

# Modélisation du comportement thermo-hydrigue d'un vernis appliqué sur un élastomère et soumis à un rayonnement infrarouge.

Pascal LE BIDEAU<sup>1</sup>, Nadine ALLANIC<sup>2</sup>, Patrick GLOUANNEC<sup>1\*</sup>, Jean-Pierre PLOTEAU<sup>1</sup>

<sup>1</sup> LIMATB, Equipe Thermique Et Energétique, Université de Bretagne Sud, BP 92116, 56321 Lorient Cedex, France.

<sup>2</sup> OPERP ERT 1086 GEPEA, Université de Nantes - IUT de Nantes, BP 539, 44475 Carquefou Cedex.

\* (auteur correspondant : [patrick.glouannec@univ-ubs.fr](mailto:patrick.glouannec@univ-ubs.fr))

**Résumé** - Cette étude concerne le séchage et la réticulation d'un vernis mono composant en base aqueuse (dispersion de polymères polyuréthane) appliqué en couche mince sur un substrat en élastomère. Le procédé de chauffage est du rayonnement thermique dans l'infrarouge court. L'état de réticulation du vernis pouvant être relié à l'évolution en température du vernis, l'objectif est de bien quantifier l'impact du rayonnement infrarouge sur le comportement thermique et hydrigue du matériau en vue de l'optimisation du procédé. Des essais réalisés sur un pilote du laboratoire avec des éclaircissements incidents inférieurs à 20 kW.m<sup>-2</sup> valide le modèle développé.

## Nomenclature

$a_w$	activité du produit	$\phi$	densité de flux, W.m <sup>-2</sup>
$C_p$	chaleur spécifique, J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	$\xi$	coordonnée lagrangienne, m
$D$	coefficient de diffusion, m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup>	$\sigma$	constante de Stephan-Boltzmann
$e$	épaisseur, m	$\rho$	masse volumique, kg.m <sup>-3</sup>
$F_m$	flux masse évaporé, kg.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup>	<i>Indices et exposants</i>	
$h_c$	coefficient de convection, W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup>	$c$	critique
$L_v$	chaleur latente de vaporisation, J.kg <sup>-1</sup>	$enc$	enceinte
$R$	constante des gaz parfait, J.mol <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	$IR$	infrarouge
$t$	temps, s	max	maximum
$X$	teneur en eau en base sèche, kg.kg <sup>-1</sup>	s	substrat
$T$	température, °C	0	initial
<i>Symboles grecs</i>		*	adimensionné
$\alpha$	absorptivité		
$\varepsilon$	émissivité		

## 1. Introduction

Industriellement, les profilés d'étanchéité destinés au secteur automobile sont produits en continu sur des lignes d'extrusion. Lors de sa fabrication, le produit extrudé subit successivement différentes opérations énergétivores allant de la vulcanisation jusqu'à la découpe du profilé fini. Parmi ces diverses opérations, l'une d'entre elles consiste à sécher et réticuler une fine couche de vernis déposée à la surface du profilé tout juste vulcanisé. Une fois réticulé grâce à un apport d'énergie appliqué superficiellement, ce vernis a pour principales fonctions de protéger le profilé vis-à-vis de son environnement, de favoriser la tenue à l'abrasion, la glissance et d'améliorer l'aspect visuel du produit.

Les enjeux environnementaux actuels incitent les industriels à favoriser l'emploi de vernis à base aqueuse au dépend des vernis à base organique. L'étape de séchage préliminaire à la réticulation du vernis implique dès lors une quantité d'énergie mise en jeu plus conséquente.

Des études préalables [1, 2] menées sur le séchage de produits aqueux de faibles épaisseurs ont montré l'intérêt des technologies rayonnantes de type infrarouge court. Ce mode de chauffage, rapide et sélectif nécessite toutefois de bien maîtriser les niveaux de flux rayonnés afin de garantir la qualité du produit fini. Cette volonté de contrôler le moyen technologique réclame à son tour un besoin accru de connaissance sur la réponse thermo-hydrigue du vernis.

