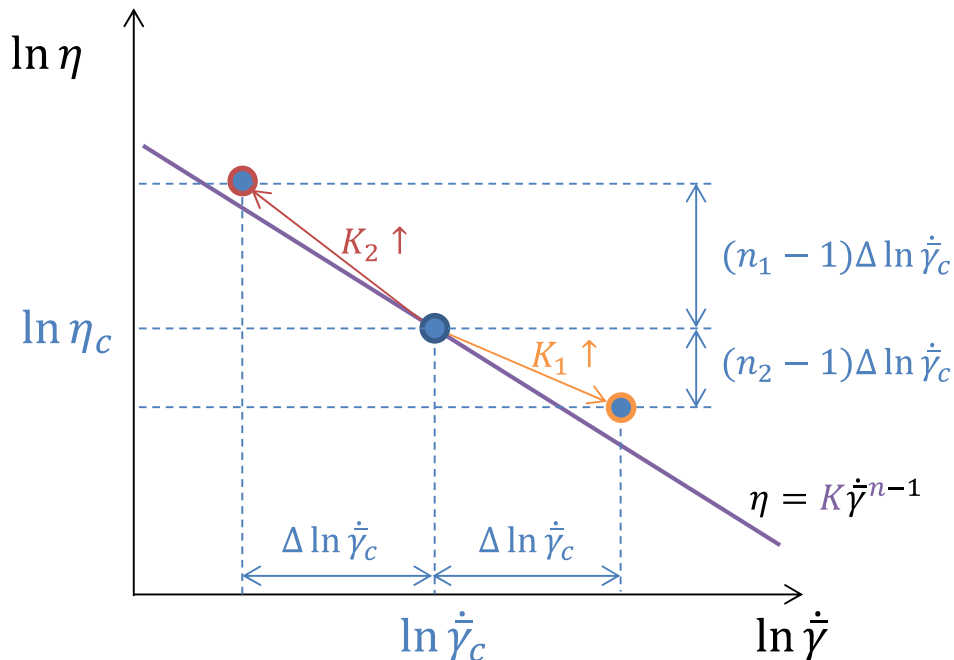


Figure A1: Déviation de point critique en cas de surestimation de K_1 ou de K_2

Références

- [1] R.B. Bird, W.E. Stewart, E.N. Lightfoot, *Transport phenomena*, revised second ed., John Wiley & Sons, 2007.
- [2] J.-Y. Chen, K.-J. Yang, M.-S. Huang, Online quality monitoring of molten resin in injection molding, *Int. J. Heat Mass Transf.* 122 (2018) 681–693. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.02.019>.
- [3] S.H. Tabatabaei, P.J. Carreau, A. Ajji, Effect of processing on the crystalline orientation, morphology, and mechanical properties of polypropylene cast films and microporous membrane formation, *Polymer.* 50 (2009) 4228–4240. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2009.06.071>.
- [4] M. Barczewski, R. Barczewski, T. Chwalczuk, The in-line detection method of sharkskin melt flow instability during polyethylene extrusion based on pressure analysis, *J. Manuf. Process.* 59 (2020) 153–166. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.09.046>.
- [5] J. Iwko, R. Wroblewski, R. Steller, Experimental study on energy consumption in the plasticizing unit of the injection molding machine, *Polimery.* 63 (2018) 362–371. <https://bibliotekanauki.pl/articles/947526> (accessed April 14, 2022).
- [6] W. Schlaffer, J. Schijf, J. H. Measurements of radial temperature profiles in a single-screw extruder, *Plast. Polym.* 39 (1971) 193-+.
- [7] C. Abeykoon, Sensing technologies for process monitoring in polymer extrusion: A comprehensive review on past, present and future aspects, *Meas. Sens.* 22 (2022) 100381. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2022.100381>.
- [8] C. Abeykoon, P.J. Martin, A.L. Kelly, E.C. Brown, A review and evaluation of melt temperature sensors for polymer extrusion, *Sens. Actuators Phys.* 182 (2012) 16–27. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2012.04.026>.
- [9] C. Abeykoon, A.L. Kelly, E.C. Brown, P.D. Coates, The effect of materials, process settings and screw geometry on energy consumption and melt temperature in single screw extrusion, *Appl. Energy.* 180 (2016) 880–894. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2016.07.014>.
- [10] J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Deterre, C. Plot, Effect of viscous dissipation in the prediction of thermal behavior of an elastomer cylindrical flow, *J. Mater. Process. Technol.* 252 (2018) 680–687. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.10.035>.

