N° d'ordre:

CONFIDENTIEL 3 ans

THESE DE DOCTORAT

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

en vue de l'obtention du titre de

DOCTEUR

en

SCIENCE DES MATERIAUX

par

Jean-Etienne FOURNIER Ingénieur de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suisse)

Analyse des écoulements de thermoplastiques par vélocimétrie par imagerie de particules: Application aux procédés d'extrusion et d'injection

Soutenance prévue le 17 Décembre 2008 devant le jury composé de:

Prof. T. LASRIIEMNProf. A. SAOUABUniversité du HavreProf. A. TCHARKHTCHIENSAM ParisM. M. THABOUREYVALEOProf. P. KRAWCZAKEcole des Mines de DouaiProf. M.F. LACRAMPEEcole des Mines de Douai

Président Rapporteur Rapporteur Examinateur Examinateur Examinateur

Laboratoire d'accueil:

Département Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique de l'Ecole des Mines de Douai

Directeur de thèse:

Prof. Patricia KRAWCZAK, Responsable du Département Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique de l'Ecole des Mines de Douai

Travaux financés en partie par le Ministère de l'Economie, des Finances et de l'Industrie dans le cadre du Réseau Matériaux et Procédés, Projet « MASTHER »

SOMMAIRE

Sommaire	<u>1</u>
Introduction	<u>4</u>
Chapitre 1: Contexte industriel et scientifique	6
1.1. Introduction	<u>6</u>
1.2. Défauts d'aspects des pièces injectées en polymères thermoplastiques	<u>7</u>
1.2.1. Défauts liés à la phase dynamique d'injection	8
1.2.2. Défauts liés à la phase quasi-statique d'injection	12
1.2.3. Défauts liés à la phase de démoulage	14
1.2.4. Autres défauts des pièces injectées	16
1.2.5. Conclusion	19
1.3. Lignes de soudure	<u>19</u>
1.3.1. Définition	20
1.3.2. Lignes de soudure et propriétés mécaniques	21
1.3.3. Mécanismes de formation et aspect de surface	22
1.3.4. Conclusion	28
1.4. Glissement à la paroi des outillages	28
1.5 Visualisation des écoulements en plasturgie	38
1.6 Principes de la vélocimétrie par imagerie de particules (PIV)	46
1.7 Conclusion et programme de recherche	49

Chapitre 2: Matériaux et moyens expérimentaux	51
2.1. Matériaux	51
2.2. Moyens de transformation	52
2.2.1. Extrusion	52
2.2.2. Injection	54
2.3. Moyens d'analyse et de caractérisation	57
2.3.1. Vélocimétrie laser par imagerie de particules	57
2.3.2. Rhéométrie	58
2.3.3. Caractérisation géométrique	58
2.3. Simulations numériques	59
de particules en extrusion et études de cas	60
3.1 Introduction	60
3.2. Détermination des paramètres expérimentaux	61
3.2.1. Choix de la nature du traceur	61
3.2.2. Choix du temps entre impulsions	64
3.3. Etudes de cas	66
3.3.1. Ecoulements simples	66
3.3.2. Ecoulements complexes	71
3.5. Etude rhéologique du glissement et simulations numériques	74
3.4.1. Mesures PIV	74
3.4.2. Mesures de rhéologie	77
3.4.3. Simulations numériques	78
3.5. Conclusion	85

Chapitre 4: Etude des écoulements en injection	86
4.1. Introduction	86
4.2. Etude de l'influence des paramètres de transformation sur les dimensions	
des lignes de soudure	86
4.2.1. Méthodologie	86
4.2.2. Evolution de la taille de l'entaille	88
4.2.3. Conclusion	93
4.3. Visualisation des écoulements par PIV	93
4.3.1. Introduction	93
4.3.2. Conditions imposées par les procédé et le dispositif expérimental	93
4.3.4. Analyse des résultats	95
4.4. Conclusion	101
Conclusion et perspectives	103

Bibliographie

Introduction

L'aspect des pièces injectées en polymères s'avère être, quel que soit le secteur d'activité considéré, un critère de plus en plus pénalisant pour leur acceptation par le client. L'aspect représente en effet une part croissante de la valeur ajoutée des produits et influence directement leur succès commercial. Ainsi, le marché des pièces plastiques d'aspect et optiques est très large et connaît un développement soutenu avec un taux de croissance annuel de 20% pour les verres en polycarbonate, des perspectives d'augmentation dans la cosmétique grâce à l'élargissement des possibilités d'aspect et de «touché», etc. L'automobile et la cosmétique sont des secteurs particulièrement sensibles du fait de la tendance du marché à rechercher une « qualité perçue » de plus en plus élevée. La maîtrise de l'aspect est alors fondamentale pour garantir cette qualité, ainsi que pour assurer des évolutions rapides de style imposant un contrôle constant des procédés en raccourcissant considérablement les délais de mise sur le marché.

Néanmoins, ces exigences en terme d'aspect ont évolué plus vite que les connaissances techniques et scientifiques des origines des défauts d'aspect générés lors des opérations de fabrication. Ainsi, la maîtrise des défauts d'aspect en production à grande échelle n'est pas encore acquise et la compétitivité de certains secteurs de la plasturgie s'en ressent, avec des taux de rebut parfois très élevés et des surcoûts de production importants, difficilement admissibles dans des secteurs aussi concurrentiels que l'automobile par exemple.

C'est dans ce contexte général que s'intègre le programme de recherche dont les résultats sont présentés ici et qui vise à une meilleure compréhension des mécanismes de génération et de propagation des défauts de surface en injection plastique par visualisation directe.

Les quelques études scientifiques existantes restent en effet insuffisantes pour disposer, au niveau industriel, d'une maîtrise performante des causes et remèdes spécifiques à une grande partie des défauts d'aspect. En moulage par injection (procédé complexe employé aujourd'hui dans un très grand nombre de secteurs d'activité, des domaines industriels traditionnels tels que l'électricité, le conditionnement, le transport, le bâtiment ... aux domaines industriels de pointe tels que le médical et chirurgical ou l'aéronautique), les travaux datant seulement d'une dizaine d'années ont essentiellement porté sur les défauts de brillance, alors que les mécanismes de génération et de propagation d'une très large gamme de défauts sont à étudier plus amplement, à comprendre, à quantifier et à valider expérimentalement. En effet, les caractéristiques de ces défauts restent mal identifiées, et les études réalisées jusqu'ici montrent un réel manque d'information sur leurs tailles, leur répartition dans la matière, leurs conditions d'apparition ou encore sur leur sévérité.

Toutefois, une difficulté majeure pour mettre en place des techniques de visualisation directe est que ce procédé, discontinu et aux temps très courts, met en jeu des conditions très contraignantes de températures et de pressions dans un environnement (moule) clos et aveugle. Le travail engagé dans le cadre de la présente étude présente de ce fait, sous cet angle, un caractère « pionnier ».

Après une présentation du contexte industriel et scientifique de l'étude abordant les défauts d'aspect des pièces injectées en polymère, les mécanismes de génération des lignes de soudure et les dispositifs de visualisation directe employés actuellement dans l'industrie et dans la recherche (chapitre 1), seront présentés les moyens expérimentaux mis en œuvre (chapitre 2). On détaillera ensuite les travaux de recherche engagés portant sur la mise au point d'une technique de vélocimétrie laser par suivi de particules (PIV) appliquée aux procédés de transformation des matières plastiques, d'une part en extrusion (chapitre 3) et d'autre part en injection (chapitre 4) dans le cas de pièces transparentes en polycarbonate. La conclusion s'attachera principalement à statuer sur la faisabilité de la visualisation directe et de l'évaluation des champs de vitesse associés à ces deux types d'écoulements.

Chapitre 1

Contexte industriel et scientifique

1.1. Introduction

L'injection sous haute pression est la technologie de transformation des polymères la plus adaptée à la fabrication de pièces complexes de toutes tailles, intégrant un nombre important de fonctions, en une seule opération. Elle trouve des applications dans tous les domaines industriels traditionnels (emballage, électricité, bâtiment, automobile, cosmétique, biens de consommation) ou de pointe (médical et chirurgical, aéronautique, nucléaire).

Pour toutes ces applications, depuis une dizaine d'années, les qualités esthétiques sont devenues un critère d'appréciation prépondérant, conditionnant la réussite commerciale des produits fabriqués et le prix de revient des pièces (les taux de rebut, pour des applications au caractère esthétique très marqué, peuvent être très importants).

Or, la maîtrise de l'aspect des pièces injectées reste un problème industriel pratiquement entier pour diverses raisons. En effet, le vocabulaire relatif à ces défauts est encore très imprécis. Un même défaut peut être désigné de différentes façons ou inversement, un terme peut englober différents défauts spécifiques. Les caractéristiques de ces défauts (taille, répartition, conditions d'apparition, sévérité) ne sont pas toujours non plus très clairement identifiées. Par ailleurs, même pour les défauts correctement identifiés et caractérisés, les mécanismes de génération et de propagation sont encore très largement méconnus. Ainsi, les premières publications scientifiques relatives à cette problématique sont relativement récentes (une dizaine d'années) et restent encore très partielles, ne traitant essentiellement que des défauts de brillance et des défauts de vaques [GEO97, DHA99, CHA00]. Un état de l'art relatif à ces défauts et au vocabulaire associé sera donc réalisé. On insistera en particulier sur un des défauts les plus pénalisants et les plus fréquents pour les pièces complexes, à savoir les lignes de soudure, dont on s'efforcera de présenter les mécanismes supposés de génération et les paramètres d'influence.

Par ailleurs, un certain nombre de ces défauts sont généralement attribués, dans la littérature, à un glissement à la paroi de l'outillage. Une description des moyens expérimentaux susceptibles de le mettre en évidence et / ou d'en quantifier l'ampleur s'avère alors nécessaire.

De plus, si la littérature scientifique s'accorde, lorsque le problème est abordé, à relier ces défauts d'aspect aux mécanismes locaux d'écoulement et plus particulièrement aux conditions mécaniques ou thermiques à l'interface polymères / outillages, elles mettent alors en évidence l'intérêt de méthodes de visualisation directe de ces écoulements. Les diverses techniques actuellement disponibles seront analysées compte tenu de l'application visée.

Enfin, une technique particulière semble potentiellement la plus intéressante, permettant, en théorie, à la fois la visualisation et la quantification de l'évolution des profils de vitesse pendant le remplissage d'une empreinte de moule d'injection. Il s'agit de la vélocimétrie laser par imagerie de particules, dont on s'attachera à décrire le principe général.

Sur la base de cette analyse de la littérature scientifique et technique, le programme de recherche élaboré de façon à valider l'adaptabilité de cette techniques aux écoulements de polymères fondus dans les outillages d'extrusion et d'injection sera alors présenté.

1.2. Défauts d'aspects des pièces injectées en polymères thermoplastiques

L'objectif de cette partie n'est pas de réaliser une revue exhaustive, mais d'établir une liste répertoriant les caractéristiques essentielles des principaux défauts des pièces injectées en polymère thermoplastique et permettant ultérieurement le choix, en collaboration avec les partenaires industriels concernés, du défaut qui fera l'objet d'une étude approfondie prioritairement (caractère critique pour les applications concernées). Elle s'appuie essentiellement sur l'analyse de la littérature technique relative aux défauts d'injection [A81] [BAY 95] [GE 98] [KRA 00].

Par souci de clarté et de compréhension, ces défauts ont été répertoriés et classés selon les différentes phases du cycle d'injection d'un polymère (Fig. 1).



Fig. 1 : Définition des différentes phases d'un cycle d'injection

1.2.1. Défauts liés à la phase dynamique d'injection

Les **bavures** correspondent à une fuite du polymère par le plan de joint du moule lors de l'injection. Elles sont caractérisées par la formation de pellicules sur les bords de pièces (Fig. 2). Les bavures fines sont peu visibles, mais certaines plus prononcées, peuvent dépasser de plusieurs centimètres de l'empreinte. La formation des bavures peut être liée à une viscosité trop faible du polymère, une pression d'injection trop



Fig. 2 : Bavure [KRA 00]

élevée, une force de fermeture ou une rigidité de l'outillage insuffisantes ou un encrassement du plan de joint. La sévérité du défaut peut être réduite par une optimisation des paramètres de mise en œuvre (réduction de la vitesse et de la température d'injection, avancement du point de commutation en pression de maintien, réduction de la pression de maintien, augmentation de la force de fermeture) et/ou de l'outillage (augmentation de sa rigidité, nettoyage des plans de joint). La brillance d'une pièce est notamment liée à son indice de réfraction. Dans le cas des pièces plastiques, celui-ci est en particulier affecté par les conditions de contact à l'interface polymère/moule (dépendant des matériaux en présence et des conditions de transformation). Ainsi, pour polymère donné, un l'utilisation d'un outillage (nature et état de surface) ou de conditions d'injection inadaptées peut conduire à l'obtention d'un niveau de brillance homogène mais trop



Fig. 3 : Hétérogénéités de brillance [KRA 00]

faible ou trop élevé. De même toute hétérogénéité de ces conditions de contact (nature et état de surface de l'outillage, conditions de transformation) peut générer des hétérogénéités de brillance (Fig.3). Ces défauts sont généralement difficiles à maîtriser, mais peuvent être atténués par une adaptation de l'état de surface du moule (polissage) et des conditions de transformation (vitesses, températures et pressions).

L'effet Diesel, caractérisé par l'apparition de taches noires ou carbonisées à la surface de la pièce (figure II.1.4) [BLO 00], est dû à un problème de ventilation. Il se produit lorsque le parcours de l'écoulement entraîne la formation de poches d'air (notamment en fin de parcours, dans les zones de soudure, au niveau des nervures) et que celles-ci, de par la conception inadéquate du système de ventilation (évents, éjecteurs) ne peuvent être éliminées. En fin d'injection, l'air est alors comprimé et sa température s'élève fortement, pouvant provoquer la carbonisation du polymère.



Fig. 4 : Effet diesel causé par de l'air piégé en fin d'écoulement [KRA 00]

L'élimination de ce défaut nécessite l'optimisation de la ventilation du moule, notamment dans les zones de convergence de flux de matière et à l'extrémité du parcours de coulée par une modification du parcours d'écoulement (épaisseurs de paroi, position des seuils), une vérification des évents, la réduction de la force de fermeture pour faciliter l'évacuation de l'air emprisonné.

Des inclusions d'air semblables à des poches d'air de diamètre important et en grande quantité peuvent se former près des parois lors de l'injection et apparaissent comme des creux sur la pièce moulée (Fig. 5). L'origine de ce défaut peut être liée à une décompression trop importante ou trop rapide, à un mauvais fonctionnement du clapet anti-retour, à la présence d'une poche d'air dans la trémie, à une température trop élevée du



Fig. 5 : Inclusion d'air en surface [KRA 00]

polymère, à une température de l'ouillage trop faible ou à une plastification trop lente. Il peut être atténué par une augmentation des pressions d'injection et de maintien, par une augmentation de la contre-pression et de la température du moule ou par une augmentation du diamètre du point d'injection.

Dans certains cas, si le gonflement du polymère en sortie de seuil est trop faible et/ou si la vitesse de l'écoulement au point d'injection est trop élevée, le front de matière, au lieu de remplir progressivement l'empreinte, progresse «en **serpentin**» instable jusqu'au fond de la cavité, laissant des marques très visibles et des hétérogénéités de couleur et de brillance sur la pièce (Fig. 6). Ce défaut de **jet libre** peut être



Fig. 6 : Jet libre s'étendant sur toute la surface de la pièce [KRA 00]

supprimé en augmentant le diamètre des seuils et en les positionnant face à une paroi proche et/ou en limitant la vitesse d'injection au passage des seuils.

Les lignes de soudure apparaissent au contact de deux fronts de matière. Ceux-ci s'aplatissent et se collent. Si la température et la pression au point de jonction des deux fronts sont trop faibles, les extrémités d'écoulement ne seront pas complètement développées, créant une entaille visible en surface. De plus, la cohésion du matériau médiocre, entraînant sera une atténuation significative des propriétés mécaniques. L'utilisation d'additifs (notamment



Fig. 7 : Différences de couleur au droit d'une ligne de soudure [KRA 00]

des pigments ou des charges pouvant s'orienter lors de l'injection) accentue l'intensité de ce défaut d'aspect (Fig.7). Celui-ci est particulièrement visible sur des pièces noires ou transparentes, sur des surfaces planes et polies et sur des parois de faible épaisseur [DEB 97], ce qui ne signifie pas, pour autant, qu'il présente alors des caractéristiques géométriques plus prononcées. Pour une géométrie donnée, ce défaut d'aspect peut être atténué par augmentation de la vitesse et de la température d'injection, de la température de l'outillage, de la pression et du temps de maintien.

Une **pièce incomplète** correspond à un remplissage partiel de la cavité, la plupart du temps à la fin du parcours d'écoulement ou dans des zones de faible épaisseur (Fig.8). Ce défaut apparaît lorsque le volume de dosage est trop faible par rapport à celui de la pièce à mouler, mais aussi lorsque l'épaisseur de l'empreinte est trop faible, la pression d'injection insuffisante ou les pertes de charges dans le circuit d'alimentation sont trop importantes. Il

peut être éliminé par une adaptation des paramètres d'injection (augmentation du dosage, de la température du polymère et de la vitesse d'injection, en retardant le passage en pression de maintien), en optimisant le système d'alimentation de l'outillage (augmentation des diamètres des canaux et des seuils afin de réduire la perte de charge) ou en augmentant l'épaisseur de l'empreinte.



Fig .8 : Pièce incomplète [KRA 00]

Le défaut de **sillons** est caractérisé par de fines rainures concentriques, parallèles au front d'écoulement apparaissant autour du point d'injection ou dans des zones de faible épaisseur (Fig.9). Il apparaît lorsque la température du front de matière est trop faible, créant une gaine solide de forte épaisseur, gênant la progression normale du front de matière [TRE 99] [TRE 00] [SAI 00]. La sévérité de ce défaut peut être



Fig . 9 : Microsillons [KRA 00]

atténuée par augmentation de la température du front de matière (augmentation de la vitesse d'injection, des températures d'outillage et d'injection et de l'épaisseur de la cavité) [YOS 93] [YOS 96].

L'inclusion d'air dans le polymère lors de la phase de plastification peut entraîner la

formation de **stries d'air** en surface de la pièce moulée (Fig.10). Il s'agit de taches mates, argentées, marbrées ou en éventail, localisées dans les zones de variation d'épaisseur ou près du seuil d'injection [SHE 97] [BÜR 01] [BRY 98]. Ce défaut peut être limité par l'utilisation de canaux chauds ou par l'optimisation des conditions de plastification (augmentation de la contre-pression, diminution du recul de la vis,



Fig. 10 : Stries d'air [KRA 00]

augmentation de la température du fourreau, réduction de la vitesse de rotation de la vis ou diminution de la course de dosage par utilisation d'une unité de plastification de plus grande capacité).

Pour des vitesses d'injection élevées, des diamètres de seuils faibles ou des variations de direction d'écoulement brusques, l'orientation et l'élongation des chaînes macromoléculaires peuvent être très intenses. Si le refroidissement est trop rapide, les couches de surface sont figées dans cet état d'orientation et de contrainte et peuvent être rompues sous l'action des contraintes d'écoulement, entraînant la formation



Fig.11 : Taches mates près du point d'injection [KRA 00]

de **cercles mats concentriques** autour de la zone d'alimentation (Fig. 11). L'élimination de ce défaut passe par une optimisation des seuils d'injection (augmentation du diamètre, modification de position), des conditions d'injection (réduction de la vitesse d'injection) et de l'outillage (réductions des variations brusques d'épaisseur ou de direction d'écoulement, polissage des alimentations).

1.2.2. Défauts liés à la phase quasi-statique d'injection

Une **retassure** est un enfoncement ou une bosse localisé [TUR 00] à la surface de la pièce, qui apparaît le plus souvent au droit d'une nervure, dans des zones de surépaisseur locale [BEA 92], au niveau des noyaux, des lignes de soudure, des étranglements, des buses de canaux chauds ou à l'extrémité de l'écoulement (Fig.12). Au droit de la surépaisseur (par exemple une nervure), le volume à refroidir est nettement plus important que dans le reste de la pièce. Le temps de refroidissement sera donc également plus important. Le retrait pourra ainsi se poursuivre dans cette zone alors que le reste de la pièce sera déjà figé, entraînant une déformation locale de la surface [IYE 02] [LIU 01a] [LIU 01b]. L'origine de ce défaut est donc géométrique (non-uniformité des épaisseurs) [GE 98]. De manière générale, on aura intérêt à conserver des épaisseurs de parois constantes. Son amplitude peut être limitée, pour une géométrie donnée, par une augmentation du temps et/ou de la pression de maintien permettant une compensation plus efficace du retrait, ou par une diminution des températures d'injection et d'outillage pour réduire le temps de refroidissement. Dans certains cas, on peut être amené à augmenter le diamètre de la buse et la section des canaux d'alimentation, voire à déplacer le point d'injection (limiter la longueur d'écoulement jusqu'à la discontinuité géométrique) pour favoriser la compensation du retrait dans la phase de maintien.



Fig. 12 : Retassures résultant de différences d'épaisseur de parois [KRA 00]

L'injection de polymères chargés de fibres de verre peut également conduire à la formation de défauts spécifiques. En effet, le renfort, sous l'action du champ de contraintes complexes lié à l'écoulement, s'oriente durant l'injection, conduisant à une structure stratifiée. Classiquement, on distingue cing couches parallèles aux parois du moule. En surface, sous l'action de l'effet fontaine, les fibres provenant du centre de l'écoulement s'orientent sur une faible épaisseur « au hasard » en majorité parallèlement à la surface. A cœur, le cisaillement est faible et les fibres orientées perpendiculairement à la direction de l'écoulement au passage du seuil (écoulement élongationnel divergent) conservent cette orientation. Enfin, dans une zone intermédiaire, les fibres sont orientées parallèlement à la direction de l'écoulement sous l'action du cisaillement. Si le refroidissement au contact de l'outillage est trop rapide, les fibres des couches de surface peuvent ne pas être totalement alignées parallèlement aux parois, générant un défaut d'aspect. Par ailleurs, la différence de retrait entre la matrice et les fibres peut entraîner la formation d'une surface rugueuse et mate (Fig.13). Ce défaut de stries de fibre de verre peut être atténué par une augmentation des températures du moule et du polymère ou par une optimisation de la phase de maintien. L'utilisation de fibres de verre de longueur inférieure permet également de réduire l'intensité

du défaut, mais affecte défavorablement les propriétés mécaniques de la pièce finale, réduisant significativement l'effet attendu du renforcement.



Fig. 13 : Stries de fibres de verre [KRA00]

1.2.3. Défauts liés à la phase de démoulage

Dans certains cas, lorsque le démoulage est particulièrement difficile, la pièce moulée peut être déformée voire rompue lors de l'éjection (Fig.14). Ce défaut peut être lié au matériau (retrait trop important), aux conditions de transformation (refroidissement insuffisant, pressions trop élevées) ou à la conception de l'outillage. Il peut être atténué par une optimisation des conditions de moulage



Fig. 14 : Déformation de pièce lors du démoulage [KRA 00]

(réduction de la vitesse et de la pression d'injection, augmentation du temps de refroidissement, passage plus précoce en pression de maintien, réduction de la pression de maintien) et de la conception du moule (augmentation de sa rigidité, polissage dans le sens du démoulage, optimisation du traitement de surface et de la rugosité, réduction des contredépouilles et augmentation des dépouilles, optimisation de la position et du nombre des éjecteurs).

Le défaut d'écaillage est caractérisé par un aspect superficiel de la pièce semblable à des écailles, avec une alternance de zones brillantes et mates, la plupart du temps près du seuil mais parfois sur la pièce (Fig.15). Il est engendré par une cohésion insuffisante des couches de surface adjacentes, formées lors de l'écoulement et du refroidissement. En effet, les contraintes de cisaillement et les endommagements thermiques (vitesse et température d'injection trop élevées),



Fig. 15 : Pièce d'emballage cosmétique avec effet de peau écaillée [KRA 00]

ainsi que les hétérogénéités du matériau (impuretés, humidité, charges) peuvent réduire la cohésion de ces couches à un point tel que la couche de surface s'écaille. La cause principale de ce défaut est un déplacement de la matière déjà refroidie. La sévérité du défaut peut être réduite par une adaptation des paramètres de transformation (diminution de la vitesse d'injection en début de remplissage et de la température de l'outillage), une optimisation des seuils (prévoir des rayons et polir), l'élimination des éventuelles impuretés contenues dans le polymère.

