

N° d'ordre: 1863

50376
1996
418

THESE DE DOCTORAT

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

en vue de l'obtention du titre de

DOCTEUR

en

CHIMIE ORGANIQUE ET MACROMOLECULAIRE

Spécialité Polymères à l'état solide

par

Lionel PREVORS

Ancien Elève des Ecoles Militaires d'Enseignement Technique de l'Armée de l'Air.
Ingénieur de l'Ecole des Mines de Douai.

**Application de la Radiothermométrie Micro-ondes
à la mesure de gradients thermiques au sein des
procédés de transformation des polymères.**

Soutenue le 10 Décembre 1996 devant la commission d'examen

Membres du Jury :	Mme G. COULON	Président
	MM A. GOURDENNE	Rapporteur
	J.L.VATERKOWSKI	Rapporteur
	A. CHAPOTON	Examineur
	M. CHIVE	Examineur
	V. RINGEISEN	Examineur
	J. PABIOT	Examineur

Laboratoire d'accueil :

Département Technologie des Polymères et Composites de l'Ecole des Mines de Douai.

Directeur de thèse : J. PABIOT, Professeur et Responsable du laboratoire d'accueil.



Ce travail, je le dédie à mon Père.

Grâce à toi Carole, mon épouse, j'ai pu tenir une promesse faite il y a plus de quinze ans.

*Mes enfants, Antoine et Paule, je vous remercie d'avoir
dû supporter un Papa pas toujours très patient.*

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'École des Mines de Douai dirigée par Monsieur M. COTTE, Ingénieur en Chef des Mines, au sein du Département Technologie des Polymères et Composites.

Je remercie Madame le Professeur G. COULON qui me fait l'honneur de présider la commission d'examen.

Que Monsieur le Professeur A. GOURDENNE, Responsable du Laboratoire Matériaux à l'E.N.S.C. de Toulouse et Monsieur le Professeur J.L. VATERKOWSKI Directeur de l'E.N.S.M.M. de Besançon, soient ici remerciés de l'honneur qu'ils me font en jugeant ce travail.

Je remercie Monsieur le Professeur J. PABIOT, Responsable du Département Technologie des Polymères et Composites pour la direction de ce travail.

Mes sincères remerciements à Monsieur le Professeur A. CHAPOTON Responsable de l'équipe "Matériaux Nouveaux" à l'I.E.M.N., Monsieur le Professeur M. CHIVE Responsable de l'équipe "Circuits et Applicateurs" à l'I.E.M.N. et Monsieur V. RINGEISEN Directeur Recherche et Technique au sein de la société BRUKER, pour leur participation à ce jury d'examen.

Pour leur aide lors des mesures réalisées sur la permittivité des polymères je remercie MM A. CHAPOTON, C. LEGRAND et A. BOUGHRIET. Mes remerciements vont également à Mesdames DELOS et LEPILLIET ainsi qu'à Monsieur PLAYEZ de la Centrale de Caractérisation de l'I.E.M.N.

Lors du développement de l'antenne et du noyau de logiciel, j'ai beaucoup apprécié de travailler avec Messieurs M. CHIVE et L. DUBOIS, Maître assistant à l'IEMN ainsi qu'avec V. SAGOT.

C'est avec beaucoup de reconnaissance que je remercie Monsieur le Professeur E. LORTHIOIR du Département Technologie des Polymères et Composites pour son aide morale et matérielle tout au long de ces années.

Que Monsieur C. LINZ, Ingénieur au Département Technologie des Polymères et Composites, soit également remercié pour son imagination et pour toutes ses discussions constructives.

Je n'oublierai pas de remercier E. LAFRANCHE Ingénieur et compagnon de route pendant quatre ans.

Merci à Madame C. HOLUIGUE, Enseignant Chercheur pour la relecture de ce travail.

Pour la réalisation de la cellule de mesure au standard APC7, mes remerciements vont à Mr J.M. POLLET, Responsable de l'Atelier.

Enfin, je ne serais pas complet sans remercier les enseignants et chercheurs du Département que j'ai côtoyé tout au long de ce travail, R. BEQUIGNAT, M. RYCKEBUSH, V. ANDRIAMANANTENA, E. DEBONDUE, P. GERARD, G. GOULLEY, L. DUFRANCATEL, V. LIETARD et C. TAMIATTO.