- [11] C. Pujos, N. Régnier, G. Defaye, Determination of the inlet temperature profile of an extrusion die in unsteady flow, *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 47 (2008) 456–462. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.01.008>.
- [12] C. Pujos, Estimation de la rhéologie d'un polymère dans une filière d'extrusion - Simulation d'écoulement avec transferts thermiques et inversion de mesures, Thèse de doctorat, Bordeaux 1, 2006.
- [13] M. Girault, J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Deterre, Estimation de la viscosité d'un polymère en écoulement à l'aide d'un modèle réduit, in: SFT 2018, 2018.
- [14] E. Ojogbo, E.O. Ogunsona, T.H. Mekonnen, Chemical and physical modifications of starch for renewable polymeric materials, *Mater. Today Sustain.* 7–8 (2020) 100028. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2019.100028>.
- [15] J.-F. Agassant, P. Avenas, *Mise en forme des polymères (4e éd.): Approche thermomécanique de la plasturgie*, Lavoisier, 2014.
- [16] J.M. Dealy, T.O. Broadhead, Process rheometers for molten plastics: A survey of existing technology, *Polym. Eng. Sci.* 33 (1993) 1513–1523. <https://doi.org/10.1002/pen.760332302>.
- [17] R.J. Crowson, A.J. Scott, D.W. Saunders, Rheology of short glass fiber-reinforced thermoplastics and its application to injection molding. III. Use of a high shear rate capillary rheometer in the injection molding shear rate range, *Polym. Eng. Sci.* 21 (1981) 748–754. <https://doi.org/10.1002/pen.760211203>.
- [18] V. Atluri, R. Malloy, Characterization of the Flow Properties of a Polycarbonate for Injection Molding Applications, in: *Search Excell. ANTEC 91 Conf. Proc. Antec91*, CRC Press, 1991: p. 377.
- [19] E. Bonneau, Contribution à l'étude des propriétés rhéologiques des polymères sur presse à injecter, PhD Thesis, Université Louis Pasteur (Strasbourg), 1998.
- [20] G. Gou, P. Xie, W. Yang, Y. Ding, Online measurement of rheological properties of polypropylene based on an injection molding machine to simulate the injection-molding process, *Polym. Test.* 30 (2011) 826–832. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2011.08.005>.
- [21] C. Rauwendaal, F. Fernandez, Experimental study and analysis of a slit die viscometer, *Polym. Eng. Sci.* 25 (1985) 765–771. <https://doi.org/10.1002/pen.760251207>.
- [22] D.B. Todd, C.G. Gogos, M. Essegir, D.-W. Yu, S. Widagdo, Monitoring process viscosities with a new on-line rheometer, *Plast. Eng.* 53 (1997) 107–108.

- [23] A.L. Kelly, On-line shear and extensional rheometry of polymer melts in the extrusion process., (2009). <https://bradscholars.brad.ac.uk/handle/10454/2796> (accessed November 16, 2020).
- [24] J.A. Covas, J. M. Nóbrega, J. M. Maia, Rheological measurements along an extruder with an on-line capillary rheometer, *Polym. Test.* 19 (2000) 165–176. [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(98\)00086-5](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(98)00086-5).
- [25] J.A. Covas, J.M. Maia, A.V. Machado, P. Costa, On-line rotational rheometry for extrusion and compounding operations, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 148 (2008) 88–96. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2007.04.009>.
- [26] S. Mould, J. Barbas, A.V. Machado, J.M. Nóbrega, J.A. Covas, Measuring the rheological properties of polymer melts with on-line rotational rheometry, *Polym. Test.* 30 (2011) 602–610. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2011.05.002>.
- [27] A. Gottfert, Real-time viscosity control with capillary rheometry, *Kunststoffe Ger. Plast.* 76 (1986) 1200–1203.
- [28] H.-J. Luger, J. Miethlinger, Development of an online rheometer for simultaneous measurement of shear and extensional viscosity during the polymer extrusion process, *Polym. Test.* 77 (2019) 105914. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.105914>.
- [29] C. Ross, R. Malloy, S. Chen, Melt viscosity monitoring as a measure of melt quality in injection moulding, *Eng. Plast.* 3 (1990) 315–331.
- [30] P.D. Coates, R.K. Chohan, D. Groves, R.G. Speight, R.M. Rose, M. Woodhead, In-line rheometry in extrusion and injection molding processing, in: 9th Annu. Meet. Polym. Process. Soc. Manch. Engl., 1993: pp. 5–8.
- [31] J. Aho, S. Syrjäälä, Shear viscosity measurements of polymer melts using injection molding machine with adjustable slit die, *Polym. Test.* 30 (2011) 595–601. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2011.04.014>.
- [32] N. Zhang, M.D. Gilchrist, Characterization of thermo-rheological behavior of polymer melts during the micro injection moulding process, *Polym. Test.* 31 (2012) 748–758. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2012.04.012>.
- [33] A. Fernandez, M. Muniesa, C. Javierre, In-line rheological testing of thermoplastics and a monitored device for an injection moulding machine: Application to raw and recycled polypropylene, *Polym. Test.* 33 (2014) 107–115. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2013.11.008>.

- [34] V. Mazzanti, F. Mollica, In-line rheometry of polypropylene based Wood Polymer Composites, *Polym. Test.* 47 (2015) 30–35. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.08.003>.
- [35] A. Pabedinskas, W.R. Cluett, S.T. Balke, Development of an in-line rheometer suitable for reactive extrusion processes, *Polym. Eng. Sci.* 31 (1991) 365–375. <https://doi.org/10.1002/pen.760310508>.
- [36] S.E. Tadros, In-line polymer melt rheometer, US5078007A, 1992. <https://patents.google.com/patent/US5078007A/en> (accessed June 1, 2020).
- [37] M. Padmanabhan, M. Bhattacharya, In-line measurement of rheological properties of polymer melts, *Rheol. Acta.* 33 (1994) 71–77. <https://doi.org/10.1007/BF00453465>.
- [38] E.B. Bagley, End Corrections in the Capillary Flow of Polyethylene, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 624–627. <https://doi.org/10.1063/1.1722814>.
- [39] A. Kloziński, P. Jakubowska, The application of an extrusion slit die in the rheological measurements of polyethylene composites with calcium carbonate using an in-line rheometer, *Polym. Eng. Sci.* 59 (2019) E16–E24. <https://doi.org/10.1002/pen.24941>.
- [40] P. Wappler, T. Horter, R. Kulkarni, T. Guenther, K.-P. Fritz, A. Zimmermann, Development of a nozzle capillary viscometer for inline viscosity measurement of thermoplastics, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* (2022). <https://doi.org/10.1007/s00170-021-08394-4>.
- [41] P.F. Teixeira, L.L. Ferrás, L. Hilliou, J.A. Covas, A new double-slit rheometrical die for in-process characterization and extrusion of thermo-mechanically sensitive polymer systems, *Polym. Test.* 66 (2018) 137–145. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.01.013>.
- [42] H.K. Jang, S.O. Hong, S.B. Lee, J.M. Kim, W.R. Hwang, Viscosity measurement of non-Newtonian fluids in pressure-driven flows of general geometries based on energy dissipation rate, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 274 (2019) 104204. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2019.104204>.
- [43] H.K. Jang, W.R. Hwang, A general approach on the quantification of effective quantities in a pressure-driven flow of inelastic non-Newtonian fluid in arbitrary geometries based on the energy balance, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 253 (2018) 7–15. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2018.01.006>.
- [44] S.-H. Chiu, H.-C. Yiu, S.-H. Pong, Development of an in-line viscometer in an extrusion molding process, *J. Appl. Polym. Sci.* 63 (1997) 919–924. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19970214\)63:7<919::AID-APP12>3.0.CO;2-M](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19970214)63:7<919::AID-APP12>3.0.CO;2-M).