Le défaut de **fissuration** est caractérisé par un éclaircissement localisé de la teinte, avec une surface satinée (Fig.16). Ces fissures apparaissent quelques jours voire plusieurs semaines après moulage. Ce défaut est lié à un état de contrainte excessif dans la pièce généré lors du moulage et/ou du démoulage. Le processus de dégradation peut être amplifié et/ou accéléré par le conditionnement ou les conditions d'utilisation de la pièce (taux d'humidité, température engendrant des phénomènes de diffusion et de gonflement). La sévérité de ce défaut peut être réduite par une diminution des contraintes générées lors de l'injection (réduction des pressions dans l'outillage) et du démoulage (modification de la position des éjecteurs, augmentation des angles de dépouille) et une adaptation des conditions de stockage et d'utilisation de la pièce au comportement du matériau.



Fig. 16 : Marques de fissuration [KRA 00]



Le défaut de **marques d'éjecteurs** est caractérisé par une variation locale d'épaisseur pouvant générer des différences de brillance et des creux visibles en surface de la pièce (Fig.17). Ce défaut peut être lié à une pression d'injection ou une température locale de l'outillage trop élevée, un temps de refroidissement trop court, ou une conception d'outillage inadaptée (contredépouilles trop importantes, dépouilles trop faibles, mauvaise position des éjecteurs, surfaces d'éjecteurs



Fig. 17 : Marques d'éjecteurs [KRA 00]

trop faibles, rigidité du moule insuffisante). La sévérité du défaut peut être réduite en optimisant les paramètres de transformation (réduction de la vitesse et de la pression d'injection, de la pression de maintien, en avançant le passage en pression de maintien, augmentation du temps de refroidissement) et/ou la conception de l'outillage (augmentation de sa rigidité, polissage dans le sens du démoulage, optimisation du traitement de surface et de la rugosité, optimisation de la régulation thermique, réduction des contre-dépouilles, positionnement préférentiel des éjecteurs à proximités des angles et sous les nervures).

1.2.4. Autres défauts des pièces injectées

La phase fondue froide sortant de la buse vers le moule peut engendrer des marques (**gouttes froides**) en forme de « queues de comètes » (Fig.18) correspondant à une inclusion superficielle de matière froide, apparaissant près du point d'injection ou sur toute la surface de la pièce moulée. Ces gouttes froides peuvent provoquer la formation de lignes de soudure. Elles sont générées lorsque le polymère se solidifie





partiellement dans les canaux d'alimentation ou dans la buse, avant injection, et sont entraînées par le polymère lors du remplissage. Ce défaut peut être éliminé en positionnant un extracteur face à l'alimentation (ou en augmentant sa taille), en augmentant le diamètre de la buse et/ou des canaux, en améliorant le chauffage de la buse par un collier chauffant supplémentaire et/ou en optimisant les paramètres de mise en œuvre (augmentation de la course de la vis, réduction de la décompression, rétractation de l'unité de plastification plus tôt).

Des hétérogénéités locales de couleur peuvent être générées par une mauvaise dispersion du pigment dans le polymère (due à des paramètres de mélange non adaptés, compte tenu du polymère et des autres additifs ou charges), mais aussi par une hétérogénéité de distribution de l'orientation de ces charges entraînant une hétérogénéité d'indice de réfraction en surface de la pièce (Fig. 19). Pour des pigments



Fig. 19 : Hétérogénéité de couleur [KRA 00]

thermiquement sensibles, des modifications de couleurs peuvent être provoquées par des

dégradations thermiques liées, par exemple, à une température d'injection ou un temps de séjour en température trop élevés ou à des échauffements locaux notamment au niveau des lignes de soudure. Une oxydation du colorant par de l'air emprisonné dans le système ou une déformation excessive des pigments sont également source d'hétérogénéités de couleur. La sévérité de ces défauts peut être atténuée par une modification de la vitesse d'injection, une diminution de la température d'injection, une augmentation du diamètre des seuils, une optimisation des évents ou l'utilisation de pigments de granulométrie plus faible.

Les stries de carbonisation (Fig.20) apparaissent périodiquement, le plus souvent pour des polymères thermiquement sensibles [SHE 97] [BÜR 01] [BTY 98]. Elles sont liées à différents phénomènes tels qu'une température d'injection proche de la limite supérieure de mise en œuvre, un temps de séjour dans les équipements de séchage et d'injection important, une vitesse de rotation de la vis trop élevée, des sections insuffisantes dans le système d'alimentation



Fig. 20 : Stries de carbonisation [KRA 00]

(autoéchauffement), un clapet anti-retour ou un système de plastification usés ou encore une mauvaise conception de l'outillage ("angles morts"). La reprise de la production après un arrêt temporaire peut aussi être à l'origine de la formation de stries. La dégradation thermique du polymère peut conduire à la formation de produits de décomposition gazeux formant des marques visibles en surface, telles que des décolorations argentées (généralement dues à une diminution de la longueur des chaînes macromoléculaires) ou brunes (généralement dues à une modification chimique des macromolécules). La sévérité du défaut peut être réduite par une diminution de la température du polymère et du temps de cycle ou une adaptation des conditions de séchage. Dans certains cas, il faut contrôler l'état des canaux d'écoulement, de la vis, du clapet et du cylindre d'injection, voire envisager une modification de la géométrie de l'écoulement afin de limiter les angles morts.

Les **stries d'humidité** (Fig.21) sont observées lors de l'injection de polymères hydrophiles [SHE 97] [BÜR 01] [BTY 98]. L'humidité absorbée par le matériau lors du stockage ou de la mise en œuvre forme des bulles de vapeur d'eau dans la masse fondue. Celles-ci sont déformées et poussées vers les parois lors de l'écoulement où elles laissent des traces sous forme de stries argentées allongées (en forme de U ou en éventail), larges et ternes. La surface autour de la



Fig . 21 : Stries d'humidité [KRA 00]

tache est souvent poreuse et rugueuse. Ces taches peuvent aussi être produites par l'humidité présente à la surface du moule. Un taux d'humidité trop important dans les granulés peut provenir d'un mauvais fonctionnement du système de contrôle de la température, d'une condensation sur les parois de l'outillage, d'un étuvage trop court ou de conditions de stockage inappropriées. En conséquence, les remèdes préconisés consistent à contrôler le processus de séchage (temps et température, débit horaire), à vérifier la propreté du filtre du sécheur ou à augmenter la température de l'outillage pour limiter la condensation.

Des **taches noires** ou foncées peuvent apparaître en surface des pièces moulées. Elles sont causées par l'usure de l'outillage, une dégradation thermique du polymère (température et/ou temps de séjour en température trop élevé) ou des impuretés (Fig. 22). Les remèdes préconisés consistent à purger la presse avec un produit approprié, à vérifier la présence d'impuretés dans le polymère et l'usure du système de plastification et des seuils, à réduire la température d'injection et/ou le temps de séjour en température du polymère.



Fig. 22 : Taches noires [KRA 00]

Suite à cet inventaire des défauts d'aspect, on peut conclure que les lignes de soudure forment un défaut majeur se développant dans toute l'épaisseur de la pièce. Elles sont ainsi à l'origine de réductions des propriétés mécaniques qui peuvent être très importantes pour certains matériaux et certaines applications. Elles constituent également un défaut de surface qui peut être gênant du point de vue esthétique et qui contribue également à

l'affaiblissement mécanique de la pièce (site de concentration de contrainte) d'où l'intérêt d'étudier ce défaut.

1.2.5. Conclusion

Les défauts d'injection peuvent apparaître durant tout le processus de mise en oeuvre. Parmi ces défauts les plus couramment rencontrés dans l'industrie, certains ont pour origine un mauvais réglage des paramètres d'injection (pièces moulées incomplètes ou bavures). D'autres sont directement liés à la matière et à son conditionnement (stries). D'autres encore (effet diesel) ont pour origine un problème d'outillage (encrassement ou mauvaise conception). En revanche, certains de ces défauts, d'origine géométrique (retassures ou lignes de soudure), sont plus délicats à corriger et posent donc généralement plus de difficultés pour des produits thermoplastiques au caractère esthétique très marqué. Une série d'audits préliminaires des sites de production des partenaires industriels concernés par le présent projet ont conforté cette analyse en confirmant que les défauts d'origine géométrique (retassures et lignes de soudure, incluant les margues d'écoulement) s'avèrent être les plus préoccupants et les plus pénalisants en terme de qualité esthétique pour les marchés considérés (automobile, vision, cosmétique). En particulier, une part très importante des pièces injectées rebutées est liée aux conséquences des lignes de soudure. Ceci justifie de porter un intérêt particulier à ce type de défaut et à ses mécanismes de génération, notamment dans le cas de polymères transparents (tel que le polycarbonate, utilisé pour la fabrication des verres ophtalmiques).

1.3. Lignes de soudure

L'injection de pièces complexes nécessite, de par leur taille et leur complexité, l'emploi de moules à alimentation multi-seuils et/ou dotés d'inserts. Les écoulements de polymère se voient donc perturbés, et les séparations et recombinaisons des flux de matière contribuent à la formation des lignes de soudure. En général, les moulistes et transformateurs font en sorte que ces zones soudées se situent en des endroits de la pièce non visibles ou non sollicités mécaniquement. Néanmoins, cette pratique n'est pas toujours possible, et la ligne de soudure est en outre souvent révélée par l'application de traitements post-injection. Le problème de la ligne de soudure reste donc entier et les conséquences qu'elles génèrent doivent être connues afin d'une part de pouvoir y remédier et d'autre part de concevoir une pièce de façon optimale.

1.3.1. Définition

Les lignes de soudure correspondent au défaut généré par la rencontre de deux fronts de matière. L'existence de deux fronts peut avoir des origines diverses, les plus courantes étant l'utilisation de moules multi-seuils et/ou muni d'inserts ou de noyaux pour la production de complexes pièces (Fig.23). Les variations d'épaisseur peuvent aussi créer des lignes de soudure en raison de l'avancée inhomogène du front de matière (Fig. 24).



Fig. 23 : Formation d'une ligne de soudure frontale (a) et adjacente (b) [Deb 97]

La littérature fait généralement état de deux cas différents : les lignes de soudure frontales et les lignes de soudure adjacentes ou lignes de recollement (lignes de soudures *froides* et

chaudes dans la littérature anglo-saxonne). Les premières correspondent à la rencontre de flux s'écoulant dans des directions opposées (Fig. 23.a). C'est par exemple le cas lors de l'injection à partir de seuils opposés. Le deuxième type apparaît lorsque des flux s'écoulent parallèlement, par exemple, à la suite du contournement d'un obstacle ou lors de l'utilisation de seuils adjacents (Fig. 23.b). Ces deux types constituent des cas extrêmes plus faciles à cerner du point de vue de la compréhension des phénomènes. Dans la pratique, la situation n'est pas aussi simple et il y a souvent un mélange des deux. La partie initiale d'une ligne de recollement est d'ailleurs souvent proche du cas frontal. Les lignes de soudure constituent des défauts se développant dans toute l'épaisseur de la pièce. Elles sont ainsi à l'origine de réductions des propriétés mécaniques qui peuvent être très importantes pour certains matériaux. Elles constituent également un défaut de surface qui peut



Fig. 24 : Remplissage d'une cavité avec des zones d'épaisseur différentes [Man 97]

être gênant du point de vue esthétique et qui contribue également à l'affaiblissement mécanique de la pièce (site de concentration de contrainte). Ces aspects vont être discutés plus en détail dans les paragraphes suivants.

1.3.2. Lignes de soudure et propriétés mécaniques

La présence de lignes de soudure est en général associée à des réductions de propriétés mécaniques. Néanmoins, de fortes disparités existent entre les polymères en fonction de leur nature et de leurs charges. Debondue [Deb 97] a montré que la présence d'une ligne de soudure dans du polystyrène peut réduire la résistance jusqu'à 45 % en traction et de 60 % en flexion. A l'inverse, le polycarbonate et le polypropylène montrent une sensibilité à la ligne de soudure nettement plus limitée, avec quasiment aucune influence dans le domaine élastique mais seulement sur les propriétés à la rupture et au choc. En présence de charges et en particulier de fibres, le comportement vis-à-vis de la ligne de soudure peut changer sensiblement. Ainsi, le polypropylène renforcé par 30 % de fibres courtes de verre est très sensible à la ligne de soudure avec des réductions de la contrainte au seuil d'écoulement et du module d'élasticité de l'ordre de 45 %. Cela s'explique par le pontage très limité des fibres à travers l'interface ainsi que par une orientation spécifique à proximité de la zone de soudure [Deb 04a].

L'affaiblissement causé par les lignes de soudure peut s'expliquer par une combinaison de trois phénomènes différents. Il y a tout d'abord une soudure de mauvaise qualité entre les deux fronts en raison d'une diffusion moléculaire insuffisante. La ligne de soudure s'accompagne également d'une rainure de surface qui peut être à l'origine de concentrations de contraintes (effet d'entaille). Finalement, la formation de la ligne de soudure s'accompagne d'une microstructure spécifique associée à des propriétés mécaniques différentes notamment en raison de l'orientation des macromolécules (et des charges) parallèle à l'interface générée par l'écoulement fontaine. Cela a notamment été mis en évidence par des mesures de micro-dureté faisant apparaître une réduction sensible de la dureté de part et d'autre de la soudure et sur une distance pouvant atteindre 1 mm dans le cas du PC (Fig. 25) [Gar 99]. Les mesures d'orientation et de cristallinité réalisées par Debondue [Deb 97] ont aussi montré que la ligne de soudure du polypropylène s'accompagne d'un taux de cristallinité plus faible que dans le reste de la pièce ainsi que d'une disparition de l'orientation moléculaire de peau modifiant ainsi les propriétés mécaniques.

La diffusion et l'orientation moléculaire peuvent général être améliorées en par une augmentation de la température de mise en œuvre. Néanmoins, cela ne permet pas toujours de compenser pleinement la perte de propriété en raison du défaut de surface qui est associé à la ligne de soudure et dont l'influence sur les propriétés mécaniques est peu sensible aux conditions de mise en œuvre. Ainsi, Debondue et al. [Deb 04b] ont montré que l'entaille de surface est l'élément contrôlant les pertes de résistance du PS. Même dans le cas du PC peu sensible à la ligne de soudure, le défaut de surface intervient en empêchant la propagation



Fig. 25 : Evolution de la micro-dureté du PS et du PC à proximité de la ligne de soudure (positionnée en z = 0) [Gar 99]

de la striction à toute la longueur de l'échantillon menant ainsi à sa ruine prématurée. Il reste toutefois de taille suffisamment réduite pour ne pas modifier le comportement dans le domaine élastique contrairement à ce qui peut être observé en présence de rainures de taille plus importante.

Bien que les lignes de soudures soient connues et étudiées depuis longtemps, elles n'en demeurent pas moins un problème sérieux pour certains polymères, sans solutions techniques simples pour y faire face, les pertes de propriétés associées devant alors être prises en considération lors de la conception et du dimensionnement de la pièce.

1.3.3. Mécanismes de formation et aspect de surface

Contrairement aux problèmes liés à la réduction des propriétés mécaniques, les défauts d'aspect associés à la ligne de soudure sont assez peu traités dans la littérature. On y trouve toutefois quelques études en relation avec les principales catégories de polymères (amorphes, semi-cristallins, multiphasés, chargés).

Yokoi et al. [Yok 91b] ont mis en évidence la relation entre l'intensité de la ligne de soudure et l'angle de rencontre entre les deux flux de matière (Fig. 26) pour



Fig. 26 : Evolution du front de matière après contournement d'un insert; définition de l'angle de rencontre [Yok 91b]

différents polymères (PS, HIPS, PMMA, ABS). Ainsi, si les flux se rencontrent sous un angle

dépassant une valeur critique fonction du polymère, la ligne de soudure n'est plus visible (angle critique: 118 à 148° pour les différents polymères étudiés). La sévérité du défaut dépend donc des écoulements de matière. Lors d'une soudure adjacente, la ligne de soudure est ainsi moins visible (angle important) que lors d'une soudure frontale (angle nul). Le mécanisme proposé pour la formation des lignes de soudure est lié à la formation d'une surface excédentaire lors du passage du front d'écoulement tridimensionnel à une surface plane correspondant à la surface du moule. Les lignes de soudure sont ainsi le résultat du plissement de cette surface excédentaire. Lorsque l'angle de rencontre diminue, l'aire de la surface supplémentaire augmente tout comme les forces générées par l'écoulement perpendiculairement à la ligne de soudure. Cela se traduit par une apparence différente de la ligne de soudure en fonction de la position. A proximité du premier point de contact (angle faible), la ligne de soudure apparaît sous la forme d'une entaille pointue et étroite (en forme de V). En s'en éloignant, la rainure s'élargit et devient moins profonde (forme de U) en raison de la diminution de la surface excédentaire et des forces latérales. Finalement, la rainure disparaît complètement. Les paramètres de mise en œuvre ne semblent pas avoir d'influence sur l'angle critique. En revanche, ce dernier montre une corrélation avec la pression près de la zone de rencontre des flux, celle-ci favorisant le contact de la couche de peau avec la surface du moule. Cette pression est fonction des propriétés du matériau et, dans une moindre mesure, des conditions de transformation.

Pour certains auteurs [MAL 82] [Mie 98], la rainure de surface est simplement due à un emprisonnement d'air lors de la jonction des deux flux.

Chang et Faison [CHA 99] ont étudié les lignes de soudure frontales sur du PEhd. Ils ont montré que la température d'injection est le paramètre le plus important contrôlant la largeur des lignes de soudure (une faible température réduit la largeur de la ligne de soudure). La température du moule et la pression d'injection jouent un rôle secondaire (température du moule élevée, pression faible) alors que la pression et le temps de maintien ainsi que la contre-pression ne jouent aucun rôle.

Piccarolo et al. [PIC 87] [PIC 88a] et Titomanlio et al. [TIT 89] ont étudié l'apparence des lignes de soudure frontales dans le cas d'un PA 6. Ils ont associé la formation de la ligne de soudure au retrait se produisant lors de la cristallisation et du refroidissement. Ce mécanisme est conforté par la présence des marques d'usinage dans les lignes de soudure. La matière était donc en contact avec le moule juste après l'injection. Ils ont montré que la ligne de soudure peut se traduire en surface soit par une entaille soit par une surépaisseur, cette dernière apparaissant à température du moule élevée. Ces deux tendances sont

associées aux conditions de solidification. Lorsqu'une rainure est présente, une section complète de la pièce s'est solidifiée en premier en amont de la ligne de soudure, réduisant ainsi l'effet de la pression de maintien sur la zone de la ligne de soudure. La contraction associée au refroidissement et à la cristallisation se traduit alors par un manque de matière en surface. Cela explique l'absence d'effet de la pression et du temps de maintien. Lorsque les conditions thermiques permettent le début de la solidification à la ligne de soudure, une surépaisseur apparaît en raison du retrait de la matière de part et d'autre de la première section solidifiée. Le champ de température joue donc un rôle important pour la formation des lignes de soudure pour les polymères semi-cristallins. Une température élevée du moule et de la matière et/ou une diminution de la vitesse d'injection permettent de limiter la taille des lignes de soudure. Il a également été relevé que les traces d'usinage peuvent avoir une influence. Ainsi, lorsqu'elles sont parallèles à la ligne de soudure, cette dernière est nettement moins visible peut-être en raison d'un retrait perturbé par la friction avec le moule [PIC87].

Piccarolo et Saiu [PIC 88b] se sont intéressés au cas du PS. Dans le cas d'un polymère amorphe, le mécanisme de formation proposé est basé sur la qualité du remplissage du moule à la ligne de soudure. L'absence de marques d'usinage à la ligne de soudure indique que celle-ci s'est formée dès la phase d'injection. Le point de contact entre les deux fronts s'est ainsi figé avant d'atteindre parfaitement la surface du moule. La largeur de la ligne de soudure est donc avant tout influencée par les paramètres agissant sur le front d'écoulement. Ainsi, une augmentation de la vitesse d'injection, de la température du moule et, dans une moindre mesure, de la matière permet de réduire la largeur de la ligne de soudure. L'utilisation d'un polymère de viscosité plus faible permet également de réduire le défaut en raison d'un écoulement plus aisé des couches de peau lors de leur placage contre le moule à la rencontre des fronts. La phase de maintien n'a par contre pas d'influence car elle intervient après la formation du défaut. Debondue [Deb 97] parvient aux mêmes conclusions dans le cas du PS choc (Fig. 27). Une optimisation des conditions de mise en œuvre lui a en outre permis de rendre la ligne de soudure quasiment invisible à l'œil nu (largeur passant de 25 μm dans les conditions les plus défavorables à 5 μm).

L'influence bénéfique de la température du moule a également été mise en évidence par Yoo et al. [YOO 02]. Ils ont développé un système permettant de chauffer momentanément la surface du moule jusqu'à 200°C. Cela a permis d'obtenir une sensible amélioration de l'état de surface. La brillance a été augmentée alors que les lignes de soudure ont été quasiment éliminées dans le cas du HIPS et du PMMA.



Fig. 27 : Evolution de la largeur de la ligne de soudure frontale en fonction des paramètres de transformation dans le cas du PS choc [Deb 97]

Les lignes de soudure sur du PP chargé 30 % fibres courtes de verre ont été décrites par Debondue [Deb 97]. Il a montré que, dans le cas d'une ligne de soudure frontale, la soudure se traduit par une surépaisseur de 0.04 à 0.1 mm et de 1 à 2 mm de largeur en fonction des conditions de mise en œuvre. Cela s'explique par une variation du coefficient d'expansion thermique en raison de l'orientation des fibres différente dans la zone de soudure. La température du moule influence fortement la taille des lignes de soudure (une température élevée en réduit la taille). Dans le cas d'une ligne de soudure adjacente, il a été observé une disparition progressive de la ligne de soudure en s'éloignant des seuils d'injection de manière analogue aux observations faites par Yokoi et al. [YOK 91b] pour des polymères non-chargés. Sa largeur est nettement plus faible que dans le cas d'une soudure frontale et aucune variation d'épaisseur n'a été mesurée. Fisa et Rahmani [FIS 91] ont toutefois observé la persistance de la ligne de soudure adjacente après le contournement d'un obstacle par du PP chargé 40 % fibres de verre.

Ces différentes recherches montrent que les phénomènes intervenant dans la formation des lignes de soudure varient en fonction du type de polymère (amorphe, semi-cristallin, renforcé). Globalement, on peut tirer les conclusions suivantes : Une réduction de la taille de la ligne de soudure dans les polymères amorphes nécessite l'utilisation d'une vitesse d'injection et de températures élevées. L'utilisation de matériaux de faible viscosité est également préférable. Les paramètres de mise en œuvre doivent



Fig. 28 : variation de brillance à proximité d'une ligne de soudure [Sal 97]

favoriser le contact entre les fronts de matière de manière à remplir la totalité de la cavité. Dans le cas des polymères semi-cristallins, une température du moule élevée est aussi recommandée. En revanche, une vitesse d'injection faible est préconisée pour réduire la taille des lignes de soudure. L'effet de la température d'injection n'est pas net et dépend des autres paramètres de mise en œuvre et du matériau. Finalement, pour les polymères chargés, une température du moule élevée devrait réduire la taille de la ligne de soudure. Néanmoins, peu d'études ont été réalisées sur ce type de matériaux pour vraiment valider cette conclusion et pour connaître l'influence d'autres paramètres de mise en œuvre.

