

Influence de l'hypothèse d'isothermie sur la mesure rhéométrique

Cyril PUJOS¹, Nicolas REGNIER¹, Pierre MOUSSEAU², Guy DEFAYE¹, Yvon JARNY³

¹ Laboratoire TREFLE – Bordeaux I – UMR 8508, site ENSCPB, 16 av Pey Berland, 33 607 Pessac Cedex

² Laboratoire GEPEA, IUT, Université de Nantes 2

³ Laboratoire de Thermocinétique, Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes
(auteur correspondant : pujos@enscpb.fr)

Résumé - Lorsqu'on effectue des mesures rhéométriques, on suppose que la température du fluide est homogène. Le phénomène de dissipation visqueuse génère toutefois des hétérogénéités dans le champ thermique. Nous comptons au cours de cette étude quantifier l'influence de cette hypothèse d'isothermie sur la mesure de la rhéologie d'un polymère et démontrer ainsi l'intérêt de l'utilisation d'une technique inverse couplant mesures et simulation numérique.

Nomenclature

Cp	Capacité Thermique massique, $J.K^{-1}.kg^{-1}$	W	Largeur du canal de la filière, m
g	Accélération de la gravité, $m.s^{-2}$	<i>Symboles grecs</i>	
h	Hauteur du canal de la filière, m	Γ	Conditions limites
L	Longueur de la filière, m	$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement, s^{-1}
m	Indice de pseudo-plasticité	η	Viscosité, $Pa.s$
p	Pression, Pa	λ	Conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$
Q	Débit, $m^3.s^{-1}$	ρ	Masse volumique, $kg.m^{-3}$
T	Température, K	τ	Contrainte de cisaillement, Pa
V	Vitesse, $m.s^{-1}$	Φ	Dissipation visqueuse, $W.m^{-3}$

1. Introduction

Les polymères jouent un rôle de plus en plus important dans notre vie de tous les jours. Leurs propriétés physico-chimiques permettent diverses applications allant des textiles synthétiques aux adhésifs en passant par des emballages plastiques. La mise en forme de ces matériaux polymères est donc un enjeu économique d'importance, qui se traduit notamment par un développement des méthodes numériques permettant de simuler ces procédés. Néanmoins la qualité de la simulation est fortement dépendante de la connaissance des paramètres du modèle. Le comportement visqueux non newtonien des polymères joue un rôle de premier plan dans la simulation de leur écoulement. La rhéologie des polymères est estimée à l'aide de rhéomètres, moyennant un certain nombre d'approximations, dont l'hypothèse d'isothermie. Cette hypothèse d'isothermie peut se trouver en défaut de façon non négligeable lorsque les taux de cisaillements atteignent des valeurs importantes en raison du phénomène de dissipation visqueuse (avec un rhéomètre capillaire, fréquemment utilisé dans l'industrie). Au cours de cette étude, nous allons étudier numériquement l'impact de cette hypothèse d'isothermie en simulant l'écoulement dans une filière plate.

En premier lieu, nous ferons un rappel sur la mesure de viscosité avec une filière plate et rappellerons les équations qui s'y rapportent. Dans un deuxième temps, nous présenterons le code de calcul utilisé et la modélisation. Une discussion sera menée à partir des résultats obtenus en essayant d'évaluer les incertitudes liées à la manipulation expérimentale, ce qui

nous permettra de conclure sur la nécessité d'améliorer la technique d'estimation de la rhéologie.

2. Mesure de viscosité avec une filière plate

La viscosité est définie comme le ratio d'une contrainte de cisaillement sur un taux de cisaillement.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} \quad (1)$$

Le principe de la mesure rhéologique consiste à déterminer le couple contrainte/taux de cisaillement apparents par le biais d'une mesure de débit et de pression suivant les équations (2) et (3) pour une filière plate dont le canal d'extrusion est de longueur L , de largeur W et de hauteur h [1].