Dans ce contexte, cette communication propose, à travers des approches expérimentales et numériques, d'étudier et de modéliser le comportement thermo-hydrigue d'un vernis à base aqueuse de faible épaisseur (100  $\mu\text{m}$ ) déposé sur des plaques planes d'élastomères (EPDM).

Dans un premier temps, des essais de séchage - réticulation ont été menés sur un pilote expérimental en infrarouge court. Les propriétés thermophysiques et radiatives du vernis et du substrat ont été évaluées. Une attention particulière a été apportée à l'estimation du coefficient de diffusion massique du vernis. Parallèlement, un modèle de connaissance représentatif des phénomènes mis en jeu a été élaboré. La confrontation des résultats simulés avec les mesures a permis de valider le modèle pour de faibles éclaircissements en convection naturelle.

## **2. Expérimentation**

Après avoir décrit le protocole expérimental, les principales propriétés du vernis et de l'élastomère introduites dans le modèle sont présentées. Une analyse calorimétrique du vernis est menée afin de relier l'état de réticulation à son évolution de température.

### **2.1. Dispositif expérimental**

L'enceinte d'essai, développé au laboratoire et schématisé sur la figure 1, permet de mener des essais en infrarouge et convection naturelle. Les parois sont refroidies en continu par une circulation d'eau [3]. Les essais présentés sont réalisés avec une cassette équipée d'une lampe infrarouge court, d'une puissance de 2 kW. L'éclaircissement émis est modulé par le biais d'un bloc thyristor. Le vernis est appliqué à l'aide d'un pistolet sur un substrat en élastomère de 100 x 50 x 4 mm.

Le substrat est placé dans un support isolant et repose sur un système de pesée disposé sous l'enceinte. Pour appréhender sa réponse en température, trois thermocouples sont implantés : en surface ( $T_1$ ), et respectivement à 2 mm ( $T_2$ ) et 4 mm ( $T_3$ ) de profondeur (figure 1). Un pyromètre mesure la température en surface du produit. L'ensemble des mesures est enregistré via un module d'acquisition de données à une fréquence de 1 Hz. Les densités de flux reçues par le produit ont été mesurées par un fluxmètre développé au laboratoire [3]. Des essais ont été menés à des niveaux éclaircissements compris entre 3 et 20  $\text{kW.m}^{-2}$ .

### **2.2. Caractérisation du vernis et de l'élastomère**

#### **2.2.1. Réaction de réticulation**

Des analyses calorimétriques ont été menées pour caractériser la cinétique de réticulation du vernis. Le vernis placé dans une capsule hermétique est chauffé de l'ambiance à 180°C suivant une rampe en température imposée à 10°C.min<sup>-1</sup>, Cette température est ensuite maintenue pendant 10 min. Deux passages sont effectués. Le premier passage a pour fonction de sécher et de réticuler le vernis. La figure 2 présente un zoom de cette analyse après la phase d'évaporation de l'eau et des co-solvants. Les différences de niveaux de flux visibles entre le 1<sup>er</sup> et 2<sup>ème</sup> passage sont essentiellement dues à la réaction de réticulation. Après 10 minutes de maintien en température à 180°C, les niveaux de flux deviennent équivalents ; le vernis est alors entièrement réticulé.

Au vu de ces résultats, le protocole expérimental retenu lors des essais sur pilote consiste à appliquer un éclairage constant jusqu'à ce que le vernis atteigne une température de 180°C. La phase de maintien à cette température permettant d'assurer une réticulation complète du vernis n'est pas abordée dans le cadre de cette première approche.

### 2.2.2. Propriétés thermophysiques du vernis

De couleur noire, le vernis contient 65,8% en masse de liquide soit une teneur en liquide initiale  $X = 1,92 \text{ kg.kg}^{-1}$ . Une analyse thermogravimétrique a montré que l'eau n'est pas le seul composé volatil, des co-solvants sont évaporés avant 100°C [3]. La masse volumique de l'extrait sec et réticulé ont été mesurées à température ambiante ( $\rho_v = 1140 \text{ kg.m}^{-3}$ ) et la capacité thermique a été mesurée par une analyse calorimétrique différentielle du vernis sec (étuvé 3h sous vide à 60°C) et non réticulé a été menée entre 20°C et 200°C. Les résultats ont montrés la présence d'un pic de cristallisation entre 80°C et 130°C. Afin de prendre en compte ce phénomène, on considère un  $C_p$  équivalent représenté sur la figure 3.