1.	Situation et Objectif de la recherche.	
1.1.	LA THERMOMECHANIQUE DES ECOULEMENTS DE POLYMERES DANS LES PROCEDES DE MISE EN FORME	1
1.1.1.	PROBLEME DE LA THERMIQUE DANS LES TECHNOLOGIES DE MISE EN FORME DES POLYMERES THERMOPLASTIQUES.....	4
1.1.1.1.	Le problème général	4
1.1.1.2.	De l'état solide à l'état fondu	4
1.1.1.3.	Les écoulements de polymères	5
1.1.2.	EQUATIONS GENERALES DE LA MECANIQUE	6
1.1.3.	LES LOIS DE COMPORTEMENT	8
1.1.3.1.	Comportement Newtonien	8
1.1.3.2.	Comportement pseudo-plastique	9
1.1.3.3.	Comportement viscoélastique	10
1.1.4.	EQUATION DE LA THERMIQUE	11
1.1.5.	NOTION DE REGIME THERMIQUE	12
1.1.6.	DEVELOPPEMENT DE LOGICIELS DE SIMULATION THERMOMECHANIQUE DES ECOULEMENTS DE POLYMERES.....	17
1.1.6.1.	Le refroidissement dans les outillages des procédés de transformation	21
1.1.7.	MOYENS ACTUELS DE MESURE DE LA TEMPERATURE DANS LES ECOULEMENTS.....	23
1.1.8.	CONCLUSION	25
1.2.	LA RADIOMETRIE MICRO-ONDES.....	26
1.2.1.	PRINCIPES GENERAUX.....	26
1.2.2.	PERMITTIVITE DIELECTRIQUE.....	29
1.2.2.1.	Milieux polaires et non polaires	29
1.2.3.	PRINCIPE DE LA RADIOMETRIE EN CHAMP PROCHE	37
1.2.4.	LE BRUIT THERMIQUE.....	37
1.2.5.	LES DIFFERENTES METHODES DE THERMOMETRIE MICRO-ONDES.	39
1.2.5.1.	La thermométrie micro-ondes	39
1.2.5.2.	La thermométrie micro-ondes multi-sondes	40
1.2.5.3.	La thermométrie micro-ondes multi-fréquences	40
1.2.5.4.	La thermométrie micro-ondes par corrélation	40
1.2.6.	LES DIFFERENTS TYPES DE RADIOMETRES.	42
1.2.6.1.	Les radiomètres à puissance totale	42
1.2.6.2.	Le radiomètre de Dicke	42
1.2.7.	APPLICATIONS ACTUELLES DE LA RADIOMETRIE MICRO-ONDES.	44
1.2.7.1.	Applications médicales	44
1.2.7.2.	Application de la radiométrie au contrôle des revêtements routiers 48	
1.2.7.3.	Application de la radiométrie à l'industrie textile	49
1.2.8.	CONCLUSION	51
1.3.	PROGRAMME DE RECHERCHE	52

2. Applicabilité de la radiométrie micro-ondes aux polymères.

2.1. INTRODUCTION	1
2.2. CONTROLE DE LA RETICULATION D'UNE RESINE.	1
2.3. IDENTIFICATION DE TRACES DE POLLUANTS DANS UN ECOULEMENT DE POLYMERES.....	4
2.4. TRACEUR AU NOIR DE CARBONE.....	6
2.5. UTILISATION DE LA RADIOMETRIE EN TANT QUE CONTRASTEUR DIELECTRIQUE.	7
2.6. CONCLUSION.....	7

3. Mesure de la Permittivité des polymères en fonction de la température.

3.1. INTRODUCTION	1
3.2. PRESENTATION DES DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION.....	1
3.2.1. LA METHODE DES PETITES PERTURBATIONS.....	1
3.2.2. CAVITE REMPLIE DE MATERIAU.	2
3.2.3. MESURE EN GUIDE D'ONDE.	2
3.2.4. TECHNIQUE DU MINIMUM DE REFLEXION.	5
3.2.5. MESURE EN ESPACE LIBRE.....	6
3.2.6. METHODES UTILISANT LES GUIDES COAXIAUX.....	6
3.2.7. CONCLUSION	8
3.3. DESCRIPTION DE LA METHODE RETENUE.....	9
3.3.2. SCHEMA DE LA CELLULE COAXIALE.....	10
3.4. PRINCIPE DETAILLE DU CALCUL DE LA PERMITTIVITE POUR UN QUADRIPOLE AVEC UNE CELLULE COAXIALE.....	11
3.4.1. L'ANALYSEUR DE RESEAUX VECTORIEL.....	12
3.4.2. CALIBRAGE.....	13
3.4.3. MESURE SUR DES ECHANTILLONS DE REFERENCE A FAIBLES PERTES. ...	14
3.4.3.1. Mesure des caractéristiques de la cellule avec de l'air.....	14
3.4.3.2. Mesure des caractéristiques du Polytétrafluoroéthylène.....	15
3.4.3.3. Thermique de la cellule.....	15
3.4.4. CONDITIONNEMENT DES ECHANTILLONS.....	16
3.5. RESULTATS EXPERIMENTAUX	17
3.5.1. POLYCHLORURE DE VINYLE	18
3.5.2. POLYCHLORURE DE VINYLE PLASTIFIE.....	20
3.5.3. POLYURETHANNE THERMOPLASTIQUE	21
3.5.4. ACRYLONITRILE BUTADIENE STYRENE.....	23
3.5.5. POLYMETHACRYLATE DE METHYLE.....	24
3.6. CONCLUSION.....	25