- [45] Y. Peng, H. Li, L.-S. Turng, Development of a rheo-dielectric sensor for online shear stress measurement during the injection molding process, *Polym. Eng. Sci.* 50 (2010) 61–68. <https://doi.org/10.1002/pen.21511>.
- [46] C. Abeykoon, M. McAfee, K. Li, P.J. Martin, A.L. Kelly, The inferential monitoring of screw load torque to predict process fluctuations in polymer extrusion, *J. Mater. Process. Technol.* 211 (2011) 1907–1918. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.05.002>.
- [47] Z.-L. Chen, P.-Y. Chao, S.-H. Chiu, Proposal of an empirical viscosity model for quality control in the polymer extrusion process, *Polym. Test.* 22 (2003) 601–607. [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(02\)00163-0](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(02)00163-0).
- [48] H.-J. Luger, B. Löw-Baselli, A. Neunhäuserer, W. Friesenbichler, J. Miethlinger, A novel hyperbolic slit contraction with constant strain rate for elongational rheology of polymer melts, *Polym. Test.* 73 (2019) 104–114. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.11.004>.
- [49] S. Perusich, M. McBrearty, Dielectric spectroscopy for polymer melt composition measurements, *Polym. Eng. Sci.* 40 (2000) 214–226. <https://doi.org/10.1002/pen.11154>.
- [50] A.J. Bur, S.C. Roth, M. McBrearty, In-line dielectric monitoring during extrusion of filled polymers, *Rev. Sci. Instrum.* 73 (2002) 2097–2102. <https://doi.org/10.1063/1.1470235>.
- [51] N.H. Abu-Zahra, Real-time viscosity and density measurements of polymer melts using dielectric and ultrasound sensors fusion, *Mechatronics.* 14 (2004) 789–803. <https://doi.org/10.1016/j.mechatronics.2003.11.001>.
- [52] G.G. Stokes, On the effect of internal friction of fluids on the motion of pendulums, *Trans Camb Phil Soc.* 9 (1850) 106.
- [53] M. McBrearty, S. Perusich, Dielectric rheological measurements of molten polymers, *Polym. Eng. Sci.* 40 (2000) 201–213.
- [54] N.H. Abu-Zahra, Measuring melt density in polymer extrusion processes using shear ultrasound waves, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 24 (2004) 661–666. <https://doi.org/10.1007/s00170-003-1743-6>.
- [55] P.D. Coates, S.E. Barnes, M.G. Sibley, E.C. Brown, H.G.M. Edwards, I.J. Scowen, In-process vibrational spectroscopy and ultrasound measurements in polymer melt extrusion, *Polymer.* 44 (2003) 5937–5949. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(03\)00544-5](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(03)00544-5).
- [56] S.E. Barnes, E.C. Brown, M.G. Sibley, H.G.M. Edwards, I.J. Scowen, P.D. Coates, Vibrational Spectroscopic and Ultrasound Analysis for In-Process Characterization of High-Density Polyethylene/Polypropylene Blends During Melt Extrusion, *Appl. Spectrosc.* 59

(2005) 611–619. <https://www.osapublishing.org/as/abstract.cfm?uri=as-59-5-611> (accessed June 3, 2020).

[57] D. Wang, K. Min, In-line monitoring and analysis of polymer melting behavior in an intermeshing counter-rotating twin-screw extruder by ultrasound waves, *Polym. Eng. Sci.* 45 (2005) 998–1010. <https://doi.org/10.1002/pen.20364>.

[58] D. Fischer, K. Sahre, M. Abdelrhim, B. Voit, V.B. Sadhu, J. Pionteck, H. Komber, J. Hutschenreuter, Process monitoring of polymers by in-line ATR-IR, NIR and Raman spectroscopy and ultrasonic measurements, *Comptes Rendus Chim.* 9 (2006) 1419–1424. <https://doi.org/10.1016/j.crci.2006.06.006>.

[59] B. Praher, K. Straka, J. Usanovic, G. Steinbichler, Ultrasound based monitoring of the injection moulding process - Methods, applications and limitations, *AIP Conf. Proc.* 1593 (2014) 159–162. <https://doi.org/10.1063/1.4873755>.

[60] N. Dogan, M.J. McCarthy, R.L. Powell, Measurement of polymer melt rheology using ultrasonics-based in-line rheometry, *Meas. Sci. Technol.* 16 (2005) 1684–1690. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/16/8/021>.