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{6Q}{W \cdot h^2} \quad (2)$$

$$\tau_{app} = \frac{p \cdot h}{2 \left(1 + \frac{h}{W}\right) \cdot L} \quad (3)$$

Compte-tenu du caractère non newtonien du polymère, on applique la correction de Rabinovitch, qui consiste à calculer un indice de pseudoplasticité local m pour en déduire la valeur réelle du taux de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{3m+1}{4m} \dot{\gamma}_{app} \quad (4)$$

avec

$$m = \frac{\partial(\ln \tau_{app})}{\partial(\ln \dot{\gamma}_{app})} \quad (5)$$

La viscosité d'un polymère dépendant de la température, les rhéomètres sont équipés d'un système de régulation thermique. Néanmoins dans l'impossibilité de faire des mesures de température en interne, on fait traditionnellement l'hypothèse que la température est homogène au sein de la filière.

3. Modélisation

La filière plate nous servant de rhéomètre est schématisée en figure 1. Les dimensions de cette filière correspondent à une filière plate d'extrusion expérimentale instrumentée, utilisée auparavant pour d'autres travaux [2, 3].

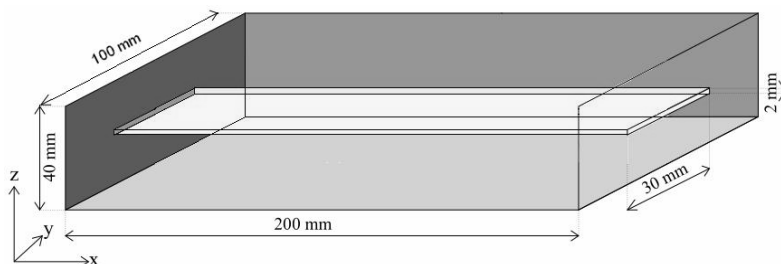


Figure 1 : Schéma et dimensions de la filière

Nous nous intéressons à l'écoulement et à la thermique au sein de la filière, ce qui se traduit par la résolution des équations de Navier-Stokes (6) et de l'énergie (7), couplées par le terme de dissipation visqueuse Φ , responsable de l'anisothermie :

$$\begin{cases} \rho \left(\frac{\partial \vec{V}}{\partial t} + (\vec{V} \cdot \nabla) \vec{V} \right) = -\nabla p + \rho \vec{g} + \nabla \cdot \left[\eta \left(\overline{\nabla \vec{V}} + \overline{\nabla \vec{V}} \right) \right] \\ \nabla \cdot (\rho \vec{V}) = 0 \end{cases} \quad (6)$$

$$\rho C_p \left[\frac{\partial T}{\partial t} + (\vec{V} \cdot \nabla) T \right] = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) + \Phi \quad (7)$$

Le rapport de forme largeur sur hauteur est de 15 et le calcul du nombre de Péclet montrent que la conduction selon l'axe (y) (dans le sens de la largeur) est négligeable par rapport à la convection (8), ce qui justifie l'approximation par un modèle 2D, dans le plan (xz). d est la grandeur caractéristique relative à la direction (X, Y, ou Z) observée.

$$Pe^y = \frac{\rho \cdot C_p \cdot \bar{V} \cdot d^2}{\lambda \cdot L} = \frac{780 \times 2.65 \times 10^3 \times 10^{-2} \times (1.5 \times 10^{-2})^2}{0.3 \times 0.2} = 7.75 \times 10^2 \quad (8)$$

Les applications numériques ont été réalisées pour un PEBD (Poly Ethylène Basse Densité) caractérisé expérimentalement, ce qui nous permet d'avoir des ordres de grandeur réalistes pour le calcul des nombres adimensionnels.

Le calcul du nombre de Stokes montre que la gravité est négligeable devant les forces visqueuses (9). Le calcul est effectué pour une vitesse moyenne de 10^{-2} m.s^{-1} , ordre de grandeur observé expérimentalement.

$$St = \frac{\eta \cdot \bar{V}}{\rho \cdot g \cdot h^2} \geq \frac{10^3 \times 10^{-2}}{780 \times 10 \times 4 \times 10^{-6}} = 3.20 \times 10^2 \quad (9)$$

Le nombre de Stokes est très supérieur à 1, ce qui signifie que l'influence de la gravité est négligeable devant les forces de contraintes visqueuses. Nous pouvons donc simplifier l'équation de Navier-Stokes en supprimant le terme lié à la gravité, ce qui symétrise l'équation par rapport au plan médian horizontal de la filière, et permet de se ramener au demi-plan supérieur. Le schéma du problème simplifié est représenté en figure 2 et les valeurs des conditions limites sont données en (10).