4. Détermination du profil de température au sein d'un polymère en écoulement dans une filière d'extrudeuse.

4.1. CARACTERISATION DU RADIOMETRE ODAM TMO 3000.	1
4.2. DEFINITION ET REALISATION D'UN ENSEMBLE FILIERE DE MESURE.....	3
4.3. CONCEPTION ET REALISATION D'UNE ANTENNE ADAPTEE AUX POLYMERES .	5
4.3.1. PRINCIPE	5
4.3.2. RESULTATS.....	8
4.4. MESURE ET VERIFICATION DE LA CAPABILITE DE LA RADIOMETRIE MICRO- ONDES SUR UN PROCEDE INDUSTRIEL TEL QUE L'EXTRUSION DE POLYMERES ..	14
4.4.1. SENSIBILITE A L'ENVIRONNEMENT THERMIQUE.....	15
4.4.2. SENSIBILITE A LA PRESSION HYDROSTATIQUE DANS LE CANAL DE LA FILIERE16	
4.4.3. SENSIBILITE AUX PERTURBATIONS ELECTROMAGNETIQUES.....	18
4.4.4. REPRODUCTIBILITE.....	20
4.4.4.1. Définition des critères de représentation des gradients thermiques.....	20
4.4.4.2. essai de reproductibilité.....	22
4.4.5. SENSIBILITE A UNE VARIATION THERMIQUE.....	28
4.4.6. CONCLUSION QUANT A LA DISPERSION MAXIMALE DES SIGNAUX RADIOMETRIQUES.....	29
4.5. DEVELOPPEMENT D'UN LOGICIEL DE CALCUL DE PUISSANCE RAYONNEE.....	30
4.5.1. MODELISATION	31
4.5.2. ALGORITHME DU LOGICIEL DE CALCUL DE LA PUISSANCE RAYONNEE	33
4.5.3. DISCRETISATION DU SYSTEME D'EQUATIONS.....	35
4.5.4. ETUDE COMPARATIVE DE LA RESOLUTION DE L'EQUATION D'HELMHOLTZ	37
4.5.5. ETALONNAGE.....	38
4.5.6. L'OFFSET RADIOMETRIQUE.....	41
4.6. CALCULS DE SIGNAUX RADIOMETRIQUES SUR PLUSIEURS PROFILS	43
4.6.1. ENCADREMENT DE PROFILS REELS PAR DES PROFILS VIRTUELS A PARTIR DES TEMPERATURES RADIOMETRIQUES EQUIVALENTES.....	44
4.6.1.1. Profils de type "symétrique".....	44
4.7. DEVELOPPEMENT D'UN LOGICIEL DE RECONSTRUCTION DE PROFILS THERMIQUES.....	48
4.7.1. MODULE DE STOCKAGE DE PROFILS DE REFERENCE	50
4.7.2. MOTEUR DE RECHERCHE DANS LA BASE DE DONNEES "PROFIL".....	52
4.8. VALIDATION DU LOGICIEL DE RECONSTRUCTION	54
4.9. CONCLUSION.....	58

5. Conclusion Générale.

CHAPITRE 1

Situation et Objectif de la recherche.

1.1. LA THERMOMECHANIQUE DES ECOULEMENTS DE POLYMERES DANS LES PROCEDES DE MISE EN FORME

Les seules matières utilisées par l'homme ont été, pendant des milliers d'années et jusque vers la fin du XIX^{ème} siècle des substances naturelles. Celles-ci répondaient à presque tous ses besoins mais restaient pour la majorité d'entre elles de coût élevé. L'étude de la structure de ces matières a permis aux chimistes et aux physiciens d'imiter la nature en synthétisant des produits nouveaux. L'année 1870 vit apparaître le Celluloïd pour remplacer l'ivoire, la corne, l'écaille, la première des résines de synthèse, la "Bakélite" sortit en 1907 sur le marché.