Les lignes de soudures sont avant tout caractérisées par une rainure de surface marguant le point de contact entre les deux fronts. Néanmoins, dans certains cas, une variation de brillance sur une zone de taille nettement plus importante y est associé (Fig. 28). Salamon et Donald [SAL 97] ont observé des variations de brillance et de couleur à proximité des lignes de soudure et près des angles de grandes pièces en ABS et en PC/polyester injectées au travers de canaux faible diamètre. Ces de zones sont caractérisées brillance par une plus importante dans le cas de l'ABS et sont plus mates que le reste de la pièce pour le



Fig. 29 : Développement de flux secondaires associés à l'échauffement du polymère en surface par cisaillement dans les canaux d'alimentation [Sal 97]

PC/polyester. L'étude de la morphologie du front d'écoulement a montré l'existence de flux secondaires plus rapides sur les bords des écoulements (paroi du moule, ligne de soudure) qui peuvent même être à l'origine de lignes de soudure supplémentaires dont l'apparence diffère du reste de la pièce. Les flux secondaires sont attribués à du polymère plus chaud en surface des canaux d'alimentation en raison du cisaillement important. Lors de l'injection, ce polymère de plus faible viscosité reste concentré sur les côtés des écoulements générant ainsi un flux qui lui est propre (Fig. 29). Une augmentation de la température d'injection et du diamètre des canaux d'alimentation et une diminution de la vitesse d'injection permettent de réduire les défauts.

Il faut encore souligner le cas particulier des lignes de soudure associées au jet libre ou jetting. Cela correspond au cas où l'écoulement fontaine ne se développe pas. Le polymère serpente alors dans la cavité sans en remplir complètement la section. Le repliement du flux initial sur lui-même et le comblement des espaces vides par du polymère plus chaud génèrent ensuite de nombreuses lignes de soudure ainsi que d'autres défauts de surface (Fig. 30). Le jet libre est lié au fait que le polymère n'entre pas directement en contact avec les parois du moule à la sortie de la filière ou glisse le long des parois [JAI 01]. L'apparition ou non de ce phénomène dépend du design du moule (rapport entre épaisseur de la cavité et diamètre du seuil, taux de cisaillement...), des conditions de mise en œuvre et des propriétés du polymère (gonflement en sortie de filière, élasticité du fondu...). Jain et Barry [JAI 01] ont ainsi montré que l'apparition du jet libre est lié à la géométrie du moule ainsi qu'au type de polymère. Ainsi, des polymères tels que le PE, le PP, et le PS posent très peu de problèmes de jet libre. Les polymères modifiés élastomères tels que HIPS, ABS ou ASA y sont par contre nettement plus sensibles en raison de la diminution de l'élasticité du fondu par les particules caoutchouteuses. Le PC et le POM n'ont jamais montré d'effet fontaine à l'entrée du moule dans les expériences réalisées par Jain et Barry. Ils ont également mis en évidence les difficultés pour prédire l'occurrence du jet libre.



Fig. 30 : Remplissage normal (écoulement fontaine) de la cavité (a) et jet libre (b); aspect de surface associé au jet libre (c) [Deb 97, Kra 00]

1.3.4. Conclusion

L'injection des pièces plastiques complexe nécessite le plus souvent l'alimentation de l'outillage en différents points ou est réalisée dans des moules qui intègrent des discontinuités géométriques. Dans les deux cas, le remplissage donne lieu à diverses séparations et recombinaisons de flux de matière qui conduisent à la formation de lignes de soudure. Ce défaut est à la fois volumique et surfacique. Le défaut de surface correspondant est plus ou moins marqué suivant la rhéologie du polymère, mais est caractérisé par une rainure dont la profondeur et l'épaisseur dépendent en outre des paramètres de transformation. Ce défaut peut de plus s'accompagner d'une variation locale de brillance qui peut être préjudiciable pour certaines pièces d'aspect.

Parce qu'il est généré à la jonction de deux flux de matière, sa sévérité est directement liée aux conditions locales d'écoulement au front de matière (vitesse, forme du front, angles de contact entre les deux fronts, température). Une identification précise de ces conditions d'écoulement serait donc d'une aide précieuse pour une meilleure compréhension des mécanismes mis en jeu et l'optimisation des propriétés, y compris de surface, de ces zones particulières des pièces injectées.

1.4. Glissement à la paroi des outillages

Classiquement, la mécanique des fluides fait l'hypothèse qu'il n'y a pas de glissement à la paroi et donc que la vitesse y est nulle (Fig. 31a). Si cette hypothèse est généralement vérifiée pour les fluides simples constitués de petites molécules, il n'en est pas de même pour les polymères fondus. Cette possibilité a été décrite en 1979 par de Gennes et

s'explique notamment par le fait que les interactions d'une macromolécule ont une amplitude nettement plus importante que celle de molécules simples. Les profils de vitesse font alors apparaître un glissement à la paroi avec des vitesses non nulles (Fig. 31b).

Les phénomènes de glissement à la paroi sont importants pour la transformation des matières plastiques, car ils peuvent être à l'origine de défauts d'aspect très pénalisants aussi bien en injection qu'en extrusion. Ils agissent également sur les paramètres des procédés et devraient être pris en considération dans les modèles de simulation numériques afin de donner une image plus fidèle de la réalité.

Le glissement à la paroi tel que présenté Fig. 31 est surtout étudié en relation avec la formation de défauts d'extrusion tels que la peau de requin ou les défauts de type adhésion-



Fig. 31 : Modes et mécanismes de glissement : a) contact collant, sans glissement, b) glissement à la paroi, c) couche lubrifiante à la paroi avec glissement apparent, b1) glissement par désenchevêtrement, b2) glissement par désorption

glissement (*stick-spurt*). Ceux-ci sont associés à des phénomènes complexes faisant notamment intervenir un glissement à la paroi (localisé en sortie de filière pour la peau de requin) associé à la relaxation des molécules [ROB 04, AGA 05, MUN 00]. Le glissement à la paroi est également utilisé pour expliquer la formation de certains défauts d'injection, notamment les marques d'écoulement. Celles-ci se présentent sous forme d'une alternance de bandes mates et brillantes généralement associées à une instabilité du front de matière qui génère des orientations moléculaires différentes. Cette instabilité est attribuée par certains auteurs à des phénomènes d'adhésion-glissement localisés (près des seuils d'injection) ou généralisés [HAN 96, HOB 96, CHA 96].

Pour expliquer l'apparition du glissement à la paroi, deux théories sont avancées. La première se fonde sur la désorption des molécules ancrées à la surface de l'outillage et dépend donc de l'interaction entre la surface et le polymère fondu (Fig. 31b2). La deuxième considère un désenchevêtrement entre les molécules adsorbées et le reste de l'écoulement (bulk). Le glissement se produit alors entre le polymère fondu et la couche adsorbée et non plus à l'interface polymère-outillage comme dans le premier cas (Fig. 31b1). Des modèles unifiés prennent en compte ces deux cas extrêmes, le mécanisme de glissement pouvant évoluer en fonctions des paramètres de l'écoulement, notamment le niveau de contrainte et les matériaux mis en jeu (forces d'adhésion polymère/outillage, force de désenchevêtrement) [JOS 00, YAR 98, HAT 93]. Dans des systèmes tels que les polymères fondus contenant des agents lubrifiants, les solutions de polymères, les gels, les suspensions ou les émulsions, un mécanisme supplémentaire peut intervenir. Une couche lubrifiante de plus faible viscosité peut se former près de la paroi en raison des agents lubrifiants ou de la réduction de concentration et donc de la viscosité dans la suspension (Fig. 31.c). Cela s'accompagne de très forts gradients de vitesse sur une couche très fine ce qui fait apparaître un glissement apparent. Ce dernier s'oppose au glissement vrai mesuré sur les polymères fondus contenant une véritable discontinuité du profil de vitesse près de la paroi [CHA 03]

De nombreux auteurs ont cherché à quantifier ce phénomène qui a été mis en évidence sur des matériaux variés tels que les polyoléfines [HAT 91], [HAT92], [HAT93], [MAC 02], [MUN 00], le polystyrène, le polyisobutylène [KOR 99] ou le caoutchouc [DIM 02]. Pour ce faire, deux principales catégories de méthodes sont utilisées, soit par des mesures indirectes, soit par mesure directe de la vitesse.

L'approche la plus classique, dite de Mooney, utilise des mesures rhéologiques indirectes afin de calculer le glissement à la parois [MAC 02], [HAY 00], [HAT 91], [HAT 92]. Cette méthode consiste à caractériser l'écoulement du polymère à l'aide d'un rhéomètre de manière à obtenir des courbes d'écoulement reportant la contrainte de cisaillement à la paroi en fonction du taux de cisaillement apparent pour différentes dimensions d'écoulement (Fig. 32.a). Deux types d'écoulements peuvent être utilisés, à savoir un écoulement forcé au travers d'une filière (capillaire ou filière plate de section rectangulaire) et un écoulement de type *drag flow* qui consiste à placer la matière entre deux plateaux animés d'un mouvement

relatif l'un par rapport à l'autre. Dans le premier cas, le rapport longueur sur diamètre (ou épaisseur) de l'écoulement doit être maintenu constant pour les différentes filières.

En l'absence de glissement, les courbes ainsi obtenues se superposent étant donné que, pour une température donnée, la relation entre taux et contrainte de cisaillement (ou viscosité) est définie de manière univoque et donc sans dépendance avec la taille et le type de filière. Lorsque le polymère glisse à la paroi, la situation change et les courbes d'écoulement dépendent alors des dimensions de la filière (respectivement, diamètre du



Fig. 32 : Représentation schématique du traitement des mesures de rhéologie menant à la vitesse de glissement à la paroi: a. courbes d'écoulement (L/D constant), b. graphe de Mooney et c. évolution de la vitesse de glissement avec la contrainte de cisaillement

capillaire R, épaisseur de la fente ou distance entre les plateaux H), la proportion du glissement dans l'écoulement total variant avec la taille de la filière. Pour une contrainte donnée, le taux de cisaillement apparent associé est alors décalé vers les valeurs supérieures (réduction de la viscosité apparente) par rapport au cas sans glissement. Le décalage est directement et uniquement relié à la taille de la filière (dernier terme de l'équation 1.1), la vitesse de glissement étant supposée constante pour un niveau de contrainte donné.

L'équation 1.1 relie le taux de cisaillement apparent mesuré ($\dot{\gamma}_a$), le taux de cisaillement apparent corrigé du glissement ($\dot{\gamma}_{a,s}$) et la vitesse de glissement à la paroi (V_s) pour une contrainte fixée. Les deux derniers paramètres peuvent ainsi être déterminés à partir des courbes d'écoulement en reportant le taux de cisaillement apparent en fonction de 1/H, respectivement 1/R, à contrainte de cisaillement constante (Fig. 32b). La pente et l'ordonnée à l'origine permettent alors de calculer la vitesse de glissement et le taux de cisaillement corrigé du glissement. En répétant cette opération pour différentes contraintes de cisaillement, il est alors possible de déterminer la loi de glissement (V_s(τ)) ainsi que la loi de comportement du matériau ($\eta(\dot{\gamma}_a)$).

$$\dot{\gamma}_a(R) = \dot{\gamma}_{a,s} + \frac{4V_s}{R}$$
 Capillaire (Eq. 1.1.a)

$$\dot{\gamma}_a(H) = \dot{\gamma}_{a,s} + \frac{6V_s}{H}$$
 Filière plate (Eq. 1.1.b)

$$\dot{\gamma}_a(H) = \dot{\gamma}_{a,s} + \frac{2V_s}{H}$$
 Plaques parallèles (Eq. 1.1.c)

L'application de la méthode de Mooney se base sur certaines hypothèses dont certaines ne sont pas toujours vérifiées. Ainsi, certains auteurs ont montré que la loi de glissement peut dépendre du rapport L/D [HAT93]. De plus, la comparaison de résultats obtenus en rhéométrie capillaire avec ceux obtenus sur un rhéomètre plan montre une très grande différence, le glissement étant sensiblement plus faible en rhéométrie capillaire [HAT93]. Ces phénomènes ont été expliqués par Hatzikiriakos et Dealy [HAT 92] par une dépendance de la vitesse de glissement non seulement avec la contrainte de cisaillement mais également avec la contrainte normale et donc la pression. Dans un capillaire, le glissement n'est donc pas homogène le long de la filière en raison de la réduction de la pression (augmentation du glissement) contrairement à ce que postule Mooney en ne considérant qu'une dépendance avec la contrainte de cisaillement. Ils ont proposé une modification de la méthode de Mooney prenant en compte cet aspect.

La deuxième approche utilisée pour déterminer la vitesse de glissement se fonde sur des méthodes récentes de mesure directe de cette vitesse. Elle se base généralement sur des méthodes de vélocimétrie laser telles que le PIV, le LDV (cf. § 1.5) ou la vélocimétrie laser en champ proche (*near field laser velocimetry*) [ROB 04], [MUN 00], [LEG 97]. Néanmoins, l'utilisation de ces méthodes reste pour l'heure assez limitée notamment en raison de leur

difficulté d'implémentation ainsi que de la perturbation de l'écoulement par la technique de mesure (utilisation de matériaux différents pour les hublots, adjonction de traceurs dans le fluide).

Mitsoulis et al. [MIT 05] ont, pour leur part, combiné mesures rhéométriques, visualisation directe des écoulements et simulation numérique afin de déterminer de manière indirecte la loi de glissement sur du polypropylène branché. Les paramètres de la loi de friction numérique (de type loi de puissance, équation 1.2) entre polypropylène et quartz ont été déterminés de manière à avoir la meilleure adéquation possible entre courbes d'écoulement simulées et expérimentales, ce qui a également permis d'obtenir une meilleure concordance entre profils de vitesse expérimentaux et simulés. La pertinence des résultats obtenus a aussi été vérifiée en analysant les vortex à l'entrée d'un capillaire de 1.5 mm de diamètre, mis en évidence grâce à une filière transparente permettant l'enregistrement de la traînée de traceurs illuminés par un laser. La taille des vortex est en effet sensible au glissement et il est ainsi apparu que les profils d'écoulement simulés avec du glissement à la paroi sont nettement plus proches des observations directes que ceux obtenus sans glissement (Fig. 33).

De nombreux auteurs rapportent une relation entre contrainte de cisaillement à la paroi et vitesse de glissement suivant une loi de puissance (équation 1.2) avec un exposant semblant fonction de la plage de contraintes et variant dans une large gamme, de 1 (relation linéaire, modèle de de Gennes, faibles contraintes) à 6 [HAT 92, HAY 00, LEG 97, MUN 00, STE 93, CON 05].

$$v_s = a \cdot \tau_w^m$$
 (Eq. 1.2)

avec v_s la vitesse de glissement,

 τ_w la contrainte de cisaillement à la paroi,

et a une constante.

La constante de proportionnalité *a*, appelée également coefficient de glissement, dépend notamment de la température, de la pression et des paramètres moléculaires du polymère [HAT 92], [HAT93].


Fig. 33 : Vortex à l'entrée d'un capillaire : comparaison entre lignes d'écoulement expérimentales (a) et simulation numérique avec (b) et sans (c) glissement à la paroi [Mit 05]

Des modèles plus complexes ont également été élaborés sur la base des phénomènes physiques intervenant lors du glissement. Lau et Schowalter [LAU 86] ont ainsi développé un modèle partant de l'équation cinétique décrivant la réaction de passage des molécules d'un état lié à la surface à un état libre. Ils ont également introduit des paramètres énergétiques décrivant la différence de potentiel entre les états. L'expression ainsi obtenue pour la vitesse de glissement est donnée par l'équation 1.3. La comparaison de cette équation avec des résultats expérimentaux a montré que ce modèle peut les décrire de manière satisfaisante en appliquant une méthode itérative afin de déterminer les meilleurs paramètres de la loi.

$$v_s = c_1 \cdot \tau_w^n \left[1 - c_2 \cdot \tanh\left(\frac{E - c_3 \tau_w}{kT}\right) \right]$$
(Eq. 1.3)

avec v_s la vitesse de glissement,

- c_i des constantes,
- τ_w la contrainte de cisaillement à la paroi,
- E l'énergie d'activation,

k la constante de Boltzmann,

et T la température.

Hatzikiriakos et Dealy [HAT 92] ont modifié ce modèle afin de prendre en compte l'effet de la pression (contrainte normale) et des caractéristiques moléculaires du polymère (masse moléculaire et polydispersité). Leur résultat, donné par l'équation 1.4, a également montré une bonne concordance avec les résultats expérimentaux.

$$v_s = \xi_0 \cdot f_1(T) \left[1 - c_2 \cdot \tanh\left(\frac{E + c_3 \sigma_n / \tau_w}{RT}\right) \right] \cdot \left(\frac{\tau_w}{\tau_{c1} I^{1/4}}\right)^n$$
(Eq. 1.4)

- avec v_s la vitesse de glissement,
 - c_i des constantes,
 - ξ_0 une constante,
 - f₁(T) une fonction intégrant une partie de l'effet de la température (équation de type WLF),
 - τ_w la contrainte de cisaillement à la paroi,
 - τ_{c1} la contrainte critique d'apparition du glissement (fonction de la masse moléculaire),
 - σ_n la contrainte normale,
 - I la polydispersité,
 - E l'énergie d'activation,
 - R la constante des gaz,
- et T la température.

Hatzikiriakos [HAT 93] et Steward [STE 93] ont proposé encore d'autres modèles se fondant sur les paramètres moléculaires et thermodynamiques décrivant le système. Hatzikiriakos est parvenu à l'équation 1.5 dont la comparaison avec des résultats expérimentaux donne une excellente adéquation (Fig. 34).

$$v_{s} = \frac{2\alpha kT}{Nh} e^{-\frac{\Delta G_{0}}{RT}} \sinh\left(\frac{\frac{\alpha \tau_{w} \widetilde{v}}{2\delta} - \frac{fW_{adh} \widetilde{v}}{\delta}}{RT}\right) = \frac{2\alpha kT}{Nh} e^{-\frac{\Delta G_{0}}{RT}} \sinh\left(\frac{E}{RT}(\frac{\tau_{w}}{\tau_{c}} - 1)\right)$$
(Eq. 1.5)

avec v_s la vitesse de glissement

- τ_w la contrainte de cisaillement à la paroi
- τ_c la contrainte critique d'apparition du glissement
- α la projection du rayon de giration dans la direction de l'écoulement
- δ la projection du rayon de giration dans la direction normale à l'écoulement
- N le nombre d'enchevêtrements
- ΔG_0 l'énergie d'activation
- E l'énergie minimal que la contrainte de cisaillement à la paroi doit surmonter pour provoquer le glissement
- Wadh le travail d'adhésion
- \widetilde{v} le volume molaire
- k la constante de Boltzmann
- h la constante de Planck
- et T la température

Ces modèles avancés expliquent la variation de l'exposant avec la plage de contrainte lorsque l'on se fonde sur une loi de puissance (éq. 1.2). Ils introduisent également une relation entre le glissement et l'interaction entre le polymère et la surface de l'outillage. Hatzikiriakos [HAT 93] a ainsi mis en évidence l'influence du type de surface sur le glissement du PE, l'utilisation de surfaces revêtues de différents fluoropolymères faisant apparaître le glissement à des contraintes de cisaillement sensiblement plus faibles que la surface vierge (Fig. 34). Koran et Dealy [KOR 99] ont fait les mêmes observations dans le



Fig. 34 : Evolution du glissement du LLDPE en fonction de la surface de l'outillage; trait continu : modèle de Hatzikiriakos avec seuil de glissement (σ_c) (équation 1.5) [Hat 93]
cas d'écoulement d'élastomères (polyisobutylène), la contrainte critique d'apparition du glissement pouvant être réduite d'un ordre de grandeur avec un revêtement en fluoropolymère. L'utilisation d'une surface en verre augmente également le glissement.



Fig. 35 : Courbes de viscosité lors de l'introduction de différentes concentrations d'un copolymère de fluorure de vinylidène et d'hexafluoropropylène dans du LLDPE (190°C) (a) et évolution de la viscosité en fonction de la concentration à 100 s⁻¹ (b) [DeS 87]

L'utilisation de fluoropolymères comme additif dans les polymères peut aussi augmenter le glissement apparent grâce à leur effet lubrifiant. Chan et al. [CHA 92] et De Smedt et Nam [DES 87] ont ainsi montré que l'adjonction de polymères fluorés réduit sensiblement la viscosité apparente (Fig. 35) et donc laisse supposer un glissement plus important grâce à la lubrification ou à la formation d'un dépôt en surface de la filière qui modifie les conditions d'adhésion. L'utilisation de tels additifs lors de l'extrusion de polyéthylène a permis d'éliminer les défauts d'extrusion.

Les caractéristiques moléculaires du polymère ont également une influence sur le glissement. Hatzikiriakos et Dealy [HAT 92], [HAT93] ont ainsi montré, grâce à des mesures effectuées sur du polyéthylène, que plus la masse moléculaire (M_w) est élevée, plus le glissement est important et plus la contrainte critique est faible (Fig. 36a). La contrainte critique est apparue comme étant proportionnelle à $M_w^{-1/2}$. La polydispersité influence également le glissement, une faible polydispersité étant associée à un glissement plus important montrant ainsi que les polymères monodispersés ont plus tendance à glisser. Une normalisation de la contrainte de cisaillement par la contrainte critique (et donc par la masse moléculaire) et par la polydispersité à la puissance $\frac{1}{4}$ (cf. équation 1.4) a permis d'obtenir une courbe maîtresse du glissement (Fig. 36.b).



Fig. 36 : glissement en fonction de la contrainte de cisaillement (a) et courbe maîtresse (b) pour des PEhd de masse moléculaire différente (M_w = 177800 (A), 153400 (B), 129100 (C), 104700 (D), 80300 (E), 56000 (F)) [Hat 92]

Le type de métal utilisé pour la filière ainsi que son état de surface peuvent également modifier le glissement. Ghanta et al. [GHA 99] ont ainsi montré qu'une filière en laiton pouvait réduire les instabilités d'écoulement par rapport à une filière en acier inoxydable alors que Ramamurthy [RAM 86] a fait apparaître une variation significative de la contrainte d'apparition de la peau de requin sur du LLDPE en fonction du type de matériau utilisé pour la filière (aluminium, bronze, cuivre, acier, laiton...). Une augmentation de la rugosité de la surface réduit le glissement [CHA 03].

Il est à relever que le glissement peut exister même pour des contraintes de cisaillement très faibles (0.02 MPa [HAT 93]; 0.001 MPa [HAY 00, KOR 99]), les vitesses de glissement étant alors généralement également faibles (1-100 μ m/s). Hay et al. [HAY 00] n'ont pas relevé de seuil d'écoulement mais il apparaît toutefois que le glissement augmente de manière beaucoup plus significative à partir d'une contrainte critique.

1.5. Visualisation des écoulements en plasturgie

L'analyse de la littérature a montré que certains défauts de surface des pièces injectées, dont les lignes de soudure, sont créés durant la phase de remplissage. Les quelques résultats publiés quant au défaut généré sur les pièces finies montrent que leur génération est en partie au moins liée aux caractéristiques locales de l'écoulement (températures, vitesses, forme des fronts de matière) lors de la rencontre des deux flux. Aussi, l'observation ainsi que la mesure des champs de vitesse à l'intérieur de l'écoulement autour de la zone de jonction serait de nature à permettre une compréhension plus complète de leurs mécanismes de génération et de propagation. Or ce problème métrologique est récurrent depuis le début de l'implication de la communauté scientifique dans le domaine de la plasturgie et n'a pas jusqu'ici, compte tenu des contraintes particulières liées au procédé (écoulements confinés, faibles épaisseurs, températures et pressions élevées, temps de cycle courts), aux caractéristiques physiques et rhéologiques spécifiques des matériaux utilisés et à la nécessité de ne pas perturber le fluide en mouvement, trouvé de réponse entièrement satisfaisante. Néanmoins diverses techniques expérimentales (qualitatives ou quantitatives, plus ou moins complexes et plus ou moins riches d'informations) ont été mises en oeuvre et seront présentées succinctement.