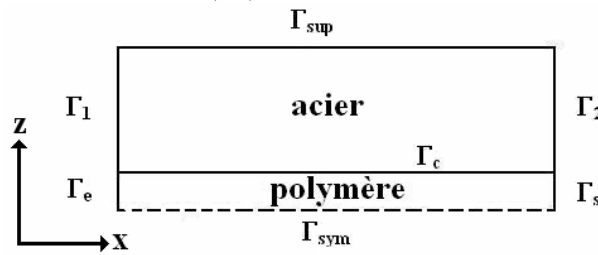


Figure 2 : Nomenclature des conditions limites du problème simplifié.

$$\begin{cases} \Gamma_e : p = p_e \\ \Gamma_s : \begin{cases} p = 0 \\ \frac{\partial \vec{V}}{\partial \vec{n}} = \vec{0} \end{cases} \\ \Gamma_c : \vec{V} = \vec{0} \\ \Gamma_{sym} : \frac{\partial \vec{V}}{\partial \vec{n}} = \vec{0} \end{cases} \quad \text{et} \quad \begin{cases} \Gamma_e : T(z) = T_{reg} \\ \Gamma_s : \frac{\partial T}{\partial \vec{n}} = 0 \\ \Gamma_1 : T(z) = T_{reg} \\ \Gamma_2 : T(z) = T_{reg} \\ \Gamma_{sup} : T(x) = T_{reg} \\ \Gamma_{sym} : \frac{\partial T}{\partial \vec{n}} = 0 \end{cases} \quad (10)$$

Le principe de la simulation de la mesure rhéologique consiste à imposer une température de régulation T_{reg} (au moyen de chaufferettes situées en Γ_{sup} et Γ_2), et une pression d'entrée p_e et de mesurer le débit pour une rhéologie non newtonienne thermodépendante connue. Les autres propriétés caractéristiques du polymère simulé sont également thermodépendantes. Les thermodépendances de chacune des propriétés ont été obtenues à partir de données expérimentales sur un PEBD [2, 3]. En faisant varier les conditions opératoires (p_e), on obtient différentes valeurs de viscosité pour divers taux de cisaillement à l'aide des équations (1) à (5). On peut alors comparer la viscosité estimée à la viscosité connue et évaluer l'erreur commise lorsqu'on fait l'hypothèse d'isothermie. Le test présenté est effectué pour une température de régulation $T_{reg} = 473.15$ K.

	PEBD			Acier		
	C_p	ρ	λ	C_p	ρ	λ
	$J.K^{-1}.kg^{-1}$	$kg.m^{-3}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	$J.K^{-1}.kg^{-1}$	$kg.m^{-3}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$
pour $T = 473.15$ K	2650	0.780	0.3	7800	460	16
pour $T = 493.15$ K	2700	0.720	0.3	7800	460	16

Tableau 1 : Valeurs expérimentales des propriétés caractéristiques du PEBD et de l'acier considérés servant à l'interpolation linéaire pour la prise en compte de la thermodépendance.

La thermodépendance de la viscosité est traduite par une loi d'Arrhénius alors que la dépendance en taux de cisaillement est traduite par une loi mathématique de la forme de celle de Carreau-Yasuda [1], d'où la loi de référence (11) utilisée pour les simulations :

$$\eta = \frac{784.82 \cdot e^{\frac{1404.15}{T}}}{\left(1 - (0.0106 \cdot \dot{\gamma})^{0.298}\right)^{\frac{1}{0.298}}} \quad (11)$$

La simulation numérique est effectuée avec le code Aquilon (volumes finis) développé au laboratoire TREFLE. Le maillage utilisé est de 200 mailles selon x et 100 mailles selon z (axe vertical). Ces 100 dernières mailles sont décomposées en 60 mailles pour les 19×10^{-3} m d'acier et 40 mailles pour le 10^{-3} m de demi canal d'extrusion. Le maillage vertical est raffiné aux interfaces en Γ_{sym} , Γ_c et Γ_{sup} [3].