L'activité du vernis, mesurée expérimentalement pour une température de 60°C est représentée par le modèle de GAB (figure 4). Contrairement à d'autres polymères en solution aqueuse [1], l'activité du vernis chute pour de très faibles teneurs en eau ( $X_c = 0,15 \text{ kg.kg}^{-1}$ ).

### 2.2.3. Propriétés thermophysiques de l'élastomère

Les propriétés du substrat en EPDM vulcanisé sont données dans le Tableau 1. La densité a été mesurée à température ambiante par pycnomètre et son évolution avec la température a été estimée à partir de la mesure du coefficient de dilatation thermique obtenue par le biais d'une analyse mécanique dynamique. La capacité thermique a été mesurée par analyse calorimétrique différentielle en mode anisotherme dans une gamme de température comprise entre 20°C et 200°C. La conductivité thermique a été évaluée par la méthode de la plaque chaude gardée et par une méthode du plan chaud.

	$\lambda \text{ (W.m}^{-1}.\text{K}^{-1})$	$\rho \text{ ( kg.m}^{-3})$	$c_p \text{ (J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1})$
Substrat	0,32	- 0,73 T+ 1215	2.73 T+1420

Tableau 1 : Propriétés thermiques du substrat

## 3. Modélisation

Le modèle utilisé a été développé lors de travaux antérieurs [1] et est donc succinctement présenté. Les transferts de masse sont supposés unidimensionnels et la température du vernis homogène. L'épaisseur du produit étant très faible, on considère que l'évaporation ( $F_m$ ), reliée à l'activité du vernis par la théorie du film [4], n'a lieu qu'en surface, ce qui induit un retrait linéaire ( $\psi$ ) du produit. Dans le modèle, l'ensemble des produits volatils ont été assimilés à de l'eau et les équations ont été adimensionnées afin de faciliter la résolution numérique. L'équation de diffusion de l'eau, exprimée dans un repère fixe lié au produit sec (coordonnée Lagrangienne,  $0 < \xi < e_{sec}$ ) est donnée par :

$$\frac{\partial X^*}{\partial t^*} = \frac{\partial}{\partial \xi^*} \left( \frac{D^*(X, T)}{(1 + \psi X_0 X^*)^2} \frac{\partial X^*}{\partial \xi^*} \right) \quad (1)$$

avec  $D^* = D / D_0$ ,  $X^* = X / X_0$ ,  $t^* = t D_0 / e_{sec}^2$  et  $\xi^* = \xi / e_{sec}$ .

En notant  $\phi_s$  le flux conductif de l'élastomère et  $\phi_{IR}$  les apports infrarouges, le bilan énergétique appliqué au vernis s'écrit :

$$(\rho C_p e) \frac{D_0}{e_{sec}^2} \frac{\partial T^*}{\partial t} = h_c (T_{air}^* - T^*) + \varepsilon \sigma (T_{enc}^{*4} - T^{*4}) + \frac{1}{T_{max} - T_0} (\phi_s + \phi_{IR} - F_m L_v) \quad (2)$$

avec  $T^* = \frac{T - T_0}{T_{max} - T_0}$ ,  $T_{air}^* = \frac{T_{air} - T_0}{T_{max} - T_0}$  et  $T_{enc}^* = \frac{T_{enc} - T_0}{T_{max} - T_0}$ .

Au sein du substrat en élastomère, seuls les transferts de chaleur par conduction sont pris en compte. La température ( $T_3$ ) est introduite comme condition aux limites dans le modèle. Des travaux parallèles à cette étude [5, 6] ont montré que cette température limite peut être obtenue numériquement en considérant que le substrat sur son support isolant se comporte comme un milieu semi-infini.