La description des écoulements de fluides sur la base de l'observation directe des phénomènes a déjà été entreprise depuis plusieurs centaines d'années avec notamment les travaux de Léonard de Vinci. Néanmoins, il a fallu attendre le début du XX^{ème} siècle pour que l'observation passive de la nature soit remplacée par une approche scientifique rigoureuse visant à utiliser des méthodes de visualisation spécifiques afin de caractériser les écoulements. L'un des pionniers en la matière et grand spécialiste de la mécanique des fluides est le physicien allemand Ludwig Prandtl dont les expériences ont permis de mieux comprendre les phénomènes de base intervenant dans les écoulements stationnaires et non-stationnaires. L'une de ses approches a notamment consisté à utiliser des particules de mica déposées à la surface du fluide (eau) servant ainsi de traceur permettant de suivre qualitativement l'écoulement [RAF 98]. Il a ainsi jeté les bases des principales méthodes actuelles se fondant sur l'imagerie de particules.

La visualisation directe et la caractérisation des écoulements de fluides sont aujourd'hui très largement répandues pour des applications telles que l'aérodynamique (aéronautique, automobile...) ou l'hydrodynamique. Toutefois, l'utilisation de méthodes analogues pour l'étude de la transformation des matières plastiques est beaucoup plus limitée en raison de leur difficulté d'implémentation notamment liée aux conditions très spécifiques dans lesquelles les écoulements ont lieu et aux difficultés expérimentales inhérentes aux méthodes. En effet, la mise en oeuvre des matières plastiques se fait généralement dans des milieux très confinés en raison des fortes pressions mises en jeu, et à des températures élevées. Il devient alors difficile de concevoir des équipements expérimentaux, généralement partiellement transparents, permettant d'effectuer des mesures dans des conditions proches de celles rencontrées dans l'industrie. Néanmoins, quelques résultats visant à mieux comprendre les mécanismes d'écoulement des polymères fondus dans un moule d'injection ou dans une filière d'extrusion ont été publiés dans la littérature scientifique.

L'approche la plus simple consiste à insérer un élément transparent dans le moule d'injection de manière à avoir un accès optique direct à l'écoulement. L'observation de cet écoulement permet ainsi d'obtenir une information avant tout qualitative. Cette approche a été utilisée par Yokoi et al. pour étudier une large palette de phénomènes incluant notamment le jet libre [Yok 88], la formation et la disparition des lignes de soudure [YOK 91b] ainsi que la formation de marques d'écoulement [YOK 94a], [YOK 94b] et la réplication de microstructures [YOK 05]. Dowling et al. [DOW 97] ainsi que Nabialek [NAB 05] ont utilisé une approche similaire pour comparer le remplissage du moule aux résultats issus de simulations numériques (Fig. 37), ce qui a notamment permis de montrer que les résultats des simulations numériques peuvent décrire correctement la réalité ou, au contraire, en être assez éloignés en fonction des cas (jet libre).



Fig. 37 : comparaison entre le remplissage du moule observé directement grâce à un moule transparent et simulé numériquement [Nab 05]

L'observation directe des écoulements s'avère aussi très utile pour l'étude des phénomènes apparaissant dans les procédés utilisant plusieurs fluides tels que l'injection bi-matières [YAN 06] ou l'injection assistée eau ou gaz [WU 06] (Fig. 38). Une approche similaire a également



Fig. 38 : observation directe du remplissage lors de l'injection assistée eau (a) et gaz (b) dans un moule avec un changement d'épaisseur (matière : PP) [Wu 06]

été utilisée pour étudier la plastification et le mélange dans la vis et la tête d'extrusion grâce à des hublots transparents positionnés le long du fourreau [YOK 06], [LAM 05]. L'utilisation de hublots transparents a aussi été utilisée afin d'étudier l'évolution des contraintes au sein de l'écoulement grâce à l'utilisation de filtres polarisants (Fig. 39).



Fig. 39 : Effet de la courbure de la sortie de la filière sur le champ de contraintes (biréfringence) au sein de l'écoulement [Aga 05]

Cette méthode de visualisation directe est importante pour la compréhension de certains phénomènes. Elle fournit toutefois une information avant tout qualitative (avancement du front de matière, biréfringence) sur le développement de l'écoulement et souffre de l'absence d'informations quantitatives permettant de décrire plus précisément les flux de matière.

C'est la raison pour laquelle des méthodes utilisées dans d'autres secteurs (aérodynamique...) ont été adaptées aux écoulements de polymères fondus afin d'obtenir des informations plus complètes concernant notamment les champs de vitesse ainsi que les lignes de courant. Ces méthodes se fondent essentiellement sur des systèmes laser d'imagerie de particules. Ainsi, Martyn et al. [MAR 02, MAR 05] ont utilisé une combinaison de *particle streak imaging (PSV)* et de *particle tracking velocimetry (PTV)* afin de mettre en évidence les lignes de courant et les profils de vitesse lors de la recombinaison de deux écoulements dans une filière. Yokoi et al. [YOK 92] se sont basés sur une méthode PTV pour étudier le remplissage d'un moule d'injection (Fig. 40). Mitsoulis et al. [MIT 05] ont utilisé une méthode similaire afin de déterminer les profils de vitesse dans un capillaire et les lignes d'écoulement dans les vortex à l'entrée de la filière lors de l'extrusion de polypropylène. L'objectif était l'étude du glissement à la paroi et de son influence sur les caractéristiques de l'écoulement, et l'intégration de ce phénomène dans la simulation numérique et comparaison avec les mesures optiques directes.



Fig. 40 : Observation directe du remplissage du moule (i), évolution du front de matière (ii) et champ de vitesse associé (iii) [Yok 92]

Les systèmes utilisés consistent à introduire une faible quantité de traceurs dans l'écoulement, à les éclairer à l'aide d'un faisceau laser et à enregistrer leur déplacement (PTV) ou leur traînée (PSV) grâce à une caméra placée orthogonalement au laser, la combinaison du déplacement et du temps permettant de déterminer localement la vitesse de l'écoulement. Ces systèmes se fondent sur une faible densité de traceurs afin d'en suivre le déplacement individuel. Cela peut toutefois mener à des sous-échantillonnages locaux, limitant la précision des mesures.

Afin de pallier cet inconvénient, la vélocimétrie par imagerie de particules, plus connue sous son acronyme anglais PIV (*Particle Image Velocimetry*), a été développée. Elle utilise une densité plus importante de traceurs et se fonde non plus sur le mouvement individuel des particules, mais sur une analyse globale des images grâce à des algorithmes de calcul déterminant les corrélations entre les images associées au mouvement des particules (voir principes § 1.6). Ce type de méthode a notamment été utilisée par Yamabe et al. [YAM 06] afin d'étudier la formation de la gaine solide lors de l'injection du polystyrène (Fig. 41). Nigen et al. [NIG 03] l'ont utilisée pour analyser les mécanismes de formation d'instabilités en

amont d'une réduction rapide et importante de section de l'écoulement (extrusion d'un capillaire, Fig. 42). Les mesures ont été réalisées sur un polymère modèle (polydiméthylsiloxane), liquide à température ambiante, facilitant ainsi la conception du système de mesure (utilisation de parois en polyméthacrylate de méthyle, PMMA). Wang et al. [WAN 05] ont utilisé la même méthode de mesure pour étudier la formation de turbulences dans le cas d'un écoulement de type Taylor-Couette, le fluide étant un mélange d'eau, de glycérol, d'iodure et de thiosulfate de sodium. Oliviera et al. [OLI 06] ont appliqué le PIV à la micro-fluidique afin d'étudier les flux extensionnels lors de micro-contractions de forme hyperbolique et de les comparer à la simulation. Les mesures ont été réalisées sur de l'eau et des solutions diluées d'oxyde de polyéthylène (PEO).



Fig. 41 : instabilité de l'écoulement en amont d'un capillaire mesurée par PIV (b-c) et extrudât associé (a) [Nig 03]

La méthode PIV a l'avantage de donner une vision globale du champ de vitesse en une seule mesure, ce qui lui confère un potentiel important pour la caractérisation d'écoulements de polymères lors de leur mise en œuvre. Toutefois, la littérature est plutôt circonspecte concernant l'application de cette méthode aux cas d'écoulements de polymères fondus en général, et à la mise en œuvre des matières plastiques dans des conditions réelles de transformation en particulier. Cela révèle tout l'enjeu de la présente étude.



Fig. 42 : Evolution du profil de vitesse mesuré par PIV lors de la formation de la gaine solide dans du PS l'Yam 061

La vélocimétrie laser à effet Doppler (*LDV – Laser Doppler Velocimetry*) a également été utilisée pour caractériser les écoulements de polymères. La méthode consiste à focaliser deux faisceaux laser cohérents sur un même volume. La traversée de ce volume par les particules ajoutées à la matière se traduit par une fluctuation de l'intensité de la lumière diffusée qui est fonction de la vitesse de la particule (Effet Doppler). Cette méthode a notamment été utilisée par plusieurs auteurs [AGA 05], [MUN 00], (ROB 04] (Fig. 43) pour étudier les instabilités d'écoulement apparaissant en extrusion (peaux de requin, défauts hélicoïdaux ou chaotiques). Des mesures dans la filière ainsi qu'après sa sortie ont été réalisées de manière à étudier le glissement à la paroi aussi bien que le gonflement en sortie de filière. Mitsoulis et al. [MIT 03] se sont intéressés à la formation de vortex lors d'une réduction brutale de la section d'écoulement. Ce système est très performant pour une analyse de détail des phénomènes (résolutions spatiale et temporelle élevées) mais prend du temps pour obtenir un champ de vitesse global en raison du principe de mesure point à



Fig. 43 : Profils d'écoulement de PEhd obtenus par vélocimétrie laser à effet Doppler [Mun 99, Rob 04]

point et donc de la nécessité de balayer tout le volume d'étude. Il est donc peu adapté à des écoulements non développés tels que ceux liés à l'injection de polymères thermoplastiques. Afin de palier cet inconvénient, des systèmes se fondant sur les mêmes principes physiques et permettant d'effectuer des mesures globales ont été développés (*DGV – Doppler Global Velocimetry*). Ils restent toutefois pour l'heure difficiles à implémenter et sont surtout utilisés pour l'études d'écoulements gazeux de haute vitesse en raison de leur résolution limitée (de l'ordre de 1 m/s dans le meilleur cas).

Les méthodes présentées ci-dessus sont adaptées à la caractérisation globale ou locale des écoulements. Toutefois, leur résolution, déterminée par la taille des traceurs, peut s'avérer insuffisante lorsqu'il s'agit d'étudier des phénomènes très localisés, par exemple près des parois, nécessitant ainsi la mise au point de nouvelles méthodes ayant des résolutions nettement supérieures. Léger et al. [LEG 97], [HER 03] ont ainsi utilisé la vélocimétrie laser en champ proche (*Near Field Velocimetry*) afin de caractériser le glissement à la paroi à 30-100 nm de celle-ci, ce qui permet d'étudier les mécanismes du glissement au niveau moléculaire. Cette méthode se fonde sur l'analyse des ondes évanescentes associées à l'utilisation de sondes moléculaires fluorescentes liées chimiquement au polymère.

La mise en place de méthodes de visualisation directes, telles que celles présentées cidessus, pose un certain nombre de conditions. La première, et certainement la plus contraignante, est de développer des outillages de transformation au moins partiellement transparents contenant un ou deux hublots étant donné qu'il s'agit de méthodes optiques travaillant dans le spectre visible. Cela est particulièrement difficile à mettre en œuvre étant donné le choix limité de matériaux. Les groupes s'étant intéressés à des polymères modèles ont pu utiliser des hublots organiques de type acryliques (PMMA) [Nig 03]. Il en est de même pour Yamabe et al. [YAM 06], et ce, malgré l'utilisation de polystyrène dans des conditions normales de transformation. Néanmoins, dans la plupart des cas, des matériaux ayant une meilleure résistance à la température et à la pression ont été utilisés. Ceux-ci se limitent essentiellement au verre et au quartz ainsi qu'à des systèmes hybrides alternant des éléments organiques (polycarbonate) et minéraux (quartz et/ou verre). L'utilisation de ce type de matériaux pose des difficultés pratiques liés à leur fragilité et leurs propriétés très éloignées de celles de l'acier utilisé pour la construction du reste du moule, ce qui demande un soin et un savoir-faire particulier dans la conception et la construction des outillages.

De manière analogue à l'outillage, le polymère utilisé doit être transparent pour l'utilisation des méthode quantitatives (PIV, LDV). Toutefois, la transparence des polymères fondus rend cette exigence peu contraignante et des matériaux non-colorés et non-chargés (exceptés

traceurs) aussi bien amorphes (PS) que semi-cristallins (PP, PE) ont ainsi pu être étudiés. Les observations directes sans mesures quantitatives peuvent également être réalisées sur des matériaux opaques ou colorés, le contraste avec le moule étant généralement amélioré.

1.6. Principes de la vélocimétrie par imagerie de particules (PIV)

Le principe de base de la vélocimétrie par imagerie de particule consiste à déterminer le champ de vitesse à partir du mouvement de particules suivant le fluide. Pour ce faire, des traceurs doivent être présents naturellement ou, plus généralement, introduits volontairement dans le fluide. Ceux-ci sont ensuite éclairés et rendus visibles à l'aide d'un plan laser pulsé de haute énergie (Fig. 44), l'intervalle entre les impulsions donnant la composante temporelle de la vitesse. Cet intervalle est déterminé en fonction des conditions expérimentales et d'analyse (voir ci-dessous). Une caméra positionnée perpendiculairement au plan laser enregistre des paires d'images synchronisées à l'émission du laser. Le déplacement des particules d'une image à l'autre donne alors la composante spatiale de la vitesse, ce qui permet de reconstruire les champs de vitesses. Une analyse discrète des traceurs a toutefois été remplacée dans les systèmes avancés (PIV par opposition à PTV) par une analyse numérique plus globale des images. En effet, les particules individuelles ne sont plus et ne peuvent plus être directement suivies en raison de leur concentration trop élevée. Le système calcule les champs de vitesse à partir d'algorithmes déterminant les corrélations entre images successives générées par le mouvement des particules. L'analyse se fait en subdivisant l'image en zones d'interrogation dont les dimensions doivent être ajustées en fonction des conditions expérimentales. L'hypothèse est faite que, entre deux images successives, les particules contenues dans une zone d'interrogation se sont déplacées de manière homogène.

Les principaux aspects à prendre en considération lors de l'implémentation de la méthode PIV sont les suivants :

- La durée des impulsions laser doit être suffisamment courte pour obtenir une image "figée", nette et sans traînée. Elle est fixée par l'équipement de mesure utilisé et est généralement de quelques nanosecondes.
- Le choix des traceurs doit être fait de façon à ce que ceux-ci suivent raisonnablement l'écoulement de manière à en donner une image représentative; ils doivent également réfléchir suffisamment la lumière pour pouvoir être détectés par le capteur



Fig. 44 : Représentation schématique du principe de la mesure PIV (source : Dantec Dynamics, www.dantecdynamics.com)

de la caméra. Ils sont choisis en fonction des propriétés physiques (densité, viscosité) et de la nature (gaz, liquide) du fluide à étudier. On peut notamment citer l'utilisation de particules d'aluminium ou de cuivre, de billes de verre, d'huiles, de fumées ou de bulles d'oxygène de quelques microns à quelques centaines de microns de diamètres [RAF 98], [YAM 06].

- La taille des zones d'interrogation doit être choisie de manière à ce que le déplacement des particules et donc la vitesse puisse y être considérée comme homogène. Les gradients de vitesse ne doivent pas influencer le résultat de la mesure. Chaque zone d'interrogation génère un vecteur du champ de vitesse.
- Le temps entre impulsions doit être suffisamment long pour pouvoir déterminer le mouvement des particules avec suffisamment de précision (bruit limité), sans toutefois que les particules ne quittent la zone d'interrogation ou sa proximité immédiate et le plan de mesure pour les particules ayant une composante hors plan.

Il doit donc être choisi en fonction de la vitesse de l'écoulement, de la taille des zones d'interrogation et du grossissement de l'objectif. Idéalement, ce temps devrait être tel que le mouvement des particules soit de l'ordre de 25 à 50 % de la taille des zones d'interrogation.

Les principes de mesure et d'analyse de la méthode PIV rendent possible la détermination de l'ensemble du champ de vitesse associé à la zone d'observation pour chaque paire d'images. Cela permet d'avoir une vision d'ensemble des phénomènes apparaissant au sein de l'écoulement avec une résolution spatiale importante, ce qui est particulièrement intéressant pour l'analyse des écoulements non-développés ou turbulents. Cette caractéristique est d'ailleurs le propre de la méthode PIV, quasiment toutes les autres méthodes de mesure de la vitesse se faisant sur la base de mesures point à point à l'exception de quelques méthodes avancées telles que la vélocimétrie Doppler globale (*Doppler Global Velocimetry – DGV*). La résolution temporelle du PIV demeure toutefois en général assez faible.

Le PIV est intrinsèquement une méthode de mesure bidimensionnelle en raison de la définition de la zone de mesure par le plan laser. Toutefois, des méthodes particulières ont été développées afin d'extraire la troisième composante de la vitesse. Il s'agit de techniques telles que la stéréoscopie, l'holographie ou les méthodes bi-plans utilisant notamment plusieurs caméras ou plusieurs plans de mesures.

1.7. Conclusion et programme de recherche

Parmi tous les défauts d'injection recensés dans la littérature, les défauts d'origine géométrique et plus particulièrement ceux liés aux conséquences des lignes de soudure sont parmi les plus pénalisants en terme de qualité esthétique, notamment dans le cas des polymères transparents tels que le polycarbonate. Or, si la littérature scientifique traite largement de l'effet de ce défaut sur les propriétés mécaniques des pièces injectées, son incidence en terme de qualité esthétique est peu traitée, notamment dans le cas du polymère précité. De même, ses mécanismes de génération et de propagation durant la phase de remplissage restent encore à préciser. Ces différents points justifient la problématique générale de l'étude engagée sur l'identification des mécanismes de génération et de propagation dus lignes de soudure de pièces injectées en polycarbonate.

Ce défaut étant généré lors de la phase de remplissage lors de la jonction de deux fronts de matière, il est important de mettre en place des moyens métrologiques permettant d'accéder, durant cette phase très courte du cycle de transformation à la distribution des vitesses dans l'écoulement. Pour cela, la technique identifiée comme la plus prometteuse est la vélocimétrie par imagerie de particules (PIV).

Cette méthode, largement utilisée dans le cas de fluides peu visqueux n'a qu'exceptionnellement été mise en oeuvre pour l'analyse d'écoulement de polymère. Compte tenu de la complexité de la méthode, de son originalité dans le domaine de la plasturgie et des contraintes imposées par le procédé, les paramètres de mesures doivent être évalués et calibrés avec soin avant mise en oeuvre au cas de l'étude.

Aussi, dans un premier temps, les paramètres de réglage de la mesure seront ajustés et optimisés sur un procédé continu (extrusion), afin de s'affranchir des problèmes d'instationnarité. Dans un deuxième temps, la faisabilité de la transposition au procédé d'injection sera évaluée.

Chapitre 2

Matériaux et moyens expérimentaux

2.1. Matériaux

L'application de la méthode de caractérisation PIV ne peut en pratique être utilisée que pour l'analyse des écoulement de fluides transparents, de façon à ce que le faisceau laser puisse atteindre les traceurs et que sa réflexion soit captée par la caméra d'enregistrement. Eu égard aux matériaux utilisés par les partenaires industriels du projet, le choix s'est porté sur du polycarbonate (PC), matériau transparent par excellence et donc adéquat pour la présente application. Grâce à sa température de déformation sous charge élevée, son excellente résistance au fluage, sa stabilité dimensionnelle, sa tenue aux ultraviolets et sa grande souplesse de mise en œuvre, c'est un thermoplastique technique qui offre de grandes possibilités d'emploi. La référence utilisée est le Lexan[®] RL7220 commercialisé par GE Plastics. Il s'agit d'un grade d'injection particulièrement adapté aux applications ophtalmiques en raison de sa résistance au choc, aux ultraviolets et à la rayure élevée. Les courbes de viscosité de ce matériau pour différentes températures sont données Fig. 45. On notera que, quelle que soit la température considérée, dans la gamme des températures adaptées à la mise en oeuvre par injection ou par extrusion, le comportement de ce polymère à l'état fondu reste newtonien jusqu'à des gradients de vitesse compris entre 100 et 1000 s⁻¹. Compte tenu de l'application principale de ce polymère (injection de pièces à usage ophtalmique), il est important, industriellement, de limiter les contraintes internes générées lors de la mise en oeuvre. Aussi, l'injection est généralement réalisée en fortes épaisseurs avec des gradients de vitesse limités. Le comportement en écoulement de ce polymères est alors proche d'un comportement newtonien.



Bien que ce grade ne soit pas, à cause de sa trop grande fluidité, adapté à l'extrusion et ne permette pas d'obtenir un profilé en sortie de filière, il a néanmoins été utilisé dans la phase initiale de l'étude concernant l'extrusion de manière à utiliser directement la matière qui sera étudiée par la suite lors du transfert de la méthode à l'injection thermoplastique. Cet aspect ne pose pas de difficultés majeures puisque les mesures sont effectuées à l'intérieur de la filière où les écoulements se développent normalement, même avec un grade d'injection. Des mesures en sortie de filière ne seraient en revanche pas envisageables avec ce grade. Les conditions de transformation n'étant pas spécifiées par le fournisseur, elles ont été choisies en fonction de celles d'un grade d'extrusion (Lexan[®] 154). Avant transformation, les granulés sont séchés sous vide à 120°C pendant au moins 6 heures.

A titre de comparaison, un autre polymère a été ponctuellement utilisé. Il s'agit d'un polystyrène commercialisé par BP Chemicals sous la référence HH999, qui ne présente pas de glissement à la paroi pour de faibles gradients de vitesse.

La méthode de mesure nécessite également l'ensemencement du polymère par des traceurs de façon à rendre l'écoulement visible par PIV. Trois types de particules ont été retenues en raison de leur efficacité potentielle. Il s'agit tout d'abord de microbilles de verre creuses préconisées par le fournisseur de l'équipement de visualisation (Dantec Dynamics, réf. HGS-10). Ont ensuite été testés du talc (fourni par Luzenac) et finalement de la poudre d'aluminium (fourni par ECKA Granules - Poudmet) supposée adéquate en raison de son fort

pouvoir réfléchissant. Les densités et diamètres moyens de ces particules sont précisés Tab.

1. Ces traceurs sont mélangés à sec avec le polymères avant séchage.

Propriété	Billes de verre creuses	Talc	Poudre d'aluminium
Densité (g/cm ³)	1,1	2,78	2,6
Diamètre moyen (mm)	0,001	0,002	0,0015

Tab.1 : Caractéristiques physiques principales des traceurs utilisés

2.2. Moyens de transformation

2.1.1. Extrusion

Les essais en extrusion ont été réalisés sur une extrudeuse Kaufman équipée d'une vis de 40 mm de diamètre avec un rapport longueur sur diamètre (L/D) de 22. Une filière spécifique a été développée pour la présente application. Il s'agit d'une filière plate de section rectangulaire de 60 mm de largeur et de hauteur variable (6 ou 12 mm). Cet outillage est muni de deux hublots de quartz donnant accès à deux sections perpendiculaires de l'écoulement (Fig. 47) de manière à satisfaire aux principes de la méthode de mesure PIV. Les dimensions des hublots fournissent une zone d'étude maximale de 80 mm dans la direction principale de l'écoulement. La totalité de l'épaisseur est accessible alors que seule une bande de 14 mm l'est sur la largeur, soit nettement moins que la largeur totale de la filière (60 mm). Un élément en acier de géométrie similaire aux hublots a été inséré sur la face inférieure de la filière afin de supporter un obstacle. Celui-ci permet d'introduire une discontinuité géométrique dans l'écoulement. L'obstacle utilisé fait 4 mm de hauteur, 14 mm de largeur et 8 mm de longueur. Sa hauteur est importante par rapport à celle de la filière (2/3), par contre sa largeur est plus limitée (1/4) et ne couvre pas la totalité de la largeur de la filière générant ainsi un flux tridimensionnel complexe. Enfin, cet outillage est équipé d'un capteur de pression de façon à mesurer la pression à l'entrée de la zone d'observation et calculer ainsi la contrainte à la paroi apparente.