4. Résultats et discussion

4.1. Résultats

En supposant la température homogène dans la filière et égale à la température de régulation, la viscosité est estimée pour différents taux de cisaillement, à l'aide d'un coefficient de pseudo-plasticité local, également fonction du taux de cisaillement (équations (1) à (5)) et comparée à la loi mathématique utilisée pour la simulation (11). Les résultats sont exposés en figure 3 et 4 pour des pressions d'entrée de 10^5 à 500×10^5 Pa. En figure 5 sont représentées les isothermes au sein du canal de la filière pour une pression d'entrée (et donc un différentiel de pression le long de la filière) de 200×10^5 Pa.

Il apparaît que la correction de Rabinovitch est très efficace puisque elle permet d'avoir une erreur maximale inférieure à 2% sur l'estimation de la viscosité pour un taux de cisaillement donné. On note toutefois une augmentation de l'erreur pour des taux de cisaillement de l'ordre de 10 s^{-1} .

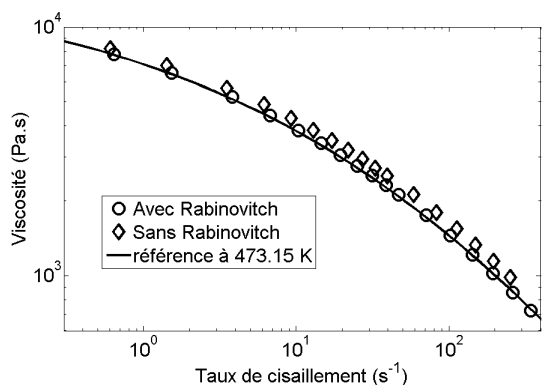


Figure 3 : Estimations de la rhéologie avec et sans la correction de Rabinovitch

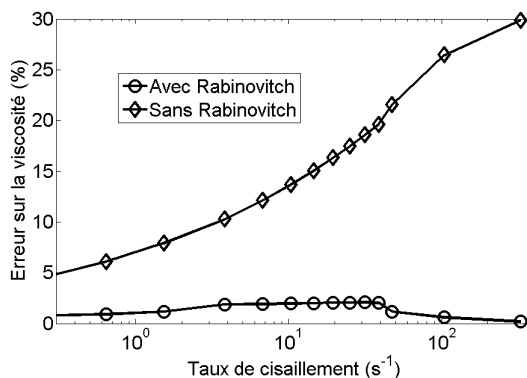


Figure 4 : Erreur commise (%) lors de l'estimation de la rhéologie avec et sans la correction de Rabinovitch.

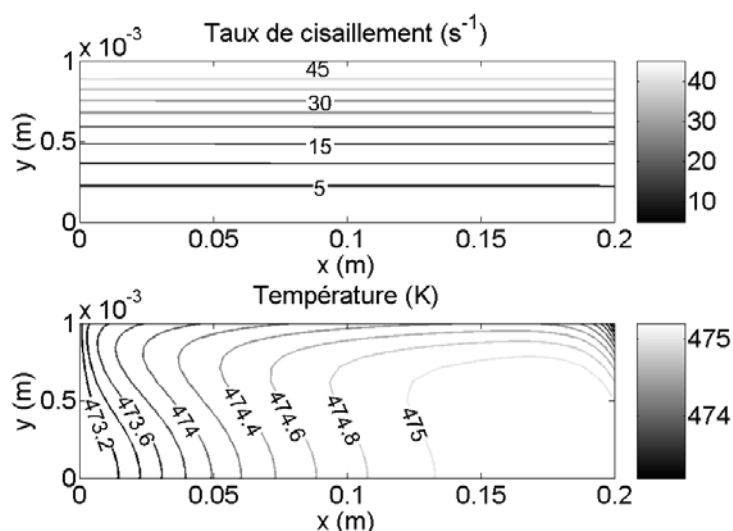


Figure 5 : Isothermes dans la filière pour un différentiel de pression de 200×10^5 Pa et une température de régulation de 473.15 K.