## 4. Résultats et discussion

### 4.1. Absorptivité globale du vernis

Afin d'estimer l'absorptivité globale du vernis vis-à-vis du rayonnement issu de l'émetteur infrarouge, des expérimentations ont été menées sur le substrat seul ou recouvert d'une fine couche de vernis à un même niveau d'éclairement. Aux premiers instants de la sollicitation thermique, le substrat peut être assimilé à un milieu semi-infini aux propriétés thermophysiques constantes. Les pertes radiatives et convectives étant supposées négligeables devant l'éclairement infrarouge incident. Connaissant l'absorptivité du substrat ( $\alpha_s = 0,57$ ) [5, 6], l'absorptivité du vernis peut être estimée à partir du rapport des pentes des vitesses de montée en température enregistrées sur le substrat seul et verni selon la relation suivante [7]:

$$\alpha = \alpha_s \frac{dT/dt}{dT_s/dt} \quad (1)$$

La figure 5 présente les réponses en température obtenues pour un test mené sous un éclairage de  $10,2 \text{ kW.m}^{-2}$ . L'analyse de ces tracés indique que la montée en température pour l'élastomère recouvert du vernis est plus importante que celle enregistrée pour le substrat seul. L'absorptivité moyenne calculée pour la période comprise entre  $t = 5 \text{ s}$  et  $t = 20 \text{ s}$  conduit à une valeur moyenne de 0,64. Une analyse similaire effectuée sur le vernis sec conduit à une valeur d'absorptivité identique.

### 4.2. Estimation du coefficient de diffusion

L'expression retenue pour le coefficient de diffusion massique est la suivante :

$$D(X, T) = D_1 + D_2 e^{-\frac{E_a}{RT}} e^{-\frac{a}{X}} \quad (6)$$

avec  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $E_a$  et  $a$  des constantes..

Dans cette étude, les valeurs de  $D_1$  et  $D_2$  sont fixés et les paramètres  $E_a$  et  $a$  identifiés par méthode inverse. Pour cela, la méthodologie retenue a consisté à minimiser une fonctionnelle prenant en compte l'évolution de la masse et de la température de surface obtenue pour de faibles sollicitations thermiques [1]. Plusieurs essais d'estimation ont été réalisés avec différentes valeurs de  $D_1$  et  $D_2$ . Le jeu de paramètres retenu est donné dans le tableau ci-dessous, ainsi que les bornes imposées sur chaque paramètre.

$D_1 (m^2.s^{-1})$	$D_2 (m^2.s^{-1})$	$E_a (kJ.mol^{-1})$	$a$
$10^{-17} - 10^{-13}$	$5 \cdot 10^{-7} - 5 \cdot 10^{-5}$	20 - 40	0,05 - 6
$10^{-14}$	$10^{-5}$	25,065	4,65

Tableau 2 : Résultats de l'estimation des paramètres du coefficient de diffusion massique.

Les résultats de l'estimation sont présentés sur la figure 5. Un bon accord est observé à la fois sur l'évolution temporelle de la masse et de la température de surface. La température ( $T_2$ ) mesuré au cœur du substrat est aussi correctement représentée.

### 4.3. Simulation des cinétiques

Les figures 7 et 8 présentent la confrontation des résultats simulés et expérimentaux respectivement à  $15,4 \text{ kW.m}^{-2}$  et  $20,3 \text{ kW.m}^{-2}$ . Les évolutions de température et de masse sont globalement bien représentées pour les différents niveaux d'éclairement. Ces résultats confortent l'hypothèse qui a été faite de négliger dans la modélisation l'énergie de réticulation. Les écarts observés notamment au niveau de la représentation de la phase isenthalpe et de la teneur en eau finale du matériau laisse penser qu'une amélioration du modèle devra passer par une mesure plus fine de l'activité tenant compte de la présence de co-solvants.