Fig. 47 : Filière d'extrusion : a. vue d'ensemble b. vue en coupe c. photo

Le laser et la caméra du dispositif PIV sont disposés de façon à pouvoir étudier le plan se situant au centre de la filière sur toute l'épaisseur de l'écoulement (Fig. 48). Les positions d'éclairage et de visualisation peuvent être inversées de manière à pouvoir étudier l'écoulement selon différents plans horizontaux ne couvrant pas la totalité de la largeur de la filière.



Fig. 48: Dispositif de mesure PIV en extrusion

Pour l'extrusion du polycarbonate, une température homogène entre les différentes zones (fourreau et filière) située entre 250 et 300°C a été utilisée. La température la plus élevée permet d'atteindre les limites de l'extrudeuse en terme de débit et donc de vitesse d'écoulement, avec un débit maximal de 30 kg/h soit une vitesse moyenne d'écoulement maximale de 20 mm/s avec un profilé de 6 mm d'épaisseur. La vitesse de cisaillement apparente maximale à la paroi de la filière atteinte dans ces conditions est de 20 s⁻¹. Le comportement du polymère pour cette gamme de vitesses de cisaillement demeure newtonien selon les mesures de rhéologie présentées Fig. 45.

Pour l'extrusion du polystyrène, les températures des différentes zones sont identiques, comprises entre 210 et 230 °C (de la trémie vers la filière). Les débits considérés sont identiques à ceux utilisés précédemment.

Pour les deux polymères, une mesure de la température du matériau en sortie de filière a été réalisée en insérant un thermocouple dans le flux de matière à la sortie de la filière..

De façon à assurer la protection des opérateurs contre toute exposition directe au faisceau laser et à réduire l'éclairage de l'environnement de mesure, l'ensemble de l'équipement

d'extrusion (machine, outillage, laser et dispositif de mesure) est confiné dans une enceinte opaque.

2.1.2. Injection

Tous les essais d'injection ont été réalisés avec le polycarbonate.

Les essais visant à caractériser la sévérité des lignes de soudure en fonction des conditions de transformation ont été réalisés sur une presse Dk Codim[®] (Dk 600/200 VPJ) à unité de fermeture verticale et injection dans le plan de joint, de 2000 kN de force de fermeture, équipée d'une vis de 42 mm. Les pièces fabriquées sont des plaques rectangulaires de 155 x 100 mm², d'épaisseur 2 ou 6 mm injectées en deux points opposés permettant ainsi de générer des lignes de soudure frontales (Fig. 49). Les conditions de transformation utilisées sont variables de façon à analyser, sur la base d'un plan d'expérience, leur influence sur la sévérité du défaut de surface généré. Leur plage de variation sera définie au chapitre 4.



Ligne de soudure frontale

Fig. 49: Schéma de l'outillage utilisé pour la caractérisation des lignes de soudure

Pour l'étude concernant les mesures de visualisation PIV, les injections sont réalisées sur une presse Krauss-Maffei[®] (KM350-1900C2) de 3500 kN de force de fermeture, équipée d'une vis de 70 mm.

De manière analogue à l'extrusion, un moule spécifique à l'application PIV a été développé (Fig. 50-51). Celui-ci contient deux hublots de quartz donnant deux accès perpendiculaires à l'écoulement de manière à satisfaire aux exigences de la méthode de mesure (Fig. 50a). Ces

hublots ont été dimensionnés de manière à couvrir la totalité de l'épaisseur de la plaque ainsi qu'une bande de 20 mm sur la largeur de la pièce. Un cadre métallique de 13 mm de largeur



Fig. 50 : Vue schématique (vue de côté) du moule d'injection (a) et principe de fixation du hublot principal sur la partie mobile (b)

maintient le hublot principal et assure l'étanchéité par l'intermédiaire d'angles inclinés à 45° maintenus en appui sur le hublot par des ressorts (Fig. 50b). Un miroir incliné à 45° (Fig. 50a) a dû être utilisé pour transférer l'un des accès optiques sur un côté latéral du moule, l'une des directions naturelles de visualisation et/ou d'éclairage étant entravée par les plateaux de la presse. Laser et caméra sont positionnés indifféremment sur l'un ou l'autre des hublots permettant ainsi de réaliser les mesures selon deux directions de l'écoulement.

La géométrie retenue pour la pièce est une plaque de 100 x 200 mm² d'épaisseur modulable entre 1 et 12 mm. L'épaisseur est choisie en modifiant la position du hublot à l'aide de cales



Fig. 52 : Photographies du moule a. vue de dessus (moule fermé), b. vue de côté (moule fermé), c. partie mobile (moule ouvert), d. partie fixe (moule ouvert)

(Fig. 50). Le côté de l'empreinte situé sur la partie fixe du moule est constituée d'un pavé interchangeable permettant par exemple d'utiliser différents traitements de surface. Dans le cas de cette étude, l'épaisseur de l'empreinte est fixe égale à 6 mm et aucun traitement particulier n'a été utilisé, la finition de surface du moule étant un *poli glace*.

La température de régulation de l'outillage est maintenue à 120 °C. La température d'injection est fixée à 280°C. Compte tenu de la fragilité des différentes parties transparentes du moule et de façon à préserver autant que faire se peut l'intégrité de l'outillage, l'injection à été réalisée à pression constante.

2.3. Moyens d'analyse et de caractérisation

2.3.1. Vélocimétrie laser par imagerie de particules

L'équipement de mesure PIV utilisé a été développé par Dantec Dynamics. L'illumination de l'écoulement se fait à l'aide d'un laser Nd:YAG Continuum émettant à 532 nm (vert, longueur d'onde de base sans doubleur de fréquence 1064 nm, infrarouge) et d'un bras optique permettant de transférer le faisceau du générateur à la zone de mesure puis de le faire diverger sous forme d'un plan de faible épaisseur (1 mm). L'acquisition des images est réalisée à l'aide d'une caméra CCD.

L'ensemble est relié à un boîtier d'acquisition (Dantec Flowmap PIV 2100) et à un ordinateur permettant le contrôle des mesures, le calcul et la visualisation des résultats. Le programme d'acquisition et de traitement permet notamment de filtrer les résultats de manière à en améliorer la qualité en éliminant les points de mesures aberrants. Les principaux outils sont :

- le masquage des zones immobiles (par exemple parois de la veine d'écoulement) afin qu'elles n'interfèrent pas avec les mesures effectuées sur l'écoulement proprement dit
- l'élimination des vecteurs ne décrivant visiblement pas le fluide (norme ou direction très différentes de celles des voisins) notamment sur la base de critères sur la norme de la vitesse ou de ses composantes
- le remplacement des vecteurs supprimés en effectuant une moyenne sur les premiers ou deux premiers voisins (zone de 3x3 vecteurs ou 5x5)
- le lissage des profils en moyennant sur les vecteurs voisins
- l'établissement d'un champ de vitesse moyen sur plusieurs mesures (pour les écoulements stationnaires)

2.3.1. Rhéométrie

Les mesures de rhéologie destinées à mettre en évidence le glissement à la paroi ont été réalisée sur un rhéomètre capillaire (Göttfert RHEOGRAPH 2001) avec des filières de 1 et 0.5 mm de diamètre et un rapport L/D de 20. Les résultats ont été traités en se fondant sur la méthode de Mooney dont les bases ont été décrites au chapitre 1.

La contrainte de cisaillement (τ_w) et le taux de cisaillement apparent ($\dot{\gamma}_a$) sont donnés par les relations 2.1 et 2.2.

Capillaire
$$\dot{\gamma}_a = \frac{4Q}{\pi R^3}$$
 $\tau_w = \frac{RP}{2L}$ (Eq. 2.1)

Filière plate
$$\dot{\gamma}_a = \frac{6Q}{WH^2}$$
 $\tau_w = \frac{H}{2(1+H/W)}\frac{dp}{dx}$ (Eq. 2.2)

avec	Q	le débit,
	R, L	le rayon et la longueur du capillaire,
	Р	la pression d'entrée du capillaire,
	W, H	la largeur et l'épaisseur de la filière plate,
	dp	la chute de pression entre les capteurs de la filière plate,
et	dx	la distance entre les capteurs.

2.3.3. Caractérisation géométrique

La caractérisation géométrique des lignes de soudure a été réalisée avec des équipements classiques de microscopie optique (Carl Zeiss, Jenapol) et électronique à balayage (MEB, Philips 505). Les échantillons sont découpés sur les plaques à la scie puis la coupe est affinée au microtome et la surface est finalement polie avec du papier de verre au grainage très fin. Pour les observations au MEB, les échantillons sont métallisés avec une fine couche d'or.

2.3. Simulations numériques

Les simulations numériques ont été réalisées à l'aide du programme REM 3D développé et commercialisé par Transvalor. Ce programme se fonde sur des modèles tridimensionnels et est spécifiquement dévolu à la simulation des procédés d'injection et d'extrusion ainsi que des procédés dérivés tels que l'injection assistée eau ou gaz, ou la co-extrusion. Etant basé sur une véritable modélisation 3D, il est plus particulièrement adapté à la simulation de l'injection de pièces massives ou contenant de fortes variations d'épaisseur. Il permet en outre la prise en compte des phénomènes de contact polymère fondu outillage avec un module introduisant du glissement à la paroi. Celui-ci se fonde sur un modèle viscoplastique en loi de puissance de la forme $\tau = \alpha \cdot K \cdot V_s^n$ reliant la contrainte de cisaillement locale τ à la consistance K, au coefficient de frottement α et à la vitesse de glissement V_s. Les paramètres α et n sont des paramètres d'entrée choisis par l'utilisateur.

Les géométries ont été dessinées sur un programme de CAO classique (SolidWorks) puis importées dans REM 3D pour y être maillées.

Chapitre 3

Mise en place d'une méthode de caractérisation par imagerie de particules en extrusion et études de cas

3.1. Introduction

La vélocimétrie par imagerie de particule (PIV) retenue pour cette étude a été à ce jour très peu utilisée pour la caractérisation d'écoulements de polymères fondus. Il convient donc d'en vérifier l'applicabilité sur des moyens et avec des conditions (pressions, températures) industriels de transformation, pour des polymères thermoplastiques au comportement rhéologique relativement éloigné de celui des fluides modèles traditionnellement utilisés dans ce type d'études. Il convient en particulier de déterminer les paramètres expérimentaux adéquats permettant d'effectuer des mesures dans des conditions satisfaisantes. Aussi, une première étape a consisté à concevoir une filière d'extrusion semi-industrielle adaptée à ce genre d'équipement, ce qui a nécessité en particulier l'intégration d'un hublot transparent sur deux plans orthogonaux de la filière (cf. chapitre 2). L'objet du présent chapitre concerne la détermination des paramètres expérimentaux clés ainsi que la mise en place d'une méthodologie permettant de les ajuster au cas par cas en fonction des conditions expérimentales spécifiques de l'essai en cours. Plusieurs études de cas sont ensuite présentées de façon à mettre en évidence les possibilités et les limites du système, tant pour des écoulements simples que complexes. L'une de ces études en particulier met en évidence un glissement à la paroi dont la pertinence sera vérifiée par comparaison avec les mesures obtenues à l'aide d'une méthode indirecte de mesure du glissement se fondant sur une approche classique de rhéologie. Un logiciel de simulation numérique sera enfin utilisé afin de relier les deux séries de mesures, étant données les conditions de mesures très différentes utilisées par les deux approches, ainsi qu'afin d'en comparer l'adéquation avec les observations PIV directes des écoulements complexes.

3.2. Détermination des paramètres expérimentaux

Les principaux paramètres du système de mesure PIV nécessitant une mise au point sont le choix des traceurs et de leur concentration, ainsi que le temps entre les impulsions laser. Des méthodes permettant de déterminer a priori ces paramètres en fonction des conditions de chaque test ont également été développées de manière à pouvoir adapter rapidement les paramètres de mesures aux conditions d'essai (vitesse d'écoulement, facteur d'échelle). La mise en place des moyens expérimentaux a été réalisée avec l'outillage de plus grande section (entrefer 12 mm) et une température de 260°C.

3.2.1. Choix de la nature du traceur

Les traceurs utilisés afin de rendre l'écoulement visible doivent répondre à plusieurs exigences, les plus importantes étant une capacité à suivre l'écoulement sans le perturber et une bonne réflexion de la lumière.

La première condition requiert l'utilisation de traceurs de faible diamètre et dont la densité est proche de celle du fluide étudié. Toutefois, la viscosité importante du polycarbonate (300-2000 Pa·s dans la gamme de température utilisée dans cette étude) et des polymères fondus de manière générale fait que cette exigence n'est pas trop contraignante. Le calcul des vitesses de sédimentation (Tab. 2) par la loi de Stokes (Eq. 3.1) pour les différents traceurs étudiés conduit, pour le polycarbonate, à des valeurs très faibles (de l'ordre de 10⁻⁹ mm/s), largement inférieures aux vitesses moyennes du fluide considérées (> 1 mm/s), qui permettent légitimement de conclure que les particules suivent l'écoulement de polymère fondu et valide ainsi le choix initial de la nature des traceurs. Compte tenu de l'écart important de cette vitesse de sédimentation par rapport à la vitesse moyenne de l'écoulement, cette conclusion reste valide quel que soit le polymère fondu considéré, même si la viscosité moyenne est plus faible, comme dans le cas du polystyrène.

$$V_{s} = \frac{1}{18} \frac{g \left(\rho_{p} - \rho_{f}\right) d_{p}^{2}}{\mu}$$
(Eq. 3.1)

avec	Vs	la vitesse de sédimentation,
	g	l'accélération de la pesanteur,
	$ ho_{p}$	la masse volumique des particules,
	$ ho_{f}$	la masse volumique du fluide,
	d_p	le diamètre moyen des particules,
	μ	la viscosité du fluide

	Billes de verre creuses	Talc	Poudre d'aluminium		
Vitesse de sédimentation des particules (mm/s)	5,5 10 ⁻¹⁰	-3,7 10 ⁻⁹	-1,83 10 ⁻⁹		
Vitesse moyenne minimale de l'écoulement (mm/s)		1,4			

Tab. 2 : Evaluation des vitesses de sédimentation des différentes particules dans l'écoulement le plus lent de polycarbonate (viscosité moyenne du polymères estimée à 10³ Pa.s)

Afin de satisfaire à la deuxième condition, les trois types de traceurs, à savoir des billes de verre creuses, de la poudre d'aluminium et du talc, ont été considérés. Leur concentration nominale a été obtenue à partir d'un calcul théorique permettant de satisfaire aux recommandations du fabricant de l'équipement, à savoir une concentration d'au moins 7 particules par zone d'interrogation. La concentration en traceur dépend donc de la taille des particules et des conditions de mesure, et devrait être ajustée en fonction du grossissement et de la taille des zones d'interrogation. Une relation simple relie ces différents paramètres et permet d'obtenir facilement la concentration nominale minimale en traceurs. La limite supérieure est purement qualitative. Elle correspond à la saturation de l'image ou à une opacité trop importante de la matière qui ne permettent plus de réaliser des mesures. Les essais ont toutefois montré que le système de mesure n'est pas très sensible à ce paramètre, des concentrations très différentes voire inhomogènes dans l'écoulement (Fig. 53c) conduisant à des résultats de qualité similaire. Une concentration de référence de 5 à 10.10⁻⁴ % en poids a été utilisée par la suite, soit environ 10 fois la concentration minimale, ce qui s'est avéré donner des résultats exploitables. L'utilisation de zones d'étude de taille sensiblement différente nécessiterait toutefois un ajustement de la concentration en traceurs.

Afin de comparer l'efficacité des différents traceurs, des mesures ont été effectuées dans des conditions analogues (vitesse, grossissement...) en utilisant diverses concentrations, dont la concentration nominale respective de chaque traceur. Le choix du traceur pour la

suite de l'étude a été fait en se fondant essentiellement sur des critères qualitatifs liés à la qualité des images et des champs de vitesse obtenus dans les différents cas. La Fig. 53 compare les résultats obtenus pour les trois types de particules.

Les essais réalisés avec les particules de talc montrent, quelle que soit la concentration utilisée (jusqu'à 300 fois plus que les valeurs préconisées), un nombre de traces lumineuses très nettement insuffisant (Fig. 53a). La teneur en particules étant très supérieure à celle théoriquement requise, ce phénomène a été attribué aux dimensions trop faibles des particules associées à une mauvaise réflexion de la lumière par ce matériau. Il s'avère donc que les traceurs de talc ne permettent pas une mesure correcte des champs de vitesse recherchés.

Les traces lumineuses obtenues avec les billes de verre sont larges et nettes (Fig. 53b). Les champs de vitesse bruts sont moins perturbés qu'avec les particules de talc, mais font apparaître cependant un nombre important de vecteurs aberrants. Des essais réalisés à différents concentrations en particules montrent par ailleurs que celle-ci n'affecte pas de façon significative la qualité de la mesure. Compte tenu de ces résultats, les billes de verre apparaissent comme des traceurs adéquats à la mesure des champs de vitesse en extrusion, moyennant un traitement approprié des données brutes.

Enfin, les traces lumineuses obtenues avec la poudre d'aluminium sont très nombreuses et beaucoup plus nettes que celles obtenues avec les traceurs précédents. Les champs de vitesse mesurés sont, de plus, moins perturbés (Fig. 53c).

En conclusion, les particules de talc sont trop petites et insuffisamment réfléchissantes pour permettre la mesure des champs de vitesse recherchés. En revanche, les deux autres types de traceurs montrent des propriétés en accord avec les exigences de la méthode de mesure, et permettent d'obtenir des champs de vitesse de bonne qualité. Ils sont donc tout à fait adaptés pour cette application. Néanmoins, pour la suite de l'étude, la poudre d'aluminium a été choisie, les champs de vitesse obtenus avec ce traceur étant légèrement meilleurs (moins de bruit, meilleure réflexion de la lumière) qu'avec les billes de verre. La concentration utilisée correspond à environ 5 à 10 fois (en fonction des conditions de mesure) la concentration recommandée mais permet néanmoins de conserver une transparence suffisante tout en assurant une qualité de l'image suffisante.



Fig. 53 : Images et champs de vitesse associés obtenus avec du talc (a), des billes de verre (b) et de la poudre d'aluminium (c)

3.2.2. Choix du temps entre impulsions

La méthode de mesure PIV se fonde sur la corrélation entre deux images consécutives. Afin d'obtenir des informations pertinentes à partir de ces images, il convient de choisir judicieusement le temps qui les sépare. En effet, le mouvement des particules d'une image à l'autre doit être suffisamment grand pour être perçu par le système et ne pas s'accompagner d'un bruit de fond excessif mais doit être également suffisamment faible pour que le système puisse suivre les particules d'une image à l'autre. Idéalement, une particule ne devrait pas, entre deux images consécutives, quitter une zone d'interrogation ou sa proximité immédiate. Il est ainsi recommandé que le temps entre impulsions laser corresponde à un déplacement

des traceurs compris entre le quart et la moitié de la zone d'interrogation. La détermination de ce paramètre doit donc être réalisée à partir d'une estimation de la vitesse moyenne de l'écoulement et des paramètres de mesure et de calcul (grossissement et taille des zones d'interrogation). Le temps entre impulsions doit donc être ajusté au cas par cas en fonction des conditions d'essais. Les résultats expérimentaux montrent que le mode de détermination de ce paramètre à partir de la vitesse supposée était adéquat.

Il est à souligner que ce temps est inversement proportionnel à la vitesse de l'écoulement. L'influence de ce paramètre est donc moindre pour les vitesses élevées. Elle l'est en revanche beaucoup plus pour les vitesses faibles. Ceci peut entraîner des difficultés expérimentales pour des écoulements où la répartition transversale des vitesses est très hétérogène, ce qui est théoriquement le cas pour les écoulements collants de polymères si la vitesse moyenne est importante. Il peut alors être judicieux de réaliser des mesures distinctes pour différentes distance de la paroi, en ajustant les réglages aux conditions locales d'écoulement. Compte tenu des faibles vitesses moyennes utilisées ici, cette précaution s'est avérée inutile. Les temps entre impulsions utilisés pour les différents essais sont synthétisés Tab. 3, pour un entrefer de 6 mm. Ils sont identiques quel que soit le polymère considéré.

Vitesse de rotation de la vis	Débit massique mesuré	Temps entre impulsions
(tr/min)	(kg/h)	(µs)
20	2,7	30 000
30	5,64	30 000
40	7,34	25 000
50	9,81	23 000
60	11,25	18 000
70	14,11	15 000
80	16,9	13 000
90	18,78	10 000
100	21,3	8 000
110	23,49	5 000

Tab. 3 : Temps entre impulsions utilisés en extrusion

3.3. Etudes de cas

Après avoir déterminé les conditions expérimentales permettant de mettre en place la méthode de visualisation PIV dans le cas de l'extrusion thermoplastique, différents cas ont été étudiés afin de tester le système et d'en déterminer la sensibilité. La première phase s'intéresse à un écoulement simple entre plaques parallèles, afin de vérifier la pertinence des mesures expérimentales dans un cas où il est possible de les comparer aisément à un profil théorique. Dans une deuxième phase, des perturbations sont introduites dans l'écoulement sous forme d'une discontinuité géométrique contenant des singularités de différentes tailles, permettant ainsi de tester le système et d'en connaître les performances. Sauf indications contraires, les études de cas ont été réalisées avec le polycarbonate, un entrefer de 6 mm et une température d'extrusion de 280°C permettant d'obtenir des vitesses plus importantes que lors de la phase initiale de réglages. Ponctuellement, pour les écoulements simple, des essais ont également été réalisées avec le polystyrène, pour la même géométrie, avec une température d'extrusion de 220 °C.

3.3.1. Ecoulements simples

La Fig. 54 présente qualitativement un exemple typique de profil mesuré sur l'écoulement simple entre plaques parallèles, dans le cas du **polycarbonate**. La Fig. 55 présente une comparaison quantitative des profils obtenus avec des vitesses d'écoulement différentes (moyenne sur 10 sections de l'écoulement). L'allure générale des profils obtenus est globalement en accord avec ce à quoi l'on peut s'attendre pour un écoulement isotherme newtonien entre plaques parallèles. Néanmoins, les résultats expérimentaux font apparaître plusieurs singularités.

															50 tr/min			
r÷-				-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	diam.	-	-	
-	-	-	-	-	-	-			-	-	-	-	-	-	-	-		
200	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
2	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-	-		-	
5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-	
-		-	-	-	-	-	-		-	-			-	-	-	-		
1	1	-	-	-	_	-				_	_		_	-	-			
	-	-	-	-	-	-	2		-	-		_		-			-	
2	100	-	2	100	2	-	2					2	-	-	-	-	-	
1		-	-		-		100		1.1	-	-		-	-	-	-	-	
÷	-	-	-	-	-	-	1.1	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
1.5.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	_	-	-	-	-	-	-	-	
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	
2	-	-	-	-		-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
-	-	-	-			-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
21	-	-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
2-	-			-	-		-	-	-	_	-	-		-		-	-	
S	IIII	1111	IIII	1111	1111	IIII	1111	1111	1111	1111	1111	1111	IIII	IIII	IIII	IIII	1111	
- N	1111	1111	1111	1111	un	un	un	1111	1111	1111	1111	1111	1111	1111	1111	un	1111	

Fig. 54 : Champs de vitesse typique mesuré pour le polycarbonate en écoulement dans la filière d'extrusion rectangulaire d'entrefer 6 mm, à une température d'extrusion de 280°C

Tout d'abord, on peut clairement observer un décalage de l'ensemble du profil, avec une vitesse non-nulle à la paroi, tendant à prouver que l'hypothèse de non-glissement à la paroi généralement admise en mécanique des fluides ne correspond en fait pas à la réalité dans le cas de l'écoulement de ce polymère fondu. Cette conclusion est supportée par le fait que les mesures près des parois s'inscrivent parfaitement dans le profil général, sans singularités notoires qui pourraient être imputées à des effets de bord lors des mesures. Ce résultat est important car il montre que les mesures près des parois sont pertinentes et caractérisent correctement l'écoulement et donc le glissement. En outre, la détermination des débits à partir des profils de vitesse montre une très bonne corrélation avec ceux obtenus par pesée d'échantillons récoltés en sortie de filière au cours d'un temps donné (Fig. 56). Ceci valide la



Fig. 55 : Profils d'écoulement pour différentes vitesses de rotation de la vis : a. ensemble des profils, b. détails des profils à faible vitesse (20-60 tr/min)

norme des vecteurs vitesse qui ne peut être comparée directement aux calculs théoriques en raison du glissement, et montre également que le glissement a parfaitement sa place dans le profil d'écoulement. Il est aussi à noter que la présence de glissement modifie sensiblement



Fig. 56 : Comparaison des débits obtenus par pesée et par mesure des champs de vitesses

l'allure des profils avec des gradients de vitesse beaucoup plus limités et des écoulements aux faibles vitesses s'apparentant plus à un écoulement "bouchon" (*plug flow*) qu'à un écoulement classique purement parabolique, le glissement pouvant alors constituer plus de 70 % de la vitesse maximale. Ces observations sont évidemment valables dans la limite de la résolution du système de mesure (0.2-0.3 mm), la présence d'une couche non-glissante de plus faible épaisseur ne pouvant pas être confirmée ni infirmée. Toutefois, des auteurs ayant réalisés des mesures avec des systèmes ayant une résolution dix fois plus importante n'ont pas non plus mis en évidence une telle couche [MUN 00, ROB 04]. Une étude plus approfondie de ce phénomène est présentée au paragraphe 3.4.