4.2. Incidence de l'hypothèse d'isothermie

Au sein de la filière, pour une pression de 200×10^5 Pa et une température de régulation de 473.15 K, la température interne augmente localement de plus de 2 K, en raison de la dissipation visqueuse liée à l'apparition de forts taux de cisaillement. Cette variation de température provoque dans le cas traité une variation de 1% de la masse volumique de façon locale.

Finalement la méthode d'estimation rhéologique permet d'obtenir une précision théorique de l'ordre de 2% (cette valeur étant fonction de la thermodépendance) pour les forts taux de cisaillement. Cette incertitude peut être ainsi reliée à l'hypothèse d'isothermie.

4.3. Incertitude de mesure de la viscosité

Si on s'affranchit de l'erreur commise par l'hypothèse d'isothermie, on peut évaluer l'incertitude liée à la manipulation :

$$\frac{\Delta\eta}{\eta} = \frac{\Delta\tau}{\tau} + \frac{\Delta\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}} \quad (12)$$

$$\frac{\Delta\eta}{\eta} = \underbrace{\frac{\Delta p}{p} + \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta h}{W\left(1 + \frac{h}{W}\right)} + \frac{h\Delta W}{W^2\left(1 + \frac{h}{W}\right)} + \frac{\Delta L}{L}}_{\frac{\Delta\tau}{\tau}} + \underbrace{\frac{\Delta Q}{Q} + \frac{\Delta W}{W} + 2\frac{\Delta h}{h} + 3\frac{\Delta m}{3m+1} + \frac{\Delta m}{m}}_{\frac{\Delta\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}}}$$

Si on néglige les incertitudes liées aux dimensions de la filière (relatives à L, W et h), il reste les incertitudes relatives aux mesures de la pression et du débit et au calcul de l'indice de pseudoplasticité locale m. En utilisant les valeurs typiques de l'instrumentation de la filière expérimentale, on a une incertitude de 1.5% sur les mesures de pression et 3 % sur la mesure de débit (incertitude liée à la mesure de la masse volumique), le débit volumique étant déduit de mesures de masse au cours du temps. En prenant une incertitude de 1% sur la valeur de m, on trouve une incertitude totale de mesure de 5.5 %.

4.4. Discussion

En conclusion, on peut avoir une incertitude de 7 à 8% sur les paramètres de viscosité à forts taux de cisaillements, représentant à la fois l'erreur expérimentale de mesures des variables et l'erreur liée à l'hypothèse d'isothermie. Or une incertitude sur une rhéologie non-newtonienne génère une erreur plus grande sur le débit [3]. Un tel constat invite à élaborer une technique d'estimation plus précise de la rhéologie pour les forts taux de cisaillements, intégrant notamment l'hétérogénéité thermique. Pour ce faire, des techniques inverses ont été développées [3, 4] couplant simulations et mesures sur des filières d'extrusion instrumentées.

5. Conclusion

Au cours de cette étude, l'incertitude sur l'estimation de la rhéologie liée à l'hypothèse d'isothermie a été évaluée pour une large gamme de taux de cisaillement. En ajoutant l'incertitude liée à la mesure des débits et des pressions, l'incertitude de la viscosité pour les forts taux de cisaillement est de l'ordre de 7 %. Cette incertitude se répercute de façon importante dans les simulations de mise en forme des procédés, notamment pour le calcul de l'écoulement. Néanmoins le développement des techniques inverses couplées à une bonne instrumentation doit permettre d'améliorer significativement l'évaluation de la rhéologie des polymères fondus.

Références

- [1] J.-F. Agassant, P. Avenas, J.-P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, *La mise en forme des matières plastiques*, 3^{ième} édition, Lavoisier, TEC & Doc, 1996
- [2] M. Karkri, *Transferts de chaleur dans un écoulement stationnaire de polymère fondu dans une filière d'extrusion : métrologie thermique et technique inverse*, Thèse de doctorat, Université de Nantes, Laboratoire de Thermocinétique, décembre 2004
- [3] 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, Université de Bordeaux, novembre 2006
- [4] N. Lebaal, S. Puissant, F.M. Schmidt, *Rheological parameters identification using in situ experimental data of a flat die extrusion*, Journal of Materials Processing technology, 164-165 (2005), 1524-1529