## 5. Conclusion

Un modèle permettant une représentation satisfaisante du comportement massique et thermique d'un vernis aqueux soumis à un éclairage infrarouge a été développé et validé expérimentalement. Les essais ont aussi permis de déterminer diverses propriétés du vernis comme son absorptivité et son coefficient de diffusion massique.

### Références

- [1] N. Allanic, Optimisation sous contraintes d'une opération de séchage combinant la convection et les technologies rayonnantes infrarouges - Application à un polymère en solution aqueuse, Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, Lorient (2006).
- [2] P. Dufour, Control engineering in drying technology: Review and trends, *Drying Technology*, 24 (2006), 889-904.
- [3] N. Allanic, P. Salagnac, P. Glouannec, J.P. Ploteau, Etude du séchage et de la réticulation de vernis en base aqueuse sous rayonnement infrarouge. Société Française de Thermique, Toulouse, 3 juin – 6 juin 2008, 1, 303-308.
- [4] J.F. Sacadura, Initiation aux transferts thermiques, Technique et Documents, Lavoisier, (1993).
- [5] P. Le Bideau, J.P. Ploteau, P. Dutournie, P. Glouannec., Experimental and modelling study of superficial elastomer vulcanization by short wave infrared radiation, *International Journal of Thermal Science*, (2009),48, 573–582.
- [6] P. Le Bideau, Contribution à l'étude et à l'optimisation d'un procédé de vulcanisation superficielle d'élastomères par rayonnement infrarouge court, Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, Lorient (2008).
- [7] V. Lamaison, Y. Scudeller, J.P. Bardon, F. Danes, S.W. Peng, J.P. Dory, Etude expérimentale des phénomènes de transferts lors du séchage et de la cuisson de films de peinture sous rayonnement infrarouge, *International Journal of Thermal Science*, (2001), 40, 181-194.