La deuxième particularité des profils présentés sur la Fig. 54 concerne leur forme générale. Ils montrent en effet un changement de comportement aux vitesses élevées (>80 tr/min soit une vitesse moyenne de 13 mm/s ou un gradient de vitesse apparent à la paroi de 13 s⁻¹) avec un profil en forme de "cloche" plutôt que de parabole. Cette évolution peut être reliée à un écoulement non isotherme qui a des répercussions sur l'allure du profil de vitesse mais génère également des distorsions optiques qui modifient la perception de l'écoulement et en donne une image déformée. En effet, tout le système de transformation de la matière est régulé à la même température. Or, lors de la plastification de la matière, cette dernière s'échauffe sous l'effet du cisaillement, et ce d'autant plus que la vitesse de rotation de la vis est élevée. Le polymère arrive donc dans la filière à une température plus importante que la température de régulation de la filière et du fourreau. Un gradient de température se développe alors au sein de l'écoulement, tendant à perturber le profil de vitesse près des parois en raison d'une viscosité plus élevée. Cette hypothèse a été vérifiée par des mesures de température en sortie de filière qui montrent une température de la matière pouvant être sensiblement plus élevée que celle de régulation (Fig. 57).



Fig. 57 : évolution de la température du fondu en sortie de filière en fonction du taux de cisaillement



Fig. 58 : Photos de l'écoulement : a. basse vitesse sans distorsion notoire, b. haute vitesse avec image apparente des surfaces (flèches)

Le développement d'un gradient de température au sein de l'écoulement génère également un gradient de densité de la matière et donc un gradient d'indice de réfraction. La matière agit alors comme une lentille qui tend à transmettre une image déformée par rapport à celle que l'on obtiendrait si la lumière se propageait parfaitement en ligne droite comme c'est le cas en isotherme. Cela est particulièrement visible sur les images obtenues aux hautes vitesses où la réflexion du laser sur la surface de la filière et la surface du hublot supérieur sont parfaitement visibles au sein même de l'écoulement (Fig. 58). Ces surfaces apparentes sont d'autant plus éloignées de la surface physique que la vitesse et donc que le gradient de température dans la matière sont élevés. En outre, leur position évolue au cours du temps après un changement rapide de la vitesse, ce qui correspond au ré-établissement d'un état thermique stationnaire.

La génération d'un gradient de température inversé en chauffant la filière à une température plus élevée que le fourreau permet de confirmer cette explication. Dans ce cas, les traceurs, initialement sphériques, apparaissent fortement déformé dans la direction transverse à
l'écoulement (Fig. 59), confirmant ainsi l'effet de lentille généré par les gradients de température. Dans cette configuration, la surface n'est plus directement visible car son image apparente se projette au sein même de l'acier de la filière.



Fig. 59 : Apparence des traceurs : a. fourreau et filière à 250°C, b. fourreau à 250°C et filière à 280°C (déformation sous l'effet du gradient de température)

Afin de tenir compte de cette distorsion, les profils présentés sur la Fig. 55 ont été obtenus en ne considérant que la zone définie par l'image apparente des surfaces (zone délimitée par les flèches sur la Fig. 58b.) et non les surfaces réelles. Cette façon de faire est validée par la détermination des débits associés qui montrent une bonne adéquation avec les débits mesurés par pesée (Fig. 55). La prise en compte de la section réelle montre, quant à elle, une divergence nette des débits aux vitesses élevées, ceux-ci étant systématiquement sousestimés et dans une proportion croissant avec la vitesse. Cette correction est toutefois imprécise car elle ne consiste qu'à faire une simple remise à l'échelle linéaire alors que l'évolution des propriétés est progressive et donc non homogène au travers de la section (gradient de température variable au travers de la section). Les points de mesure près des parois devraient ainsi probablement être plus rapprochés, ce qui tendrait à gommer l'effet "cloche" apparaissant sur les profils. Une légère perturbation physique de l'écoulement paraît toutefois probable en raison du gradient de température et vient se combiner aux phénomènes optiques.

Il est à noter que l'échelle horizontale concernant la vitesse n'est pas modifiée, car elle n'est pas associée à un gradient de température important et est donc peu sujette à distorsion optique.

Par ailleurs, des essais similaires ont été réalisés avec le PS. L'analyse des champs de vitesse mesurés (dans la même gamme de débit) ne fait pas apparaître de glissement à la paroi, les vitesses mesurées en parois n'étant pas significatives (< 10⁻² mm/s).

Ces résultats confirment donc que les particularités des champs de vitesse déterminés avec le polycarbonate, sont effectivement liés à son glissement à la paroi. Il convient maintenant, avec le polycarbonate, d'évaluer l'incidence de ce glissement dans une géométrie plus complexe.

3.3.2. Ecoulements complexes

L'écoulement simple étudié au paragraphe précédent a été modifié en introduisant une discontinuité géométrique de manière à pouvoir évaluer les performances du système de mesure sur un écoulement perturbé. La discontinuité a été générée par une petite plaque rectangulaire de 4 mm de hauteur fixée à l'aide d'une vis sur la partie inférieure de la filière (Fig. 60a. et 61a.). Les résultats obtenus dans cette configuration pour le polycarbonate sont présentés sur la Fig. 60. On y voit clairement que la matière est déviée pour contourner l'obstacle. Une analyse plus détaillée de la zone directement en amont de l'obstacle montre que l'ensemble de la matière n'est pas dévié de façon homogène. En effet, compte tenu de la taille réduite de l'obstacle par rapport à la largeur de l'écoulement (14 mm contre 60 mm), la matière est déviée en formant une calotte (Fig. 62) de sorte que les couches inférieures de



Fig. 60 : Champs de vitesse en présence d'un obstacle (vue de côté, écoulement de droite à gauche) dans le cas du polycarbonate dans la filière d'entrefer 6 mm intégrant une discontinuité géométrique: a. vue générale, b. champ de vitesse, c. détail de la perturbation du champ au-dessus de l'obstacle

l'écoulement contournent l'obstacle par le côté alors que les couches supérieures passent par-dessus, avec une transition progressive d'un mode à l'autre. La zone précédent l'obstacle se traduit ainsi par un flux complexe avec une composante importante en dehors du plan de mesure. La forte réduction de la vitesse enregistrée est donc en partie due au fait que l'on mesure uniquement sa projection dans le plan de mesure et non sa valeur réelle.

On peut encore observer une perturbation du profil au-dessus de l'obstacle (ondulation, Fig. 60c). Celle-ci est à mettre en relation avec la vis servant à fixer l'obstacle qui n'est pas parfaitement ajustée (Fig. 61a). Cette discontinuité géométrique supplémentaire, d'une



Fig. 61 : Ecoulement de polycarbonate lors du contournement d'un obstacle (vue de dessus, écoulement de droite à gauche) : a. vue générale, b. mesure au niveau de l'obstacle et c. mesure au-dessus de l'obstacle

épaisseur voisine de 0.5 mm, perturbe ainsi légèrement le flux ce qui est parfaitement mis en évidence par le système de mesure.

La caméra et le faisceau laser ont ensuite été permutés avec la même géométrie de manière à pouvoir observer l'écoulement sur sa plus grande surface, sans subir les effets de bord de la filière. Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur la Fig. 61. On y retrouve l'écoulement en calotte décris ci-dessus avec une déviation essentiellement sur les côtés lorsque le plan de mesure est proche de la surface inférieure de la filière (Fig. 61b.) et un écoulement tridimensionnel complexe lorsque l'on se place au centre ou au-dessus de l'obstacle (Fig. 61c.). L'influence de la vis de fixation est également perceptible avec un flux perturbé sur l'ensemble de sa périphérie (Fig. 61c.).

Les résultats obtenus avec un écoulement perturbé montrent que la méthode de caractérisation PIV mise en place dans cette étude permet aisément de mettre en évidence des perturbations de l'écoulement générées par des discontinuités géométriques de taille variant de quelques dixièmes de millimètres à plusieurs millimètres. L'intérêt d'une observation de l'écoulement selon deux plans perpendiculaires est aussi apparu de manière à mieux comprendre la façon dont il se développe. Ceci permet également d'obtenir une information tridimensionnelle sur les vecteurs vitesse, une détermination précise de leurs trois composantes paraissant toutefois difficile à mettre en place avec le système utilisé en raison de la difficulté à positionner le plan laser de manière précise et son épaisseur relativement importante (1 mm). Des informations qualitatives importantes peuvent également être obtenues par observation directe de la séquence des images brutes, le mouvement de la matière étant parfaitement perceptible à l'œil nu.



Fig. 62 : Représentation schématique de l'écoulement à proximité de l'obstacle

3.4. Etude rhéologique du glissement et simulations numériques

Pour le polycarbonate, la mesure des profils de vitesse au travers de la filière d'extrusion a montré des vitesses non-nulles à la paroi, y compris pour les faibles taux de cisaillement impliqués dans cette étude. Afin de confirmer l'existence de ce phénomène, les résultats expérimentaux obtenus par PIV ont été comparés à ceux obtenus par une méthode plus traditionnelle de rhéologie. Toutefois, en raison des géométries et des conditions d'écoulement très dissemblables, les résultats par l'intermédiaire de la simulation numérique. Les mesures de rhéologie ont ainsi été utilisées afin de déterminer les paramètres de glissement numériques, qui ont ensuite été utilisés pour simuler les écoulements dans la filière d'extrusion PIV et comparer le glissement simulé à celui obtenu expérimentalement.

3.4.1. Mesures PIV

A partir des profils de vitesse du polycarobonate présentés sur la Fig. 55, l'évolution du glissement à la paroi en fonction du taux de cisaillement a été déterminée. On observe, sur

la Fig. 63, que la vitesse de glissement augmente régulièrement et de manière quasi linéaire avec la vitesse d'écoulement aux faibles vitesses (3 - 8 s⁻¹) puis se stabilise voire décroît, avec une large dispersion des résultats. Cette évolution semble à première vue en opposition avec ce qui est généralement rapporté dans la littérature où l'on observe une forte augmentation du glissement avec la contrainte de cisaillement à la paroi [HAT 92, LAU 86]. Toutefois, cette différence peut s'expliquer par le fait que les essais de la présente étude sont présentés en fonction du débit (taux de cisaillement apparent) et non en fonction de la contrainte de cisaillement. Or, comme indiqué plus haut, l'utilisation d'une extrudeuse industrielle ne permet pas de contrôler la température de manière précise en raison de l'auto-échauffement dans la vis. La température est donc instationnaire, non-contrôlée et de plus en plus non-isotherme lorsque la vitesse augmente. Plusieurs phénomènes (contrainte de cisaillement, température, propriétés rhéologiques du polymère...) agissent ainsi en concomitance et rendent l'interprétation détaillée de l'évolution du glissement hasardeuse. L'augmentation du débit réduit ainsi la viscosité et donc la contrainte de cisaillement alors que le glissement proprement dit devrait augmenter. Un changement de température agit ainsi de manière opposée et dans des proportions a priori différentes sur les différents phénomènes ce qui explique l'évolution peu claire et fortement dispersée du glissement lorsque le taux de cisaillement est augmenté.



Fig. 63 : Evolution de la vitesse de glissement du polycarbonate et de la température de la matière en sortie de filière d'entrefer constant égal à 6 mm (température nominale : 275°C)

L'existence d'un glissement à la paroi est en accord avec les résultats rapportés dans la littérature par plusieurs auteurs concernant les écoulements de polyéthylène haute densité (PEhd) mesurés par vélocimétrie laser à effet Doppler sur des écoulements de 1 mm d'épaisseur avec une résolution spatiale de l'ordre de 0.02-0.03 mm (Fig. 64) [ROB 04, DEN 01, MUN 00]. Une contribution importante du glissement à l'écoulement a également été observée par ces auteurs. Certains ont mesuré une stabilisation de la vitesse de glissement avec l'augmentation du taux de cisaillement [DEN 01, MUN 00] alors que l'augmentation est monotone pour d'autres [ROB 04]. Une relation linéaire entre vitesse de cisaillement et vitesse de glissement aux faibles vitesses apparaît aussi clairement. Ces résultats montrent ainsi que le système PIV mis en place donne des informations pertinentes, en accord avec celles obtenues avec d'autres méthodes de mesure et avec des résolutions sensiblement différentes (un ordre de grandeur). Ils convient néanmoins maintenant de les étayer par des mesures de rhéologie et des simulations numériques.



Fig. 64 : Profils d'écoulement de PEhd obtenus par vélocimétrie laser à effet Doppler rapportés par Münstedt et al. et Robert et al. [Mun 00, Rob 04]

3.4.2. Mesures de rhéologie

Le glissement à la paroi a également été déterminé par une méthode classique de rhéologie indirecte en se basant sur la méthode de Mooney dont les principes ont été exposés au chapitre 2. La Fig. 65 donne un exemple typique de courbes d'écoulement pour deux diamètres de filière (L/D constant). A partir de ces courbes, la vitesse de glissement en fonction de la contrainte de cisaillement a été déterminée pour différentes températures. La Fig. 66 montre que le glissement est relié à la contrainte de cisaillement selon une loi de puissance dont les paramètres sont donnés dans le tableau 4. Pour une contrainte donnée, la température accroît le glissement. Le coefficient *a* de la loi de puissance en dépend fortement alors que l'exposant *m* y est moins sensible. Ces résultats sont en accord avec



Fig. 65 : Courbes d'écoulement pour 2 diamètres de capillaire (température : 280°C)



Fig. 66 : Vitesse de glissement en fonction de la contrainte de cisaillement pour différentes températures mesurée par rhéométrie

ceux publiés dans la littérature notamment pour du polyéthylène haute densité [ROB 04, DEN 01, MUN 00, HAT 91, HAT92], les différences dans les paramètres de la loi s'expliquant par des matériaux et des surfaces différents, et ce d'autant plus que des variations importantes ont été relevées par des études s'étant intéressées au même type de polymère.

Température [°C]	a [(mm/s)·MPa ^{-m}]	m [-]
280	186	1.65
300	275	1.6
320	316	1.5

Tableau 4 : Paramètres de la loi de puissance reliant la vitesse deglissement à la contrainte de cisaillement

3.4.3. Simulations numériques

Les résultats présentés dans les paragraphes précédents montrent qu'il y a du glissement à la paroi dans les écoulements de polycarbonate. Afin de pouvoir simuler de manière correcte de tels écoulements, il est donc nécessaire de prendre en compte le glissement dans les codes de simulation. La Fig. 67 montre de manière schématique la manière avec laquelle les différents résultats ont été combinés à la simulation de manière à vérifier la bonne adéquation entre expérience et numérique ainsi qu'à valider l'approche consistant à déterminer les paramètres numériques de glissement sur la base de mesures indirectes de rhéologie.

Comme indiqué au chapitre 2, le code de calcul utilisé dans cette étude permet d'intégrer le glissement à la paroi sous la forme d'une loi de puissance. Les paramètres numériques de cette loi ont été déterminés sur la base des résultats expérimentaux obtenus en rhéologie. L'exposant de la loi de puissance n a été repris directement des mesures expérimentales alors que le coefficient de glissement α a été ajusté de manière à obtenir une bonne concordance entre vitesse de glissement mesurée par rhéologie et simulée sur un capillaire. Ce coefficient ne correspond pas directement à celui mesuré en rhéologie capillaire car les grandeurs ne sont pas strictement équivalentes, la rhéométrie se fondant sur des paramètres globaux (contrainte de cisaillement apparente) alors que la simulation utilise des grandeurs locales. Ces paramètres ont ensuite été utilisés pour simuler les écoulements dans la filière plate PIV pour en comparer les profils à ceux obtenus expérimentalement par PIV.



Fig.67 : Représentation schématique de la manière avec laquelle les différents résultats expérimentaux et la simulation numérique ont été combinés

3.4.3.1. Ecoulements simples

La Fig. 68 compare les profils de vitesses au travers de la section de la filière obtenus



Fig.68 : Comparaison des profils de vitesse expérimentaux (PIV) et simulés au travers de la filière rectangulaire (température : 280°C)

expérimentalement par PIV et simulés. On peut y voir que, globalement, la concordance est bonne surtout pour les plus faibles vitesses. L'analyse de l'évolution du glissement (Fig. 69) montre toutefois que la simulation et l'expérimentation divergent de plus en plus lorsque le taux de cisaillement augmente, cela influençant également la concordance des profils simulés avec les profils expérimentaux dans leur ensemble. Cette situation n'est pas surprenante si l'on se réfère aux aspects présentés aux paragraphes précédents concernant l'évolution de la température du polymère fondu avec le taux de cisaillement apparent. En effet, étant donné que cette température évolue, les paramètres expérimentaux et numériques ne sont plus en adéquation, et divergent d'autant plus que le taux de cisaillement augmente. La Fig. 70, déduite des mesures de rhéologie, montre qu'une augmentation de la température réduit le glissement lorsque le taux de cisaillement est maintenu constant ce qui est parfaitement en accord avec l'évolution observée ici. Afin de prendre en compte ce phénomène dans la simulation, une différence de température a été introduite entre la filière et le fondu sur la base des mesures effectuées en sortie de filière (Fig. 57). Les paramètres numériques de glissement ont été extrapolés linéairement entre ceux ajustés aux mesures de rhéologie à 280 et 300°C. Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur la Fig. 71. On peut y voir que la tendance est bonne même si l'adéquation avec les mesures expérimentales est moins satisfaisante qu'aux faibles vitesses où la situation est quasiment isotherme. Cela s'explique notamment par une estimation très grossière de la température et des paramètres de calcul. Ces résultats montrent néanmoins que la température joue un rôle très important sur le glissement à la parois et peut donc modifier sensiblement l'allure des profils de vitesse pour un taux de cisaillement donné.



Fig.69 : Vitesse de glissement expérimentale et simulée sur la filière PIV rectangulaire (température : 280°C)



Fig.70 : Evolution de la vitesse de glissement avec le taux de cisaillement apparent pour différentes températures

La prise en compte du glissement à la paroi fait apparaître des différences très importantes au niveau des profils de vitesse. La Fig. 72 compare les profils obtenus par simulation avec et sans glissement à la paroi. On peut voir que le glissement réduit la vitesse maximale ainsi que la différence de vitesse entre le centre et les côtés de l'écoulement. Les profils sont plus "plats" avec des gradients de vitesse plus faibles. Il agit également sur d'autres paramètres du procédé tels que la pression à l'entrée de la filière. La Fig. 73 montre que cette dernière est divisée par deux lors de la prise en compte du glissement pour une géométrie correspondant à la filière PIV.



Fig.71 : Vitesse de glissement expérimentale et simulée en situation isotherme et non isotherme



Fig. 72 : Comparaison des profils et des champs de vitesse simulés sans (traits continus, a) et avec (pointillés, b) glissement à la paroi



Fig.73 : Evolution de la pression simulée à l'entrée de la filière rectangulaire avec et sans prise en compte du glissement à la paroi

3.4.3.2. Ecoulements complexes

Afin de vérifier l'adéquation des modèles numériques avec les observations directes des écoulements dans des situations plus complexes que celles utilisées pour étudier le glissement à la paroi, des simulations ont été réalisées sur l'écoulement perturbé par une discontinuité géométrique étudié par PIV au paragraphe 3.3.2. La géométrie exacte de l'obstacle a été utilisée incluant également la singularité générée par la vis de fixation. Le glissement a été introduit dans les simulations sur la bases des travaux présentés au paragraphe précédent.

La Fig. 74.a montre le champ de la composante x de la vitesse (direction principale de l'écoulement) alors que la Fig. 75 donne les lignes de courant autour de l'obstacle vu de côté et de dessus. Une comparaison avec les Fig. 60 et 61 montre une bonne adéquation entre la simulation et l'expérimentation.

Une analyse du détail de l'évolution de la vitesse à la paroi à proximité de l'obstacle (Fig. 74) montre également des comportements similaires entre simulation et PIV. Celle-ci fluctue localement en fonction des variations ponctuelles de la contrainte de cisaillement associées à la déviation du flux. Ce résultat confirme la présence de glissement à la paroi puisque ce genre de phénomène ne serait pas observable dans le cas d'un glissement purement collant. Le non-glissement fixerait alors la vitesse à la paroi et réduirait les fluctuations de vitesse au sein de l'ensemble de l'écoulement et pas seulement aux parois. Cela peut être observé sur la Fig. 74.b où l'on voit que les variations de vitesse au-dessus de l'obstacle sont nettement plus faibles sans glissement. Ainsi, la différence de vitesse au centre de l'espace au-dessus de l'obstacle ne varie que de 3 % entre la partie la plus large (centre de l'obstacle) et la partie la plus étroite (bord) en l'absence de glissement alors qu'elle est de 25 % avec du glissement. Cela s'explique par le fait qu'en l'absence de glissement, la vitesse à la paroi est constante et toujours nulle alors que, avec du glissement, elle varie en fonction des fluctuations locales de la contrainte de cisaillement, ce qui se répercute sur l'ensemble du champ de vitesse. Cela tend ainsi à prouver que le glissement à la paroi a un effet déstabilisant sur les écoulements en présence de discontinuités géométriques alors qu'un contact collant tend à en limiter les fluctuations.



Fig. 74 : Champs de vitesse (composante x, direction principale du flux) à proximité de l'obstacle avec (a) et sans (b) glissement à la paroi (écoulement de droite à gauche)



Fig. 75 : Lignes de courant simulées autour de l'obstacle: a. vue générale (arrière-plan: champ de la composante x de la vitesse), b. vue de côté, c. vue de dessus sur un plan plus élevé que l'obstacle, d. vue de dessus au niveau de l'obstacle

3.5. Conclusion

Les essais réalisés en extrusion ont permis de mettre en place la méthode de mesure PIV dans le cas d'écoulements de polymères fondus sur un équipement et des conditions de transformation semi-industriels. Les paramètres expérimentaux importants ont été déterminés dans une première phase, puis le système a été évalué dans différentes configurations. Les résultats obtenus ont permis de valider la méthode de mesure dans le cas particulier de la transformation des matières plastiques. La sensibilité du système a été montrée grâce à la mise en évidence des perturbations dans le flux générées par des discontinuités géométriques de taille variable allant de quelques dixièmes de millimètres à plusieurs millimètres. La présence de gradients de température au travers de la section d'écoulement a toutefois fait apparaître des difficultés expérimentales en raison de phénomènes optiques générés par les gradients de propriétés associés au gradient de température. Une correction partielle a été introduite sans que les profils de vitesse ne soient néanmoins parfaitement corrigés.

Les mesures ont mis en évidence un glissement significatif à la paroi pour la polycarbonate, en accord avec les résultats rapportés dans la littérature sur d'autres matériaux. Des mesures indirectes de rhéologie se fondant sur une méthode traditionnelle de mesure du glissement ont validé la présence de glissement. Ces mesures ont ensuite été utilisées afin déterminer les paramètres de la loi de glissement utilisée dans un code de simulation numérique. Les simulations réalisées sur une géométrie plus complexe ont montré une bonne concordance avec les observations directes de l'écoulement par PIV, ce qui montre la pertinence de l'approche pour introduire le glissement dans les simulations de flux complexes sur la bases de mesures expérimentales simples. La température est toutefois apparue comme un paramètre clé pouvant influencer les résultats de manière très sensible en raison de la forte influence sur le glissement et sur la viscosité.