[61] D.F. Arola, R.L. Powell, G.A. Barrall, M.J. McCarthy, Pointwise observations for rheological characterization using nuclear magnetic resonance imaging, *J. Rheol.* 43 (1998) 9–30. <https://doi.org/10.1122/1.550976>.

[62] Y. Uludag, M.J. McCarthy, G.A. Barrall, R.L. Powell, Polymer Melt Rheology by Magnetic Resonance Imaging, *Macromolecules.* 34 (2001) 5520–5524. <https://doi.org/10.1021/ma001543w>.

[63] A. Gottwald, U. Scheler, Extrusion Monitoring of Polymer Melts Using a High-Temperature Surface-NMR Probe, *Macromol. Mater. Eng.* 290 (2005) 438–442. <https://doi.org/10.1002/mame.200400246>.

[64] R.L. Powell, J.E. Maneval, J.D. Seymour, K.L. McCarthy, M.J. McCarthy, Note: Nuclear magnetic resonance imaging for viscosity measurements, *J. Rheol.* 38 (1994) 1465–1470.

[65] M.G. Hansen, S. Vedula, In-line fiber-optic near-infrared spectroscopy: Monitoring of rheological properties in an extrusion process. Part I., *J. Appl. Polym. Sci.* 68 (1998) 859–872. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19980509\)68:6<859::AID-APP1>3.0.CO;2-G](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19980509)68:6<859::AID-APP1>3.0.CO;2-G).

[66] S.E. Barnes, M.G. Sibley, H.G.M. Edwards, P.D. Coates, Process monitoring of polymer melts using in-line spectroscopy, *Trans. Inst. Meas. Control.* 29 (2007) 453–465. <https://doi.org/10.1177/0142331207084336>.

- [67] T. Nagata, M. Ohshima, M. Tanigaki, In-line monitoring of polyethylene density using near infrared (NIR) spectroscopy, *Polym. Eng. Sci.* 40 (2000) 1107–1113. <https://doi.org/10.1002/pen.11238>.
- [68] A. Witschnigg, S. Laske, M. Kracalik, M. Feuchter, G. Pinter, G. Maier, W. Märzinger, M. Haberkorn, G.R. Langecker, C. Holzer, In-line characterization of polypropylene nanocomposites using FT-NIR, *J. Appl. Polym. Sci.* 117 (2010) 3047–3053. <https://doi.org/10.1002/app.32024>.
- [69] K.B. Migler, A.J. Bur, Fluorescence based measurement of temperature profiles during polymer processing, *Polym. Eng. Sci.* 38 (1998) 213–221.
- [70] A.J. Bur, S.C. Roth, Optical sensor for measuring fluorescence anisotropy during polymer processing, 2000.
- [71] A.J. Bur, S.C. Roth, C.L. Thomas, Fluorescence anisotropy sensor and its application to polymer processing and characterization, *Rev. Sci. Instrum.* 71 (2000) 1516–1523.
- [72] A.J. Bur, M.G. Vangel, S.C. Roth, Fluorescence based temperature measurements and applications to real-time polymer processing, *Polym. Eng. Sci.* 41 (2001) 1380–1389.
- [73] A.J. Bur, S.C. Roth, M.A. Spalding, D.W. Baugh, K.A. Koppi, W.C. Buzanowski, Temperature gradients in the channels of a single-screw extruder, *Polym. Eng. Sci.* 44 (2004) 2148–2157. <https://doi.org/10.1002/pen.20221>.
- [74] A.J. Bur, S.C. Roth, Real-time monitoring of fluorescence anisotropy and temperature during processing of biaxially stretched polypropylene film, *Polym. Eng. Sci.* 44 (2004) 805–813. <https://doi.org/10.1002/pen.20072>.
- [75] A.J. Bur, S.C. Roth, Fluorescence temperature measurements: Methodology for applications to process monitoring, *Polym. Eng. Sci.* 44 (2004) 898–908. <https://doi.org/10.1002/pen.20081>.
- [76] L.A. Pinheiro, G.-H. Hu, L.A. Pessan, S.V. Canevarolo, In-line measurements of the morphological parameters of PP/PA6 blends during extrusion in the transient mode, *Polym. Eng. Sci.* 48 (2008) 806–814. <https://doi.org/10.1002/pen.21009>.
- [77] E.C. Brown, A.L. Kelly, P.D. Coates, Melt temperature field measurement in single screw extrusion using thermocouple meshes, *Rev. Sci. Instrum.* 75 (2004) 4742–4748. <https://doi.org/10.1063/1.1808895>.
- [78] A. I. Kelly, E. c. Brown, P. d. Coates, The effect of screw geometry on melt temperature profile in single screw extrusion, *Polym. Eng. Sci.* 46 (2006) 1706–1714. <https://doi.org/10.1002/pen.20657>.