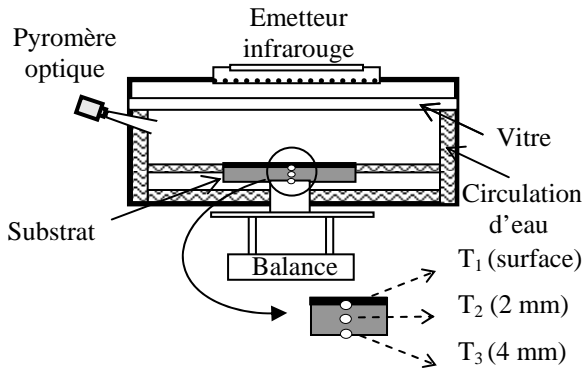


Figure 1 : Pilote expérimental

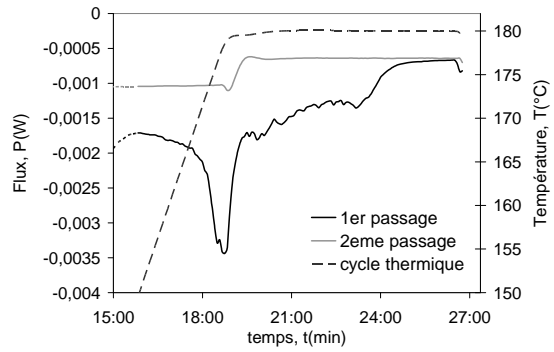


Figure 2 : Analyse calorimétrique de la réticulation du vernis

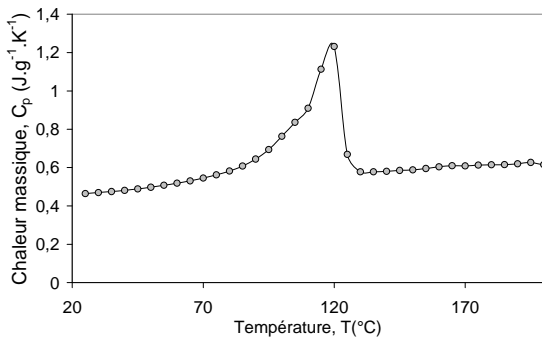


Figure 3 : Chaleur massique du vernis réticulé

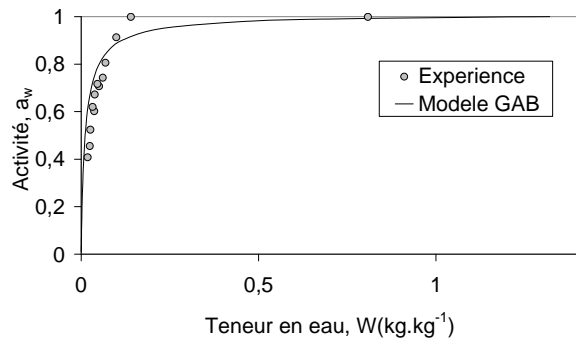


Figure 4 : Courbe d'activité du vernis à 60°C

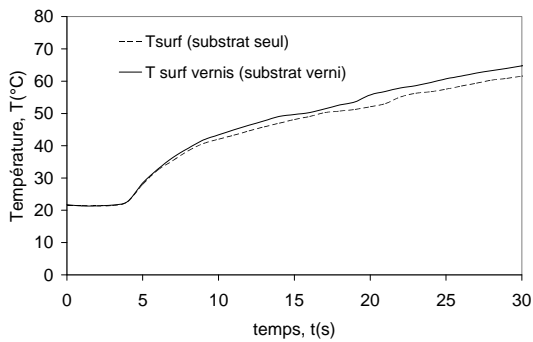


Figure 5 : Evolution thermique du substrat seul et vernis avec un éclairciment de  $10,2 \text{ kW.m}^{-2}$

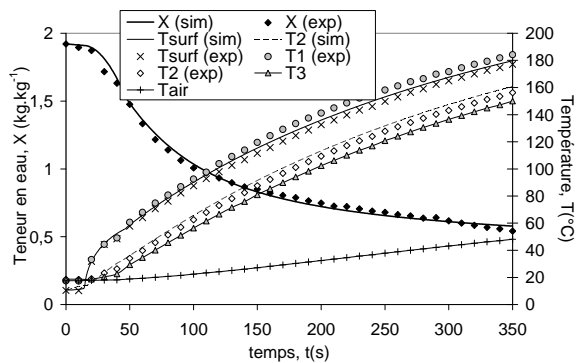


Figure 6 : Cinétiques obtenues avec un éclairciment de  $10,2 \text{ kW.m}^{-2}$

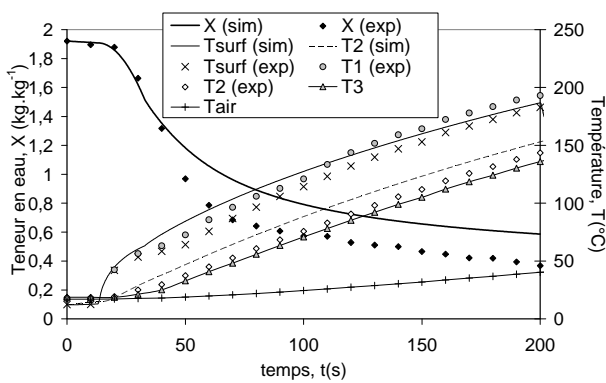


Figure 7 : Cinétiques obtenues avec un éclairciment de  $15,4 \text{ kW.m}^{-2}$

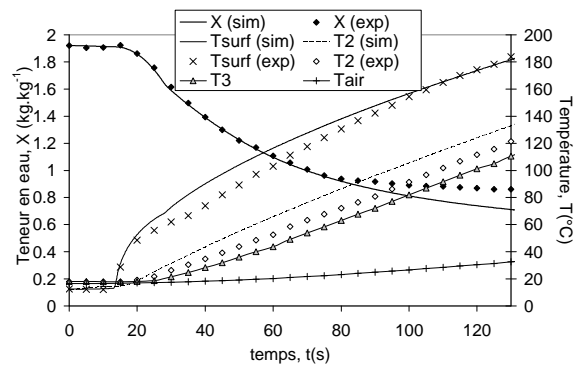


Figure 8 : Evolutions temporelles obtenues avec un éclairciment de  $20,3 \text{ kW.m}^{-2}$