On retiendra que, malgré de nombreuses difficultés pratiques liées à la sévérité de l'environnement de travail, qui justifient le nombre très limité de résultats disponibles dans la littérature sur des fluides autres que des fluides modèles, la méthode de mesure proposée conduit à des résultats exploitables tant qualitativement que quantitativement. Il s'agit là d'un premier acquis scientifique, dont il convient néanmoins maintenant de confirmer la possibilité de transfert à un procédé de mise en forme encore plus complexe et contraignant, à savoir l'injection.

Chapitre 4

Etude des écoulements en injection

4.1. Introduction

Les essais de visualisation réalisés en injection ont pour objectif une meilleure compréhension de la formation des lignes de soudure. Ils visent notamment la mise en évidence de l'influence des conditions de transformation et de l'outillage sur la morphologie des écoulements, afin de les mettre en relation avec la sévérité du défaut associé. Avant l'étude des écoulements proprement dits, une phase préliminaire de caractérisation a été réalisée de façon à déterminer l'influence des principaux paramètres de mise en œuvre sur les dimensions des lignes de soudure. Dans un deuxième temps, la méthode de visualisation directe a été mise en oeuvre. Le premier objectif est de vérifier la faisabilité de la méthode pour ce type de procédé de mise en oeuvre et le cas échéant d'en déterminer les possibilités et les limites. Le deuxième objectif est d'analyser l'écoulement au front et de le relier, dans la mesure du possible, aux défauts de surface des pièces injectées et notamment aux lignes de soudure générées par les deux seuils d'alimentation du moule.

4.2. Etude de l'influence des paramètres de transformation sur les dimensions des lignes de soudure

4.2.1. Méthodologie

L'objectif de l'étude préliminaire est d'identifier les paramètres de mise en œuvre affectant de manière significative l'aspect des lignes de soudure du polycarbonate. Pour ce faire, les caractéristiques géométriques (largeur et profondeur) des lignes de soudure ont été

mesurées. Les paramètres de mise en œuvre supposés agir sur ces caractéristiques ont été analysés en suivant un plan d'expérience de type Taguchi.

Les paramètres retenus comme grandeurs d'entrée de ce plan sont les suivants :

- la vitesse d'injection (Vinj), dont dépend la viscosité du polymère,
- les températures du polymère et du moule (Tinj, Tm), qui agissent directement sur la viscosité du polymère et par conséquent conditionnent les conditions de jonction des deux fronts d'écoulement,
- la pression de maintien (Pm), dont une valeur élevée est supposée diminuer la largeur de la rainure par une pression appliquée de part et d'autre de la ligne de soudure,
- l'épaisseur de la plaque (Ep),
- la contre-pression et la vitesse de rotation de la vis (Cp, Vr) qui, de par l'échauffement engendré, influencent la température d'injection et donc la viscosité,
- le temps de refroidissement (tr).

Pour chaque paramètre, deux niveaux ont été choisis (Tableau 5) en supposant l'effet linéaire sur la réponse. Les paramètres de sortie sont la largeur et la profondeur de la ligne de soudure. Le plan choisi utilise une table orthogonale L_{16} (Tableau 6). La Fig. 76 représente l'affectation des facteurs et de leurs interactions. Les échantillons ont été injectés sur la presse à injection verticale et le moule rectangulaire muni de deux points d'injection opposés décrits au chapitre 2.

		Niveau 1	Niveau 2
Vitesse injection	Vinj	30 mm/s	60 mm/s
Température moule	Tm	110°C	130 °C
Epaisseur	Ер	2 mm	6 mm
Contre-pression	Ср	10 bars	15 bars
Température polymère	Tinj	300°C	320°C
Pression de maintien	Pm	60 bars	90 bars
Vitesse rotation	Vr	40 tr/min	80 tr/min
Temps de refroidissement	tr	20 s	30 s

Tableau 5 : Niveaux des paramètres d'injection

	Vinj	Tm	Ер	Ср	Tinj	Pm	Vr	tr
1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	1	1	2	2	2
3	1	1	2	2	2	1	1	2
4	1	1	2	2	2	2	2	1
5	1	2	1	1	2	1	2	1
6	1	2	1	1	2	2	1	2
7	1	2	2	2	1	1	2	2
8	1	2	2	2	1	2	1	1
9	2	1	1	2	1	1	2	1
10	2	1	1	2	1	2	1	2
11	2	1	2	1	2	1	2	2
12	2	1	2	1	2	2	1	1
13	2	2	1	2	2	1	1	1
14	2	2	1	2	2	2	2	2
15	2	2	2	1	1	1	1	2
16	2	2	2	1	1	2	2	1

Fig. 77 : Table orthogonale L₁₆ : niveau des paramètres pour chaque essai



Fig. 76 : Graphe linéaire du plan d'expérience

4.2.2. Evolution de la taille de l'entaille

Les résultats des mesures de largeur et de profondeur des entailles associées à la ligne de soudure sont donnés dans le Tableau 7 et les images correspondantes sur la Fig. 77. On observe que la modification des conditions de transformation permet de modifier

sensiblement les caractéristiques géométriques de l'entaille. La largeur peut ainsi être divisée par 6 (de 86 à 15 μ m) et la profondeur par 12 (de 36 à 3 μ m) en ajustant les conditions de mise en œuvre.

Essais	Largeur [µm]	Profondeur [µm]
1	25	4
2	33	8
3	52	14
4	46	9
5	55	7
6	23	9
7	44	9
8	60	18
9	21	4
10	34	7
11	52	8
12	54	8
13	16	3
14	53	10
15	86	36
16	82	26

 Tableau 7 : Largeur et profondeur de la ligne de soudure pour les différents

 essais du plan d'expérience

Les effets des différents facteurs obtenus à partir du plan d'expérience sont présentés sur la Fig. 78. Les tendances sont les mêmes pour les deux grandeurs étudiées (profondeur et largeur). Les paramètres les plus significatifs sont la température du moule, l'épaisseur de la plaque et, dans une moindre mesure, la contre-pression, la température du polymère et la vitesse d'injection. L'analyse de la variance a permis de déterminer les contributions relatives de chacun des paramètres et de leurs interactions. Les résultats sont présentés sur la Fig. 79.

Globalement, les paramètres tendant à augmenter la température de la matière (température d'injection, contre-pression, vitesse de rotation de la vis) réduisent la sévérité de l'entaille. Cela est dû à une meilleure jonction des fronts en raison d'une viscosité plus faible et d'une pression plus élevée (meilleur transfert de pression avec une faible viscosité). De plus, une température élevée favorise l'interdiffusion des molécules lors de la rencontre des fronts. A





T_{moule} = 130°C



50 µm

Fig. 77 : Images de l'entaille pour les différents essais du plan d'expérience

l'inverse, une augmentation de la vitesse d'injection et de la température du moule augmente la taille du défaut, et ce en opposition à ce qui apparaît dans la littérature [DEB 97, PIC 88b, YOK 91]. L'effet de la vitesse peut être attribué à une évacuation plus difficile de l'air par les évents favorisant ainsi son inclusion au niveau de la ligne de soudure. Ce résultat peut donc varier d'un outillage à l'autre en fonction de sa conception.

L'effet de la température du moule s'oppose à la conception générale postulant qu'une température élevée favorise la diffusion et donc réduit le défaut. Dans le cas présent, la température de l'outillage est à mettre en relation avec son influence sur le retrait. En effet, une température de moule élevée le favorise. Or, des observations au microscope



Fig. 78 : Graphes des effets des facteurs sur la largeur et la profondeur des lignes de soudure

électronique à balayage tendent à confirmer l'importance du retrait sur la formation de l'entaille. Il apparaît ainsi (Fig. 80.a) que les surfaces de la rainure sont libres de marques d'usinage de l'outillage montrant que la rainure s'est formée dès la rencontre des fronts de matière. En outre, les surfaces sont irrégulières (Fig. 80.b) ce qui est caractéristique de retraits libres (retassures). De plus, une rupture cohésive de la ligne de soudure qui est mise en évidence par des filaments solidaires des deux fronts, apparaît localement (Fig. 80.c). Cela peut s'expliquer par le retrait différentiel entre la zone externe à la ligne de soudure en contact direct avec le moule et donc rapidement refroidie, et la zone de la ligne de soudure sans contact direct avec l'outillage.

Finalement, l'épaisseur de la pièce apparaît comme le paramètre le plus important gouvernant la géométrie des lignes de soudure, avec 30 et 45 % de la contribution pour la



Fig. 79 : Contributions relatives des différents facteurs et interactions sur les caractéristiques géométriques de l'entaille

profondeur et la largeur respectivement (Fig. 82). Cette situation est à mettre en relation avec plusieurs paramètres qui sont implicitement modifiés avec l'augmentation de l'épaisseur. Tout d'abord, la température du front est plus faible lors de la formation de la soudure en raison du refroidissement plus important associé à une vitesse de front plus faible (pour un même débit nominal). La viscosité du polymère est donc plus élevée. De plus,





b.



Fig. 80 :Images MEB de la ligne de soudure

la pression est plus faible à forte épaisseur en raison des pertes de charges plus importantes, et chute plus rapidement. Tous ces éléments rendent le contact entre les fronts plus difficile et donc expliquent un défaut plus important avec une épaisseur de pièce élevée.

4.2.3. Conclusion

Les essais préliminaires ont permis d'identifier les paramètres de mise en œuvre les plus importants sur la géométrie de la ligne de soudure et donc sur la sévérité du défaut associé. Les résultats obtenus sont conformes à ceux rapportés dans la littérature et confirment que la sévérité du défaut est directement liée aux conditions de contact (température, viscosité, pression, angle de contact) des deux fronts de matière au moment de leur jonction.

On confirme ainsi l'intérêt d'une analyse locale approfondie au front de matière de façon à identifier au mieux ces conditions, et donc l'intérêt potentiel de la méthode de visualisation directe proposée, associée à la détermination des profils de vitesse associés.

4.3. Visualisation des écoulements par PIV

4.3.1. Introduction

L'objectif est ici, d'une part de valider la faisabilité de la méthode de visualisation et de mesure des profils de vitesse par PIV en injection, et d'autre part de vérifier dans quelle mesure les informations accessibles permettent ou non une meilleure compréhension des mécanismes de formation des lignes de soudure et du défaut de surface associé.

Dans un premier temps, les conditions d'essais réellement accessibles pour cette mesure seront présentés, imposées par les contraintes propres au procédé de mise en oeuvre considéré et au dispositif expérimental utilisé. Dans un deuxième temps, et compte tenu de ce contexte, l'analyse des résultats, essentiellement qualitative, est présentée, et vise à relier l'évolution du front de matière au défaut de surface de la pièce.

4.3.2. Conditions expérimentales imposées par le procédé et le dispositif expérimental

Les premiers essais d'injection ont démontré la fragilité des hublots de quartz utilisés pour l'éclairage et la visualisation de l'écoulement dans l'environnement très sévère du procédé d'injection. En particulier, les pressions très importantes générées lors du remplissage conduisent, lors de la jonction des deux fronts puis dans la phase de post-remplissage, à des efforts de compression et de cisaillement au droit des zones de centrage que les quartz ne peuvent pas supporter, conduisant irrémédiablement à leur destruction. Aussi, l'analyse du remplissage complet de la pièce est-il, dans ces conditions, impossible. Cette difficulté peut néanmoins être surmontée par l'utilisation d'un seul point d'injection et l'analyse du front de

matière associé. En effet, tant que le jonction des deux flux de matière n'est pas réalisée, les conditions de l'écoulement dans le voisinage d'un des fronts de matière ne sont pas affectées par l'existence du deuxième écoulement et l'analyse reste pertinente. En revanche, la visualisation de la jonction des deux fronts et de leur éventuelle interpénétration est, compte tenu du dispositif expérimental utilisé, non envisageable à ce stade.

Même dans ces conditions, il est nécessaire de limiter les pressions à l'intérieur de l'empreinte pendant le remplissage et notamment d'empêcher toute sur-contrainte liée au contact brutal, en fin de remplissage, du front de matière sur la paroi de l'outillage.

Compte tenu de ces considérations, le cycle d'injection retenu pour cette partie de l'étude a dû être adapté. En conséquence, l'injection a été réalisée non pas à débit d'entrée imposé, mais à pression d'entrée imposée. Celle-ci a été volontairement limitée à 800 bars, de façon à préserver l'intégrité de l'outillage. De plus, pour s'affranchir de toute augmentation imprévue du volume injecté (liée par exemple à une défaillance éventuelle de la régulation de la presse), celui-ci a été limité par une butée mécanique. Compte tenu de ces conditions particulières, le débit d'injection est variable durant le remplissage et décroît au fur et à mesure de la progression du front de matière. De plus, le remplissage étant incomplet, la phase de maintien ne présente plus d'intérêt et a été supprimée. On s'éloigne ainsi des conditions utilisées précédemment pour l'analyse de l'incidence des conditions de transformation sur la sévérité du défaut de surface associé à la ligne de soudure. En revanche, ces conditions d'injection sont cohérentes par rapport aux conditions industriellement utilisées pour la fabrication, avec ce polycarbonate, de pièces devant présenter un niveau de contraintes internes limité.

Enfin, lors d'un cycle d'injection, la température de l'outillage varie fortement. Or la conductivité thermique de l'acier constitutif du moule et celle du quartz des hublots sont très différentes. Pour injecter toujours dans des conditions thermiques similaires, il est nécessaire d'attendre, entre chaque cycle, le retour à l'équilibre thermique entre ces deux matériaux. Le temps d'entre-cycle doit donc être ajusté en conséquence. En l'occurrence, il a été montré expérimentalement qu'un temps d'attente entre deux cycles d'injection de 2 minutes était nécessaire.

Compte tenu de ces conditions spécifiques, l'analyse de l'incidence des paramètres de mise en oeuvre sur l'écoulement au front de matière ne s'avère pas, dans le cas particulier, réalisable. L'évaluation de la faisabilité de la méthode de mesure reste néanmoins accessible. Des évolutions potentielles de la conception de l'outillage, permettant de surmonter pour partie les difficultés expérimentales citées précédemment pourront être proposées en perspectives de ce travail.

4.3.3. Analyse des résultats

Les premiers enregistrements effectués en injection mettent en évidence une difficulté supplémentaire importante concernant la mise au point de la PIV. Ainsi, aucun réglage n'a permis d'obtenir des champs de vitesse cohérents, les vecteurs vitesse calculés à partir des images de l'écoulement se réduisant essentiellement à du bruit, sans adéquation avec l'écoulement étudié (Fig. 81). Une analyse détaillée des images enregistrées montre qu'il n'était pas possible de discerner les traceurs, et ce, quels que soient les réglages de la caméra (mise au point) et du laser (alignement, intensité). Le passage rapide d'une image à



Fig. 81 : *Image et champ de vitesse associé avec de la poudre d'aluminium comme traceur*

l'autre ne donne en outre aucune impression visuelle de mouvement contrairement à ce qui devrait se produire sur ce type de mesures. La configuration étant très similaire à celle utilisée auparavant avec succès en extrusion, cette différence peut être liée à l'effet différent de la mise en œuvre sur les traceurs. En effet, les particules d'aluminium utilisées ici sont probablement agglomérées et le restent en extrusion. Lors de l'injection, les conditions de pression et de cisaillement sont plus favorables à une désagglomération rendant ainsi les amas de particules plus petits, leur taille devenant insuffisante pour être discernés par la

caméra, expliquant ainsi le flou général observé. Afin de pallier à ce problème, les particules d'aluminium ont été remplacées par des billes de verre de taille plus importante (50 µm contre 1.5 pour l'aluminium).

Les mesures réalisées avec ces nouveaux traceurs ont fait apparaître deux zones distinctes en terme de qualité d'image. La partie directement à l'arrière du front reste globalement floue et permet difficilement de discerner les traceurs, alors que la zone plus en retrait montre des traceurs parfaitement discernables avec toutefois une bande floue près des parois dont la largeur augmente avec le temps (Fig. 82). Cette différence de qualité d'image a été reliée aux conditions de transmission de la lumière entre l'avant de l'écoulement, près du front, et l'arrière. En effet, près du front, le polymère n'est pas en contact direct avec le hublot de visualisation en raison de la courbure du front sur les côtés associé à l'écoulement radial lors du remplissage de la cavité (Fig. 83). Pour parvenir à la caméra, la lumière doit ainsi traverser une interface polymère-air puis une interface air-quartz pour atteindre le hublot. La première interface semble poser problème, puisqu'elle ne renvoie que des images sur lesquelles les traceurs ne peuvent pas être mis en évidence clairement. Cela peut s'expliquer par le fait que la surface du front est arrondie et en mouvement, perturbant ainsi



Fig. 82 : Ecoulement près du front de matière montrant différentes qualités d'image et l'image apparente de la surface du moule, distincte de la surface physique déterminée par l'acier (acier en bas, quartz en haut)

la transmission de l'image. Il est en outre possible que, lorsque le front est relativement plat, la lumière ne puisse simplement pas traverser cette interface en raison de l'angle d'incidence très important qui peut s'accompagner d'une réflexion totale de la lumière vers l'intérieur du polymère. L'observation de cette zone sur des pièces après éjection du moule tend d'ailleurs à confirmer cette hypothèse, puisque le front apparaît noir sans que l'on puisse voir au travers de la pièce pourtant parfaitement transparente.



Fig. 83 : Différents modes de transmission de la lumière vers la caméra (vue de dessus)

Ces observations montrent qu'il est très difficile d'effectuer des mesures de profils de vitesse immédiatement dans la zone du front de matière en raison de sa courbure sur les côtés. Dans le meilleur des cas, des mesures peuvent être envisagées 5 à 8 mm après le front, cette valeur dépendant du point de mesure, plus celui-ci étant proche du seuil, plus la courbure du front et donc la zone inaccessible étant importants (jusqu'à plus de 30 mm). La Fig. 84 montre un exemple typique des résultats obtenus dans ces conditions.

Il apparaît clairement que les profils de vitesse peuvent difficilement être exploités. En effet, le signal est fortement bruité, notamment au centre de l'écoulement (Fig. 84b). Le filtrage des vecteurs aberrants (vitesses négatives, forte composante transversale du vecteur vitesse) conduit à l'élimination de la majorité des vecteurs vitesses (Fig. 84c). Les vecteurs restant sont alors trop peu nombreux pour permettre une reconstruction pertinente du champ des vitesses (Fig. 84d).



Fig. 84. Exemple de profil de vitesse mesuré lors de l'écoulement polycarbonate dans le moule d'injection.

Deux causes principales peuvent être mises en avant afin d'expliquer ce manque de qualité des résultats obtenus, très nettement en retrait par rapport à celle des résultats obtenus en extrusion.

La première concerne la perturbation des conditions de contact polymère / outillage mise en évidence précédemment. On peut supposer que la fréquence d'acquisition des images par le système de visualisation est trop lente et ne permet pas de rendre compte de la fluctuation du profil de vitesse induite par cette perturbation. Cette difficulté est difficile à surmonter et nécessiterait l'utilisation d'un laser permettant d'accéder à des intervalles entre deux images successives et temps entre deux séries d'images beaucoup plus courts. D'autres technologies de laser sont effectivement disponibles, mais qu'il n'a pas été possible de tester lors de cette étude.

La deuxième explication est liée à l'hétérogénéité de concentration des traceurs dans l'écoulement et aux gradients de vitesse extrême associés au processus d'injection. En effet, contrairement à l'extrusion, l'écoulement est fortement anisoterme avec une température de paroi (et proche de la paroi) très inférieure à celle du reste de l'écoulement. Ceci se traduit par la formation d'une « gaine solide » en paroi de l'outillage dont la vitesse est très lente, voire nulle en cas d'écoulement collant, par rapport à la vitesse moyenne du front de matière. L'écart entre la vitesse proche de la paroi et la vitesse au centre de la veine fluide est alors, à vitesse moyenne équivalente, plus importante en injection qu'en extrusion. Aussi, l'adaptation des paramètres de mesure, et en particulier le temps entre impulsions (condition de parcours d'une portion seulement de zone d'interrogation entre deux images successives), à l'ensemble de la section de la conduite peut alors être problématique. Une solution envisageable pour résoudre cette difficulté serait de renoncer à l'analyse de l'ensemble de la section d'écoulement et de décomposer celle-ci en zones élémentaires pour lesquelles les variations de vitesse seraient suffisamment limitées pour respecter les préconisations du fournisseurs du système PIV. Compte tenu des difficultés pratiques déjà rencontrées, elle n'a pas été mise en oeuvre ici.

Malgré ces limitations importantes, certaines informations qualitatives sont néanmoins accessibles, reliant l'évolution observée du front d'écoulement à un défaut de surface sur la pièces injectée. En effet, la Fig. 85 montre le front de polycarbonate lors du remplissage de l'empreinte. Elle met clairement en évidence une différence de comportement sur les deux parois du moule. Au contact du hublot en quartz, le front de matière est parfaitement parabolique et le polymère semble adhérer parfaitement à la paroi, ce qui correspond à l'hypothèse généralement admise pour ce type d'écoulement. En revanche, le contact entre le polycarbonate et l'acier de l'outillage est singulier. Le contact semble beaucoup moins parfait, et l'on observe périodiquement un décollement à la paroi. Le glissement mis en évidence en extrusion semble exister également en injection, en particulier dans la zone du front de matière. Il entraîne, sur la paroi métallique du moule une succession de contacts et de décollements qui génèrent un défaut de surface caractérisé par une ondulation, parfaitement visible sur la surface en contact avec le moule, alors que la surface en contact avec le hublot en quartz est parfaitement lisse (Fig.86).



Fig. 85 : Image du front d'écoulement lors du remplissage du moule d'injection par le polycarbonate



Fig. 86 : Défaut en surface de la pièce généré par l'écoulement du polycarbonate dans l'outillage d'injection

Ainsi, malgré les difficultés expérimentales rencontrées lors de l'implémentation de la technique PIV en injection, les images enregistrées permettent de relier, ne serait ce que

qualitativement, les caractéristiques locales de l'écoulement à l'apparition d'un défaut de surface. De ce point de vue, ce résultat confirme l'intérêt d'une visualisation directe et de cette méthode particulière. La faisabilité d'une analyse quantitative reste néanmoins à démontrer.

4.4. Conclusion

Dans une première phase, les paramètres du procédé affectant de façon significative le défaut de surface associé aux lignes de soudures générées par l'écoulement du polycarbonate de l'étude via deux seuils d'alimentation opposés ont été identifiés sur la base d'un plan d'expérience. Les résultats obtenus confirment ceux rapportés dans la littérature pour d'autres grades de ce matériau, sa propension au glissement (mis en évidence en extrusion) n'ayant alors que peu d'incidence sur les sens de variation observés et les paramètres clé du procédé.

Dans un deuxième temps, la technique de visualisation et de mesure des champs de vitesse précédemment mise au point avec succès en extrusion a été transposée au cas de l'injection. Comme l'on pouvait s'y attendre, la plus grande complexité de ce procédé, associée à la sévérité encore accrue de l'environnement de travail (instatationnarité, gradients thermiques et de vitesse encore plus marqués, pressions élevées et contraintes mécaniques et thermiques variables durant le cycle) a conduit à mettre en évidence des difficultés pratiques supplémentaires.

Ainsi, les hublots de quartz utilisés se sont avérés très fragiles et la nécessaire conservation de l'intégrité de l'outillage a fortement limité les possibilités de prise en compte de conditions de transformation variables. Celles-ci ont donc été constantes et adaptées à ce nouvel impératif. Elles sont néanmoins restées cohérentes avec les conditions de mise en oeuvre utilisées industriellement pour le polycarbonate de l'étude pour la fabrication de pièces avec de faibles contraintes internes.

Dans ces conditions, les tentatives d'exploitation quantitative des mesures par PIV se sont avérées infructueuses. Compte tenu des caractéristiques de l'équipement utilisé et des gradients thermiques et cinématiques associés à l'écoulement considéré, les champs de vitesse mesurés, après filtrage des vecteurs aberrants, sont trop parcellaires pour permettre une reconstruction pertinente. Des solutions ont été proposées pour contourner cette difficulté mais leur l'efficacité n'a pas pu être évaluée dans le cadre de cette étude.