- [79] D. Debey, R. Bluhm, N. Habets, H. Kurz, Fabrication of planar thermocouples for real-time measurements of temperature profiles in polymer melts, *Sens. Actuators Phys.* 58 (1997) 179–184. [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(97\)01389-7](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(97)01389-7).
- [80] J. Launay, Analyse de l'homogénéisation thermique et cinétique d'un écoulement d'élastomère, These de doctorat, Nantes, 2013. <http://www.theses.fr/2013NANT2013> (accessed December 21, 2020).
- [81] M. Karkri, Y. Jarny, P. Mousseau, Thermal state of an incompressible pseudo-plastic fluid and Nusselt number at the interface fluid–die wall, *Int. J. Therm. Sci.* 47 (2008) 1284–1293. <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2007.11.009>.
- [82] Y. Wielhorski, P. Mousseau, Y. Jarny, D. Delaunay, N. Lefevre, Thermal balance between viscous heating and inlet thermal condition in non stationary polymer flow through a cylindrical die, *Int. J. Therm. Sci.* 50 (2011) 769–778. <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2010.12.003>.
- [83] Z. Cheheb, P. Mousseau, A. Sarda, R. Deterre, Thermal Conductivity of Rubber Compounds Versus the State of Cure, *Macromol. Mater. Eng.* 297 (2012) 228–236. <https://doi.org/10.1002/mame.201100127>.
- [84] J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Deterre, Y. Madec, Intrusive measurement of polymer flow temperature, *Polym. Eng. Sci.* 54 (2014) 2806–2814. <https://doi.org/10.1002/pen.23839>.
- [85] G. El Hajj Sleiman, Aptitude à la mise en oeuvre de thermoplastiques recyclés et de biopolymère : analyse thermorhéologique de mélanges PP/PE, These de doctorat, Nantes, 2018. <http://www.theses.fr/2018NANT4029> (accessed April 27, 2021).
- [86] G.E.H. Sleiman, I. Petit, N. Allanic, S. Belhabib, Y. Madec, R. Deterre, Extension of Einstein's Law for Power-Law Fluid to Describe a Suspension of Spherical Particles: Application to Recycled Polymer Flow, *Polym. Eng. Sci.* 59 (2019) E387–E396. <https://doi.org/10.1002/pen.25070>.
- [87] O. Amano, S. Utsugi, Temperature measurements of polymer melts in the heating barrel during injection molding. Part I. Temperature distribution along the screw axis in the reservoir, *Polym. Eng. Sci.* 28 (1988) 1565–1571. <https://doi.org/10.1002/pen.760282307>.
- [88] O. Amano, S. Utsugi, Temperature measurements of polymer melts in the heating barrel during injection molding. Part 2: Three-dimensional temperature distribution in the reservoir, *Polym. Eng. Sci.* 29 (1989) 171–177. <https://doi.org/10.1002/pen.760290304>.

- [89] O. Amano, S. Utsugi, Temperature measurements of polymer melts in the heating barrel during injection molding. Part 3: Effects of screw geometry, *Polym. Eng. Sci.* 30 (1990) 385–393. <https://doi.org/10.1002/pen.760300702>.
- [90] R. Deterre, F. Nicoleau, Q. Lin, N. Allanic, P. Mousseau, The flow of power-law fluids in concentric annuli: A full analytical approximate solution, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 285 (2020) 104392. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2020.104392>.
- [91] M.P. Escudier, P.J. Oliveira, F.T. Pinho, Fully developed laminar flow of purely viscous non-Newtonian liquids through annuli, including the effects of eccentricity and inner-cylinder rotation, *Int. J. Heat Fluid Flow.* 23 (2002) 52–73. [https://doi.org/10.1016/S0142-727X\(01\)00135-7](https://doi.org/10.1016/S0142-727X(01)00135-7).
- [92] C. Ilicali, S.T. Engez, Laminar flow of power law fluid foods in concentric annuli, *J. Food Eng.* 30 (1996) 255–262.
- [93] S.H. Lin, Heat transfer to generalized non-Newtonian Couette flow in annuli with moving outer cylinder, *Int. J. Heat Mass Transf.* 35 (1992) 3069–3075. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(92\)90326-N](https://doi.org/10.1016/0017-9310(92)90326-N).
- [94] H.E. Ahmed, M.I. Ahmed, Thermal performance of annulus with its applications; A review, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 71 (2017) 170–190. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.12.050>.
- [95] W. Ostwald, About the rate function of the viscosity of dispersed systems, *Kolloid Z.* 36 (1925) 99–117.
- [96] A. Waele, Viscometry and plastometry, *Oil Colour Chem. Assoc.* 6 (1923) 33–88.
- [97] M.A. Hussain, S. Kar, R.R. Puniyani, Relationship between power law coefficients and major blood constituents affecting the whole blood viscosity, *J. Biosci.* 24 (1999) 329–337. <https://doi.org/10.1007/BF02941247>.
- [98] C.A. Padiernos, S.-Y. Lim, B.G. Swanson, C.F. Ross, S. Clark, High hydrostatic pressure modification of whey protein concentrate for use in low-fat whipping cream improves foaming properties, *J. Dairy Sci.* 92 (2009) 3049–3056. <https://doi.org/10.3168/jds.2008-1997>.
- [99] A.G. Fredrickson, Flow of non-Newtonian fluids in annuli, PhD Thesis, University of Wisconsin–Madison, 1959.
- [100] R.B. Bird, Experimental tests of generalised newtonian models containing a zero-shear viscosity and a characteristic time, *Can. J. Chem. Eng.* 43 (1965) 161–168. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450430402>.