A partir de ce moment, les plastiques nouveaux se succèdent à un rythme accéléré en prenant une place de plus en plus importante en remplacement des matériaux naturels.

La possibilité de les mouler, de les colorer, de les travailler rapidement leur confère un avantage considérable. Ainsi la progression des polymères dans la manufacture des produits n'a cessé de se développer depuis quarante ans tant au niveau qualitatif qu'au niveau quantitatif. Des lanceurs en matériaux composites jusqu'aux boîtiers électriques en passant par le secteur biomédical, des pans entiers de l'industrie ont été et sont concernés.

Les matières plastiques sont constituées de macromolécules, c'est-à-dire des structures contenant des milliers d'atomes connectés les uns aux autres par des liaisons chimiques. Les fabricants de produits chimiques fournissent aux fabricants de matières plastiques les entités élémentaires ou "monomères" qui seront nécessaires à la constitution du "polymère".

Les monomères, contenant au plus un enchaînement d'une douzaine d'atomes, sont assemblés suivant deux voies principales de production qui sont la polyaddition et la polycondensation. La première s'effectue rapidement et sans résidu à partir de monomères porteurs de doubles liaisons, lorsque les monomères sont différents il s'agit de copolymérisation.

La polycondensation se fait lentement à partir de matières de base, présentant des groupes fonctionnels différents et qui réagissent progressivement les uns sur les autres en abandonnant éventuellement un résidu simple comme l'eau, le gaz carbonique ou l'ammoniac.

Les propriétés physiques, telles que la rigidité, la dilatation thermique, ou la résistance au frottement des matières plastiques dépendent de la structure et de l'ordonnement des groupements moléculaires constitutifs du matériau. La matière condensée peut présenter une structure comprenant des noeuds physiques, enchevêtrements de macromolécules, ou des noeuds chimiques entre les différents éléments. Le comportement face à une élévation de la température conduit à distinguer deux grandes familles: *les thermoplastiques* et *les thermodurcissables*.

Un matériau thermoplastique est un corps macromoléculaire avec une structure linéaire qui devient malléable et pâteux quand il est chauffé. Après un refroidissement, il se rigidifie, l'opération est réversible.

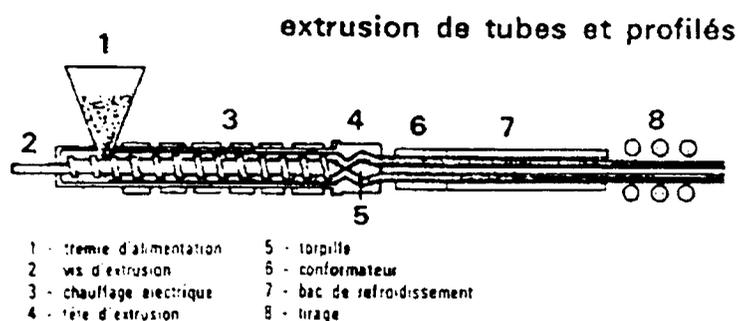
Un thermodurcissable est constitué d'un arrangement qui se présente sous la forme d'une structure tridimensionnelle issue de la réticulation de la matière, c'est à dire, la création des multiples connections entre les entités macromoléculaires. Le produit, sous l'effet de la chaleur se fixe dans sa forme chauffée, les liaisons sont renforcées et le matériau est définitivement rigidifié [v Kre 1989].

Les polymères avant transformation peuvent être livrés sous la forme de liquides, de poudres ou de granulés. La chaleur et la pression sont les principaux facteurs dont les actions correspondent à :

- la plastification, qui permet le passage de l'état solide, en poudre ou en granulés à un état liquide suffisamment homogène et fluide;
- la mise en forme à l'état fondu, par écoulement sous pression à travers une filière ou dans un moule;
- la conformation et le refroidissement, avec éventuellement des étirages, biétirages, soufflages.

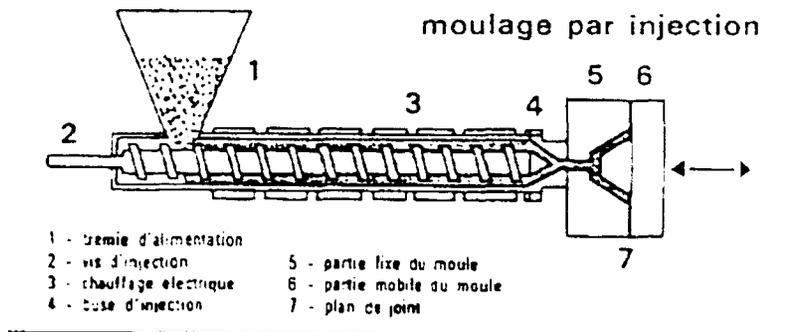
Plusieurs types de procédés ont été développés pour transformer la matière de base en produits manufacturés.