Néanmoins, malgré cette inadéquation du moyen de mesure à une analyse quantitative des mécanismes d'écoulement, il a permis de mettre en évidence des conditions de contacts variables dans le temps entre le polymère et l'acier constituant l'outillage, qu'il est possible de relier à un défaut d'oscillation sur la surface correspondante de la pièce. Ce résultat, bien que qualitatif et partiel, est encourageant. Il permet de conclure que la méthode proposée est adaptée à la visualisation des écoulements de polymères fondus dans les outillages d'injection, malgré la sévérité de l'environnement de travail. En revanche, son utilisation pour une analyse quantitative n'a pu être confirmée. Ce point nécessiterait une adaptation du moyen de mesure (réduction de la fréquence d'acquisition des images) qu'il n'a pas été possible de conduire dans le cadre de ce projet.

Conclusion et perspectives

L'objectif général de cette étude était de proposer et de valider la faisabilité d'une technique originale de visualisation directe des écoulements de polymères fondus dans les outillages de mise en forme par extrusion et par injection, susceptible de permettre une meilleure compréhension des mécanismes à l'origine de certains défauts de surface. L'originalité du sujet portait sur la sévérité des environnements de travail considérés (pression et températures élevés) et, dans le cas de l'injection, sur l'instationnarité de l'écoulement et les gradients thermiques et cinématiques exacerbés associés.

Une première analyse de la littérature scientifique et technique a montré la diversité des défauts de surfaces susceptibles d'être formés lors de la fabrication des pièces industrielles par injection, la complexité des mécanismes avancés pour en expliquer la génération et, globalement, la méconnaissance concernant ces mécanismes, principalement liées à la difficulté de visualisation des écoulements considérés, compte tenu des contraintes thermiques, mécaniques et optiques imposées par le procédé. La bibliographie a néanmoins permis d'identifier une méthode, la vélocimétrie par imagerie de particules, susceptible, moyennant adaptation et réglage adéquat des paramètres de mesure, de combler pour partie ce manque de connaissance, ce qui a justifié le programme de recherche mis en place.

L'étude a été réalisée avec un polycarbonate, industriellement utilisé pour la fabrication de pièces transparentes de forte épaisseur exemptes, autant que faire se peut, de contraintes internes. Ponctuellement, un autre polymère, un polystyrène, présentant des caractéristiques rhéologiques sensiblement différentes, notamment en terme de glissement à la paroi des outillages, a été utilisé à titre de comparaison.

Dans un premier temps, la méthode a été mise au point dans le cas du procédé d'extrusion, de façon à s'affranchir des problèmes d'instationnarité. Malgré la relative simplicité de ce procédé, la mise en oeuvre de la technique proposée a nécessité de surmonter de nombreuses difficultés expérimentales liées à la conception d'une filière partiellement transparente. Néanmoins, après une adaptation des conditions de mesure, il a été possible de mesurer des champs de vitesse pertinents dans ce type d'écoulement. Les résultats obtenus avec le polycarbonate montrent un comportement assez particulier de ce polymère : l'existence, en écoulement simple, d'un glissement à la paroi, dès les très faibles gradients de vitesse, a été démontrée et confirmée par analyse rhéologique traditionnelle par la méthode de Mooney, couplée à une simulation numérique permet alors d'évaluer l'incidence de l'existence de ce glissement lors de l'écoulement dans des géométries plus complexes.

La transposition de la technique de mesure au cas instationnaire de l'injection a mis en évidence des difficultés expérimentales encore plus prononcées, qui justifient qu'elle n'ait été que très rarement et très partiellement rapportée dans la littérature, limitée généralement à l'analyse des écoulements de fluides modèles (faibles viscosité, faibles pressions, écoulement isotherme réalisé proche de la température ambiante). Certaines de ces difficultés n'ont pu être surmontées dans le cadre de cette étude. Elles concernent les possibilités d'utilisation de cette méthode pour une analyse quantitative des écoulements en injection. Certaines pistes d'améliorations ont néanmoins été proposées, qui restent à mettre en oeuvre dans le cadre d'études futures.

Cependant, l'intérêt de la méthode proposée pour la visualisation et l'analyse qualitative des écoulements en injection thermoplastique a été néanmoins confirmé. L'examen des images obtenues a en particulier clairement montré l'existence de conditions de contacts polymère / outillage variables durant la phase de remplissage, qu'il est possible de mettre en relation avec un défaut d'ondulation en surface de la pièce fabriquée.
Les perspectives de poursuite de ce travail portent prioritairement sur l'adaptation de la méthode de mesure à l'analyse quantitative des écoulement en injection thermoplastique. Plusieurs voies pourraient être explorées.

La première concerne la conception de l'outillage, et en particulier les détails de l'intégration des hublots indispensables à l'éclairage et à la visualisation. La connaissance acquise lors de cette étude du comportement mécanique de ce matériau, de sa fragilité et de sa différence de dilatation thermique avec l'acier devrait conduire à la limitation des usinages de façon à limiter les concentrations de contraintes.

La deuxième perspective concerne l'outil de mesure lui même, qui doit permettre, dans le cas de l'injection, des fréquences d'acquisition compatibles avec les fluctuations potentielles de l'écoulement. Des dispositifs existent, qu'il conviendrait d'évaluer.

Enfin, la troisième perspective, qui nécessite néanmoins la résolution des deux verrous précédents, pourrait se baser sur une analyse découplée des écoulements proches de la paroi et dans la veine fluide, de façon à adapter les conditions de mesures aux conditions locales d'écoulement, nécessaire compte tenud es gradients thermiques et cinématiques très importants dans ce type de procédé.

Références bibliographiques

- [A 81] *Causes and Solutions of Molding Defects*, Plastics Design & Processing, June/July, 1981, 32-56
- [Aga 05] J.F. Agassant, D. Arda, C. Combeaud, A. Merten, H. Münstedt, M.R. Mackley, L. Robert, B. Vergne, *Polymer processing extrusion instabilities and methods for their elimination or minimisation*, Proceedings of the 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-21), Leipzig, Germany, June 19-23, 2005, Paper KL 1.3
- [Bay 95] Moulage par injection : Défauts, causes, remèdes, Bayer AG, Oct. 1995
- [Bea 92] G. Beall, *The Trouble with the Sink Marks*, Kunststoffe German Plastics, 82 (5), 1992, 24-26
- [Blo 00] D. Bloom, C. Gorman, *Training program for troubleshooting injection molded defects*, ANTEC 2000, 3816-3818
- [Bry 98] D. M. Bryce, Injection Molding Troubleshooting Demystified, Part 5 : Causes of and Solutions for Specific Defects, Molding Systems, Sept, 1998, 36-39
- [Bür 01] E. Bürkle, B. Klotz, P. Lichtinger, *Transparency in Injection Moulding*, Kunststoffe Plast Europe, 91 (11), 2001, 17-21
- [Cha 92] C.M. Chan, A. Nixon, S. Venkatraman, *Effects of the low-surface-energy* component on the viscosity of poly(ether ether ketone) and polytetrafluoroethylene blends, Journal of Rheology, 36 (5), 1992, 807-820
- [Cha 96] M. C. O. Chang, *Surface Defect Formation in the Injection Molding of Acrylonitrile-Styrene-Acrylate Polymers*, International Polymer Processing, 11 (1), 1996, 76-81

- [Cha 99] T. C. Chang, E. Faison, *Optimization of the weld line in injection molding via an experimental design approach*, ANTEC 1999, 486-490
- [Cha 00] J. Y. Charmeau, M. Tixier, D. Roux, J. M. Barthez, V. Durand, J. P. Gazonnet, B. Monasse, L. Mathieu, L. Stockman, M. Vincent, J. M. Haudin, *Défauts d'aspect des pièces moulées par injection : exemple de l'influence de la surface du moule sur les "défauts de vagues"*, Bulletin du cercle d'étude des matériaux, 17 (1), 2000
- [Cha 03] G.S. Chang, J.S. Koo, K.W. Song, Wall slip of Vaseline in steady shear rheometry, Korea-Australia Rheology Journal, 15 (2), 2003, 55-61
- [Con 05] L.M.C. Conceicao, B. Haworth, Extensional flow, rupture and foaming of nanocomposites containing recycled HDPE, Proceedings of the 21th Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-21), Leipzig, Germany, June 19-23, 2005, Symposium 12: Nano-Structured Materials
- [Deb 97] E. Debondue, Les mécanismes de formation et de cohésion des lignes de soudure de flux dans les pièces injectées en matière plastique, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille/Ecole des Mines de Douai, 1998
- [Deb 04a] E. Debondue, J.-E. Fournier, M.-F. Lacrampe, P. Krawczak, Weldlines in injection-moulded reinforced thermoplastics: Mechanical performance improvement through intrusion induced fibre orientation, Polymers & Polymer Composites, 12, 5, 2004, 373-82
- [Deb 04b] E. Debondue, J.-E. Fournier, M.-F. Lacrampe, P. Krawczak, Weldline sensitivity of injected amorphous polymers, Journal of Applied Polymer Science, 93, 2, 2004, 644-50
- [Den 01] Denn M. M., *Extrusion instabilities and wall slip*, Annual Reviews of Fluid Mechanics, 33, 2001, 265-87
- [DeS 87] C. De Smedt, S. Nam, *Processing benefits of fluoroelastomer application in LLDPE*, Plastics and rubber processing and applications, 8 (1), 1987, 11-16
- [Dha 99] A. Dharia, Analysis of Halo Effects on Injection Molded Parts, Journal of Injection Molding Technology, 3 (2), 1999, 67-72
- [Dim 02] F. Dimier, B. Vergnes, M. Vincent, *Le glissement à la paroi d'un mélange de caoutchouc naturel*, Rhéologie, 1, 2002, 35-39
- [Dow 97] D.R. Dowling, T.J. Bress, *Visualization of injection molding*, ANTEC 1997, 3692-96

- [Fel 95] S. Fellahi, A. Meddad, B. Fisa, B.D. Favis, Weldlines in injection-molded parts: a review, Advances in Polymer Technology, 14 (3), 1995, 169-195
- [Fis 91] B. Fisa, M. Rahmani, *Welding strength in injection molded glass fibres reinforced polypropylene*, Polymer Engineering and Science, 31 (18), 1991, 1330-1336
- [Gar 99] M.C. Garcia Gutierrez, D.R. Rueda, F.J. Balta Calleja, Microhardness study across the weld line in doubly injection-molded glassy polymers, Journal of materials science letters, 18, 199, 1237-1238
- [GE 98] Injection moulding, mini guide, GE Plastics, 1998
- [Geo 97] F. Georgi, *De la mise en forme à l'adhésion*, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, 1997
- [Gha 99] V.G. Ghanta, B.L. Riise, M.M. Denn, Disappearance of capillary instabilities in brass capillary dies, Journal of Rheology, 43, 1999, 435-442
- [Han 96] C. Y. Han, M. D. Wolkowicz, D. Dong, S. S. Dagli, Correlation between flow-lines and rheology/morphology for injection molded PP/PS alloys, ANTEC 1996, 2606-2611
- [Hat 91] S.G. Hatzikiriakos, J.M. Dealy, *Wall slip of molten high density polyethylenes. I. Sliding plate rheometer studies*, Journal of Rheology, 35 (4), 1991, 497-523
- [Hat 92] S.G. Hatzikiriakos, J.M. Dealy, *Wall slip of molten high density polyethylenes. II. Capillary rheometer studies*, Journal of Rheology, 36 (4), 1992, 703-741
- [Hat 93] S.G. Hatzikiriakos, A slip model for linear polymers based on adhesive failure, International polymer processing, 8, 1993, 135-142
- [Hay 00] G. Hay, M.E. Mackay, S.A. McGlashan, Y. Park, Comparison of shear stress and wall slip measurement techniques on a linear low density polyethylene, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 92, 2000, 187-201
- [Her 03] H. Hervet, L. Léger, *Flow with slip at the wall: from simple to complex fluids*, C. R. Physique, 4, 2003, 241-249
- [Hob 96] S. Y. Hobbs, The Development of Flow Instabilities During the Injection Molding of Multicomponent Resins, Polymer Engineering and Science, 32 (11), 1996, 1489-1494
- [Iye 02] N. Iyer, K. Ramani, A Study of Localized Shrinkage in Injection Molding with High Thermal Conductivity Molds, Journal of Injection Molding Technology, 6 (2), 2002, 73-90

- [Jai 01] N. S. Jain, C. M. F. Barry, *Criteria for flow instabilities in end-gated injection* molds, ANTEC 2001, 471-475
- [Jos 00] Y.M. Joshi, A. K. Lele, R.A. Mashelkar, *A unified wall slip model*, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 94, 2000, 135-149
- [Kor 99] F. Koran, J.M. Dealy, Wall slip of polyisobutylene: interfacial and pressure effects, Journal of Rheology, 43 (5), 1999, 1291-1306
- [Kra 00] *Guide to surface defects on thermoplastics injection molded parts*, Krauss-Maffei Kunststofftechnik GmbH, 2000
- [Lam 05] Y. Lam, A.C.Y. Wong, Fluctuation in mixing quality during single-screw extrusion, Proceedings of the 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-21), Leipzig, Germany, June 19-23, 2005, Paper SL 01.3
- [Lau 86] H.C. Lau, W.R. Schowalter, *A model for adhesive failure of viscoelastic fluids during flow*, Journal of Rheology, 30 (1), 1986, 193-206
- [Lég 97] L. Léger, H. Hervet, G. Massey, E. Durliat, Wall slip in polymer melts, Journal of Physics: Condensed Matter, 9, 1997, 7719-7740
- [Liu 01a] S.-J. Liu, C.-H. Lin, Y-C. Wu, *Minimizing the Sinkmarks in Injection-Molded Thermoplastics*, Advances in Polymer Technology, 20 (3), 2001, 202-215
- [Liu 01b] S.-J. Liu, *Effects of processing parameters on formation of sinkmarks on injection moulded parts*, Plastics, Rubber and Composites, 30 (4), 2001, 170-174
- [Mac 02] A. Maciel, V. Salas, J.F.A. Soltero, J. Guzman, O. Manero, On the wall slip of polymer blends, Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics, 40, 2002, 303-316
- [Mal 82] S. Malguarnera, *Weld lines in polymer processing*, Polymer Plastics Technology and Engineering, 18 (1), 1982, 1-45
- [Mar 02] M.T. Martyn, T. Gough, S. Spares, P.D. Coates, M. Zarloukal, *Visualisation and analysis of LDPE melt flows in a coextrusion geometry*, ANTEC 2002, 937-41
- [Mar 05] M.T. Martyn, M. Zatloukal, R. Spares, P.D. Coates, Observation and analysis of polyethylene melt flow in a coextrusion geometry, Proceedings of the 21th Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-21), Leipzig, Germany, June 19-23, 2005, Symposium 1: Extrusion & Coating
- [Mie 98] D. F. Mielewski, D. R. Bauer, P. J. Schmitz, H. Van Oene, Weld Line Morphology of Injection Molded Polypropylene, Polymer Engineering and Science, 38 (12), 1998, 2020-2028

- [Mit 03] E. Mitsoulis, M. Schwetz et H. Münstedt, *Entry flow of LDPE melts in a planar contraction*, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanic, 11, 2003, 41-61
- [Mit 05] E. Mitsoulis, I.B. Kazatchkov, S.G. Hatzikiriakos, The effect of slip in the flow of a branched PP melt: experiments and simulations, Rheologica Acta, 44, 2005, 418-426
- [Mun 00] Münstedt H., Schmidt M. et Wassner E., *Stick and slip phenomena during extrusion of polyethylene melts as investigated by laser-doppler velocimetry*, Journal of Rheology, 44 (2), 2000, 413-27
- [Nab 05] J. Nabialek, Monitoring and Recording of the Polymer Flow in a Mold Cavity During the Injection Molding Process, Proceedings of the 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-21), Leipzig, Germany, June 19-23, 2005, Paper P13.7
- [Nig 03] S. Nigen, N. El Kissi, J.M. Piau, S. Sadun, Velocity field for polymer melts extrusion using particle image velocimetry, stable and unstable flow regimes, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 112, 2003, 177-202
- [Oli 06] M. Oliveira, M.A. Alves, G.H. Mckinley, F.T. Pinho, Extensional flow through micorfabricated hyperbolic contractions, 3rd Annual European Rheology Conference, Hersonisos, Crete, Greece, April 27-29, 2006
- [Pic 87] S. Piccarolo, A. Rallis, G. Titomanlio, Effect of injection moulding conditions on knit-line formation, Plastics and Rubber Processing and Application, 8 (3), 1987, 181-184
- [Pic 88a] S. Piccarolo, A. Rallis, G. Titomanlio, *Knit Lines Structure in Injection Molding, Microscopic Analysis of PA 6 Samples*, International Polymer Processing II, 3 (4), 1988, 137-141
- [Pic 88b] S. Piccarolo, M. Saiu, *Knit-line structure in the injection molding of polystyrene*, Plastics and Rubber Processing and Applications, 10 (1), 1988, 11-16
- [Raf 98] M. Raffet, C. Willert, J. Kompenhans, Particle image velocimetry: a practical guide, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1998
- [Ram 86] A.V. Ramamurthy, Wall slip in viscous fluids and influence of materials of construction, Journal of Rheology, 30 (2), 1986, 337-357
- [Rob 04] Robert L., Demay Y. et Vergnes B., Stick-slip flow of high density polyethylene in a transparent slit die investigated by laser doppler velocimetry, Rheologica Acta, 43, 2004, 89-98

- [Sai 00] T. Saito, I. Satoh, Y. Kurosaki, Quantitative visualization on time-dependent surface profile of polymer injection molding using He-Ne laser interference, 9th International Symposium on Flow Visualization, 2000, paper 260
- [Sal 97] B. A. Salamon, R. J. Donald, Characterizing and Controlling Secondary Flows in Injection Molds, Journal of Injection Molding Technology, 1 (1), 1997, 36-43
- [She 97] A. R. Shekar, *Trouble shooting in injection moulding*, Popular Plastics & Packaging, Dec, 1997, 69-74
- [Ste 93] C. W. Stewart, *Wall slip in the extrusion of linear polyolefins*, Journal of Rheology, 37, 3, 1993, 499-513
- [Tit 89] G. Titomanlio, S. Piccarolo, A. Rallis, *Knit Lines Structure in Injection Molding of Nylon 6: Relation to First Solidified Sample Cross Section*, Polymer Engineering and Science, 29 (4), 1989, 209-213
- [Tre 99] L. Tredoux, I. Satoh, Y. Kurosaki, Investigation of Wavelike Flow Marks in Injection Molding: Flow Visualization and Micro-Geometry, Polymer Engineering and Science, 39 (11), 2000, 2233-2241
- [Tre 00] L. Tredoux, I. Satoh, Y. Kurosaki, Investigation of Wavelike Flow Marks in Injection Molding: A New Hypothesis for the Generation Mechanism, Polymer Engineering and Science, 40 (10), 2000, 2161-2174
- [Tur 00] D. Tursi, S. P. Bistany, Process and Tooling Factors Affecting Sink Marks for Amorphous and Crystalline Resins, Journal of Injection Molding Technology, 4 (3), 2000, 114-119
- [Wan 05] L. Wang, M.G. Olsen et R.D. Vigil, Reappearance of azimuthal waves in turbulent Taylor-Couette flow at large aspect ratio, Chemical Engineering Science, 60, 2005, 5555-68
- [Wu 06] Y.-C. Wu, S.-J. Liu, Flow visualization of the fluid assisted injection molding process, Proceeding of the 22nd Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-22), Yamagata, Japan, July 2-6, 2006, Paper SP 05.10
- [Yam 06] M. Yamabe, K. Sato, T. Wada, Y. Okada, R. Nakano, Visualization of the skin layer during injection molding process, Proceeding of the 22nd Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-22), Yamagata, Japan, July 2-6, 2006, Paper SP 05.10
- [Yan 06] A. Yanev, G. Dias, A. Cunha, *Transparent mould for two component injection moulding visualization*, Proceeding of the 22nd Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-22), Yamagata, Japan, July 2-6, 2006, Paper SP 05.06

- [Yar 98] A.L. Yarin, *A model for slip at polymer/solid interfaces*, Journal of Rheology, 42 (6), 1998, 1491-1504
- [Yok 91a] H. Yokoi, S. Kamata, T. Kanamatsu, *Visual Observation of Three-Dimensional Melt Flow Inside a Mold Cavity by Gate-Magnetization Method*, ANTEC 1991, 358-362
- [Yok 91b] H. Yokoi, Y. Murata, K. Oka, H. Watanabe, *Visual Analysis of Weld Line Vanishing Process by Glass-Inserted Mold*, ANTEC 1991, 367-371
- [Yok 92] H. Yokoi, Y. Inagaki, *Dynamic visualization of cavity filling process along thickness direction using a laser-light-sheet technique*, ANTEC 1992, 457-60
- [Yok 94a] H. Yokoi, S. Nagami, A. Kawasaki, Y. Murata, Visual analyses of flow marks generation process using glass-inserted mold – Part I. Micro-grooved flow marks, ANTEC 1994, 368-372
- [Yok 94b] H. Yokoi, Y. Deguchi, I. Sakamoto, Y. Murata, Visual analyses of flow marks generation process using glass-inserted mold – Part II. Synchronous flow marks with same phases on both top and bottom surfaces of molded samples, ANTEC 1994, 829-832
- [Yok 05] H. Yokoi, X. Han, Visualization Analysis of Melt Flowing Behavior into Micro-scale Grooves during Cavity Filling Process in Injection Molding, Proceedings of the 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-21), Leipzig, Germany, June 19-23, 2005, Paper SL 2.6
- [Yok 06] H. Yokoi, Visualization analyses of injection molding phenomena inside mold and heating cylinder, Proceeding of the 22nd Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-22), Yamagata, Japan, July 2-6, 2006, Paper PL 03
- [Yoo 02] Y.-E- Yoo, S. Park, S.-H. Lee, Improving the aesthetics and the mechanical properties of the injection molded parts using a mold with high temperature, SPE Automotive TPO Global Conference, Dearborn, Mi, 30th Sept–2nd Oct 2002, 305-311
- [Yos 93] M. Yoshii, H. Kuramoto, K. Kato, *Experimental Study of Transcription of Smooth Surfaces in Injection Molding*, Polymer Engineering and Science, 33 (19), 1993, 1251-1259
- [Yos 96] M. Yoshii, H. Kuramoto, T. Kawana, K. Kato, The Observation and Origin of Micro Flow Marks in the Precision Injection Molding of Polycarbonate, Polymer Engineering and Science, 36 (6), 1996, 819-826

RESUME

La qualité ou les défauts esthétiques des pièces plastiques sont en partie gouvernés par les conditions d'écoulement du polymère fondu durant la phase de remplissage des outillages. Certaines hypothèses, notamment celle d'un glissement à la paroi, ont été avancées dans la littérature pour en expliquer l'origine. Mais, faute de moyens adéquats et compatibles avec l'environnement très sévère du procédé, très peu de travaux expérimentaux ont été réalisés pour les confirmer. La présente étude tente de combler cette lacune en analysant la faisabilité d'une méthode originale de visualisation directe des écoulements dans les procédés d'extrusion et d'injection, par vélocimétrie laser par imagerie de particules. Les résultats obtenus pour le procédé d'extrusion sont concluants et confirment la validité de cette méthode. Dans le cas particulier d'un polycarbonate, ils mettent en évidence un glissement à la paroi dès les faibles gradients de vitesse, confirmé par des mesures rhéologiques traditionnelles. Ce glissement peut induire des perturbations, notamment au droit de discontinuités géométriques. La transposition au cas de l'injection, plus délicate, a mis en évidence des difficultés pratiques liées à la sévérité du procédé. Néanmoins, une analyse qualitative a permis de relier les conditions d'écoulement en paroi à l'apparition d'un défaut d'oscillation de front. L'analyse quantitative reste néanmoins à mettre en oeuvre dans des études futures.

Mots clés :

Rhéologie, glissement, vélocimétrie laser, extrusion, injection, polycarbonate