- [101] D.W. McEachern, Axial laminar flow of a non-Newtonian fluid in an annulus, *AIChE J.* 12 (1966) 328–332.
- [102] M. Escudier, P.J. Oliveira, F. Pinho, S. Smith, Fully developed laminar flow of non-Newtonian liquids through annuli: comparison of numerical calculations with experiments, *Exp. Fluids.* 33 (2002) 101–111.
- [103] M.P. Volarovich, A.M. Gutkin, Flow of plastic-viscoplastic material between two parallel flat-walls and in annular space between two coaxial tubes, *J Tech Phys.* 16 (1946) 321–328.
- [104] W.M. Laird, Slurry and suspension transport—basic flow studies on bingham plastic fluids, *Ind. Eng. Chem.* 49 (1957) 138–141.
- [105] A. Fredrickson, R.B. Bird, Non-Newtonian flow in annuli, *Ind. Eng. Chem.* 50 (1958) 347–352.
- [106] C. Tiu, S. Bhattacharyya, Flow behavior of power-law fluids in the entrance region of annuli, *Can. J. Chem. Eng.* 51 (1973) 47–54.
- [107] J.G. Savins, Generalized Newtonian (pseudoplastic) flow in stationary pipes and annuli, *Trans. AIME.* 213 (1958) 325–332.
- [108] R.D. Vaughn, P.D. Bergman, Laminar flow of non-Newtonian fluids in concentric annuli, *Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev.* 5 (1966) 44–47.
- [109] R.A. Worth, Accuracy of the parallel-plate analogy for representation of viscous flow between coaxial cylinders, *J. Appl. Polym. Sci.* 24 (1979) 319–328. <https://doi.org/10.1002/app.1979.070240201>.
- [110] R.W. Hanks, K.M. Larsen, The flow of power-law non-Newtonian fluids in concentric annuli, *Ind. Eng. Chem. Fundam.* 18 (1979) 33–35.
- [111] S. Arrhenius, Über die Dissociationswärme und den Einfluss der Temperatur auf den Dissociationsgrad der Elektrolyte, *Z. Für Phys. Chem.* 4 (1889) 96–116.
- [112] M.M. Cross, Rheology of non-Newtonian fluids: a new flow equation for pseudoplastic systems, *J. Colloid Sci.* 20 (1965) 417–437.
- [113] H.A. Castillo Sánchez, M.R. Jovanović, S. Kumar, A. Morozov, V. Shankar, G. Subramanian, H.J. Wilson, Understanding viscoelastic flow instabilities: Oldroyd-B and beyond, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 302 (2022) 104742. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2022.104742>.
- [114] F.T. Pinho, P.J. Oliveira, Axial annular flow of a nonlinear viscoelastic fluid — an analytical solution, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 93 (2000) 325–337. [https://doi.org/10.1016/S0377-0257\(00\)00113-0](https://doi.org/10.1016/S0377-0257(00)00113-0).

- [115] C. Liu, J. Wang, J. He, Rheological and thermal properties of m-LLDPE blends with m-HDPE and LDPE, *Polymer*. 43 (2002) 3811–3818. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(02\)00201-X](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00201-X).
- [116] N.P. Thien, R.I. Tanner, A new constitutive equation derived from network theory, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 2 (1977) 353–365. [https://doi.org/10.1016/0377-0257\(77\)80021-9](https://doi.org/10.1016/0377-0257(77)80021-9).
- [117] I. Daprà, G. Scarpi, Analytical solution for axial flow of a Giesekus fluid in concentric annuli, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 251 (2018) 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2017.11.003>.
- [118] O. Wein, J. Nebřenský, K. Wichterle, Non-Newtonian flow in annuli, *Rheol. Acta*. 9 (1970) 278–282. <https://doi.org/10.1007/BF01973488>.
- [119] J. David, Z. Beran, P. Filip, Explicit solution of laminar axial flow of power-law fluids in concentric annuli, *Acta Tech. CSAV*. 37 (1993) 725–725.
- [120] J. David, P. Filip, Explicit pressure drop-flow rate relation for laminar axial flow of power-law fluids in concentric annuli, *J. Pet. Sci. Eng.* 16 (1996) 203–208. [https://doi.org/10.1016/S0920-4105\(96\)00039-3](https://doi.org/10.1016/S0920-4105(96)00039-3).
- [121] P. Filip, J. David, Applicability of the Limiting Cases for Axial Annular Flow of Power-Law Fluids, *Recent Adv. Electr. Eng. Ser.* 12 (2013) 45–48.
- [122] K. Kanaka Raju, R. Devanathan, Heat transfer to non-Newtonian fluids in laminar flow through concentric annuli with or without suction, *Rheol. Acta*. 10 (1971) 484–492. <https://doi.org/10.1007/BF03396398>.
- [123] O. Jambal, T. Shigechi, G. Davaa, S. Momoki, Effects of viscous dissipation and fluid axial heat conduction on heat transfer for non-Newtonian fluids in ducts with uniform wall temperature: Part II. Annular ducts, *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 32 (2005) 1174–1183. <https://doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2005.07.003>.
- [124] P.M. Coelho, F.T. Pinho, Fully-developed heat transfer in annuli with viscous dissipation, *Int. J. Heat Mass Transf.* 49 (2006) 3349–3359. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2006.03.017>.
- [125] P. Le Bot, Comportement thermique des semi-cristallins injectés. Application à la prédiction des retraits, PhD Thesis, Nantes, 1998.
- [126] H.L. Toor, The Energy Equation for Viscous Flow-Effect of Expansion on Temperature Profiles, *Ind. Eng. Chem.* 48 (1956) 922–926.
- [127] H.L. Toor, Heat generation and conduction in the flow of a viscous compressible liquid, *Trans. Soc. Rheol.* 1 (1957) 177–190.

- [128] H.L. Toor, Heat transfer in forced convection with internal heat generation, *AICHE J.* 4 (1958) 319–323.
- [129] P.G. Tait, *Physics and Chemistry of the Voyage of HMS Challenger, Vol II Part IV SP LXI.* (1888).
- [130] E. Ruffio, D. Saury, D. Petit, M. Girault, Tutorial 2: Zero-Order optimization algorithms, (n.d.) 25.
- [131] J.R. Shewchuk, An introduction to the conjugate gradient method without the agonizing pain, Carnegie-Mellon University. Department of Computer Science, 1994.
- [132] W.W. Hager, H. Zhang, A survey of nonlinear conjugate gradient methods, *Pac. J. Optim.* 2 (2006) 35–58.
- [133] E. Polak, G. Ribiere, Note sur la convergence de méthodes de directions conjuguées, *Rev. Fr. Inform. Rech. Opérationnelle Sér. Rouge.* 3 (1969) 35–43. <https://doi.org/10.1051/m2an/196903R100351>.
- [134] P. Wolfe, Convergence conditions for ascent methods, *SIAM Rev.* 11 (1969) 226–235.
- [135] P. Wolfe, Convergence conditions for ascent methods. II: Some corrections, *SIAM Rev.* 13 (1971) 185–188.
- [136] Q. Lin, N. Allanic, R. Deterre, P. Mousseau, Y. Béreaux, M. Girault, Interest of an Annular Geometry Compared to Cylindrical One in the Thermo-Rheological Analysis of a Polymer Flow, in: 36th Int. Conf. Polym. Process. Soc., 2021.
- [137] T.A. Osswald, E. Baur, E. Schmachtenberg, K. Oberbach, S. Brinkmann, *International Plastics Handbook: The resource for plastics engineers.* 2006, Munich: Hanser, n.d.
- [138] N. Allanic, R. Deterre, P. Mousseau, D. Couedel, Thermal behavior of a concentric annular polymer flow, *AIP Conf. Proc.* 2113 (2019) 130004. <https://doi.org/10.1063/1.5112664>.
- [139] D.K. Gartling, E.B. Becker, Finite element analysis of viscous, incompressible fluid flow: Part 1 : Basic methodology, *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 8 (1976) 51–60. [https://doi.org/10.1016/0045-7825\(76\)90052-9](https://doi.org/10.1016/0045-7825(76)90052-9).
- [140] J. Crank, P. Nicolson, A practical method for numerical evaluation of solutions of partial differential equations of the heat-conduction type, *Math. Proc. Camb. Philos. Soc.* 43 (1947) 50–67. <https://doi.org/10.1017/S0305004100023197>.
- [141] K. Noguchi, M. Fujita, T. Masaki, M. Mizushina, Tensile Strength of Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals, *J. Am. Ceram. Soc.* 72 (1989) 1305–1307. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb09736.x>.

- [142] Stainless steel: tables of technical properties, Second Edition, Euro Inox, Luxembourg, 2007.
- [143] G.P. Sendeckyj, Constant life diagrams—a historical review, *Int. J. Fatigue*. 23 (2001) 347–353.
- [144] J.-Y. Huang, J.-J. Yeh, S.-L. Jeng, C.-Y. Chen, R.-C. Kuo, High-Cycle Fatigue Behavior of Type 316L Stainless Steel, *Mater. Trans.* 47 (2006) 409–417. <https://doi.org/10.2320/matertrans.47.409>.
- [145] X.-L. Yan, X.-C. Zhang, S.-T. Tu, S.-L. Mannan, F.-Z. Xuan, Y.-C. Lin, Review of creep–fatigue endurance and life prediction of 316 stainless steels, *Int. J. Press. Vessels Pip.* 126–127 (2015) 17–28. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2014.12.002>.
- [146] M.S. Pham, S.R. Holdsworth, Role of microstructural condition on fatigue damage development of AISI 316L at 20 and 300°C, *Int. J. Fatigue*. 51 (2013) 36–48. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2013.02.005>.
- [147] D.S. Wood, J. Wynn, A.B. Baldwin, P. O’riordan, Some Creep/Fatigue Properties of Type 316 Steel at 625°C, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 3 (1980) 39–57. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.1980.tb01103.x>.
- [148] Q. Lin, N. Allanic, R. Deterre, P. Mousseau, M. Girault, In-line viscosity identification via thermal-rheological measurements in an annular duct for polymer processing, *Int. J. Heat Mass Transf.* 182 (2022) 121988. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2021.121988>.
- [149] Q. Lin, N. Allanic, M. Girault, R. Deterre, P. Mousseau, A New Solution for Viscosity Identification in a Polymer Production Line via Convection Analysis, *Key Eng. Mater.* 926 (2022) 1914–1920. <https://doi.org/10.4028/p-05ji5t>.
- [150] K. Pearson, F. Galton, VII. Note on regression and inheritance in the case of two parents, *Proc. R. Soc. Lond.* 58 (1895) 240–242. <https://doi.org/10.1098/rspl.1895.0041>.
- [151] X. Hernot, C. Moussa, O. Bartier, Study of the concept of representative strain and constraint factor introduced by Vickers indentation, *Mech. Mater.* 68 (2014) 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2013.07.004>.
- [152] V. Hristov, E. Takacs, J. Vlachopoulos, Surface tearing and wall slip phenomena in extrusion of highly filled HDPE/wood flour composites, *Polym. Eng. Sci.* 46 (2006) 1204–1214.
- [153] C. Moussa, X. Hernot, O. Bartier, G. Delattre, G. Mauvoisin, Evaluation of the tensile properties of a material through spherical indentation: definition of an average representative strain and a confidence domain, *J. Mater. Sci.* 49 (2014) 592–603. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7739-1>.

- [154] Y. Farouq, Analyse du comportement thermique et dimensionnel des pièces moulées par injection, PhD Thesis, Nantes, 2006.
- [155] B. Rabinowitsch, Über die viskosität und elastizität von solen, *Z. Für Phys. Chem.* 145 (1929) 1–26.
- [156] M. Girault, J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Deterre, Development of a thermal Reduced Order Model with explicit dependence on viscosity for a generalized Newtonian fluid, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 260 (2018) 26–39.
- [157] M. Girault, D. Petit, Identification methods in nonlinear heat conduction. Part I: Model reduction, *Int. J. Heat Mass Transf.* 48 (2005) 105–118. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2004.06.032>.
- [158] M. Girault, D. Petit, Identification methods in nonlinear heat conduction. Part II: inverse problem using a reduced model, *Int. J. Heat Mass Transf.* 48 (2005) 119–133. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2004.06.033>.
- [159] Q. Lin, N. Allanic, P. Mousseau, Y. Madec, G. Beau, R. Deterre, On-line melt temperature measurements for polymer injection molding through an instrumented annular duct, *Polym. Eng. Sci.* 62 (2022) 3994–4004. <https://doi.org/10.1002/pen.26161>.
- [160] R. Deterre, P. Mousseau, A. Sarda, Injection des polymères: simulation, optimisation et conception, Tec & Doc Lavoisier, France, 2003.
- [161] M.L. Williams, R.F. Landel, J.D. Ferry, The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids, *J. Am. Chem. Soc.* 77 (1955) 3701–3707.
- [162] G.E.H. Sleiman, I. Petit, N. Allanic, S. Belhabib, Y. Madec, J. Launay, R. Deterre, Study of the rheological behavior of polypropylene/polyethylene extruded mixture using an instrumented die, *AIP Conf. Proc.* 1914 (2017) 040005. <https://doi.org/10.1063/1.5016715>.
- [163] W.P. Cox, E.H. Merz, Correlation of dynamic and steady flow viscosities, *J. Polym. Sci.* 28 (1958) 619–622.
- [164] S.J. Leon, Å. Björck, W. Gander, Gram-Schmidt orthogonalization: 100 years and more, *Numer. Linear Algebra Appl.* 20 (2013) 492–532. <https://doi.org/10.1002/nla.1839>.
- [165] R. Fletcher, C.M. Reeves, Function minimization by conjugate gradients, *Comput. J.* 7 (1964) 149–154. <https://doi.org/10.1093/comjnl/7.2.149>.
- [166] M.R. Hestenes, E. Stiefel, Methods of conjugate gradients for solving linear systems, *J Res. Nat Bur Stand.* 49 (1952) 409–436.

- [167] Y.H. Dai, Y. Yuan, A Nonlinear Conjugate Gradient Method with a Strong Global Convergence Property, *SIAM J. Optim.* 10 (1999) 177–182. <https://doi.org/10.1137/S1052623497318992>.
- [168] Y.H. Dai, Y. Yuan, An Efficient Hybrid Conjugate Gradient Method for Unconstrained Optimization, *Ann. Oper. Res.* 103 (2001) 33–47. <https://doi.org/10.1023/A:1012930416777>.

Titre : Conception d'un nouvel outil de caractérisation thermorhéologique des polymères

Mots clés : Thermorhéologie, Plasturgie, Mesure en-ligne/sur-ligne, Méthode inverse

Résumé : Dans le domaine de la plasturgie face à l'augmentation des matériaux recyclés et biosourcés aux caractéristiques fluctuantes et mal connues, la surveillance des grandeurs physiques sur une ligne de production est nécessaire. L'objectif de cette thèse consiste à concevoir un nouvel outil d'aide à l'identification de la viscosité sur une ligne de production de polymère. La conception de l'outil inclue le développement du dispositif de mesure et le développement des méthodologies associées. L'aspect novateur réside dans l'utilisation des mesures de températures tandis que les mesures de pressions sont déjà couramment utilisées dans les démarches classiques de mesure de viscosité. La base scientifique de l'utilisation des mesures de températures pour l'identification de la viscosité est la corrélation entre la dissipation visqueuse et la viscosité.

Afin de réaliser des mesures de températures robustes et sensibles au sein d'un écoulement de polymère, une géométrie annulaire, dont l'axe central peut être instrumenté, est proposée pour le dispositif de mesure.

Ensuite, nous avons mené des études numériques pour analyser les phénomènes de dissipation visqueuse et de convection afin de trouver des stratégies d'identification de la viscosité à partir des mesures de températures. Enfin, des expérimentations sont réalisées et montrent que le dispositif est capable de détecter de faibles variations de températures liées au changement de paramètres de production ou de l'état de matière. Grâce aux méthodes de caractérisation proposées dans la thèse, la viscosité peut être identifiée sur une ligne de production, sans utiliser aucune mesure de pression.

Title : Design of a new tool for the thermorheological characterization of polymers

Keywords : Thermorheology, Plastics processing, In-line/on-line measurement, Inverse method

Abstract: In the field of plastics processing, faced with the increase of recycled and biosourced materials with fluctuating and poorly known characteristics, the monitoring of physical quantities on a production line is necessary. The objective of this thesis is to design a new tool to help identify the viscosity on a polymer production line. The design of the tool includes the development of the measuring device and the development of the associated methodologies. The innovative aspect lies in the use of temperature measurements while pressure measurements are already commonly used in classical viscosity measurement approaches. The scientific basis of the use of temperature measurements for viscosity identification is the correlation between viscous dissipation and viscosity.

In order to perform robust and sensitive temperature measurements within a polymer flow, an annular geometry, whose central axis can be instrumented, is proposed for the measuring device.

Then, we conducted numerical studies to analyze the phenomena of viscous dissipation and convection in order to find strategies to identify the viscosity via the temperature measurements.

Finally, experiments are carried out and show that the device is capable of detecting small variations in temperature related to changes in production parameters or the state of the material. Thanks to the characterization methods proposed in the thesis, the viscosity can be identified on a production line, without using any pressure measurement.