L'extrusion, qui représente 40% du tonnage des thermoplastiques transformés, consiste à rendre le polymère visqueux à l'aide d'une vis qui tourne dans un fourreau. Le matériau est alors poussé à travers une filière qui lui impose une forme, un profil donné [His 1982].



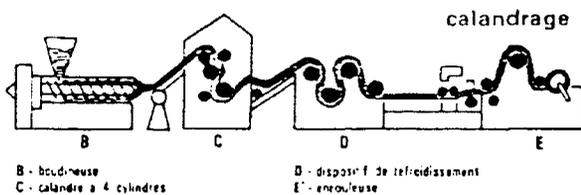
Figure[1.1] Extrusion de tubes et profilés.

Le moulage par injection rend malléable le polymère à l'aide de colliers chauffants et d'un ensemble vis / fourreau. La pâte obtenue est injectée sous forte pression dans un moule. La pièce est démoulée après un temps de refroidissement.

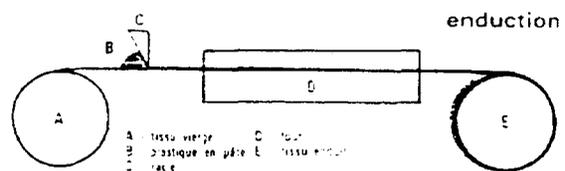


Figure[1.2] Moulage par injection.

Les objets dont la forme est du type plaque ou feuille sont obtenus par l'association d'une extrudeuse et d'une calandre. Les tissus revêtus de matières plastiques sont réalisés à l'aide d'un procédé d'enduction.

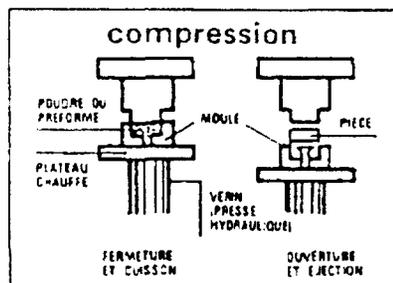


Figure[1.3] Calandrage.



Figure[1.4] Enduction.

Les polymères thermodurcissables sont mis en forme à l'aide de plusieurs procédés qui vont dépendre du type d'objet à réaliser. Généralement, les différents composés réactifs sont mélangés et injectés dans des moules puis chauffés pour optimiser la polymérisation.



Figure[1.5] Compression.

1.1.1. PROBLEME DE LA THERMIQUE DANS LES TECHNOLOGIES DE MISE EN FORME DES POLYMERES THERMOPLASTIQUES.

1.1.1.1. Le problème général

La transformation des polymères thermoplastiques s'effectue à des températures, comprises en moyenne entre 180°C et 300°C pour lesquelles le polymère se présente dans un état visqueux qui permet un écoulement sous pression dans les outillages, moules ou filières. Parmi les paramètres dont dépendra la qualité des objets moulés, on peut citer :

- la nature du matériau qui impose la température de transformation,
- le profil de vitesse et de température dans les outillages,
- l'histoire thermomécanique du matériau dans la machine,
- le profil de pression pendant la mise en forme,
- l'humidité du matériau.

Afin de bien comprendre l'origine des phénomènes thermiques dans les procédés de mise en oeuvre , il est utile d'avoir à l'esprit les deux caractéristiques couplées des polymères :

I) la forte viscosité qui provoque des dissipations d'énergie lors de l'écoulement du matériau fondu et dont la thermodépendance limite la dissipation d'énergie quand le polymère s'échauffe,

II) la faible conductivité thermique qui limite les échanges de chaleur avec le milieu extérieur.

Les lois de comportement thermomécanique du matériau contribuent à la compréhension et à la quantification des phénomènes mis en jeu pendant et après la transformation, l'ensemble étant du domaine de la rhéologie.

1.1.1.2. De l'état solide à l'état fondu

L'apport d'énergie, qu'il soit externe, (colliers chauffants, par exemple) ou interne du fait du frottement dans l'écoulement, crée un état d'agitation thermique important au sein des macromolécules, les chaînes deviennent plus mobiles et voient s'affaiblir leurs interactions, le matériau devenant ainsi visqueux. Sous l'action de contraintes mécaniques, le polymère va s'écouler en générant d'une part une orientation des macromolécules de nature élastique, d'autre part, un déplacement relatif de ces macromolécules de nature visqueuse.

1.1.1.3. Les écoulements de polymères

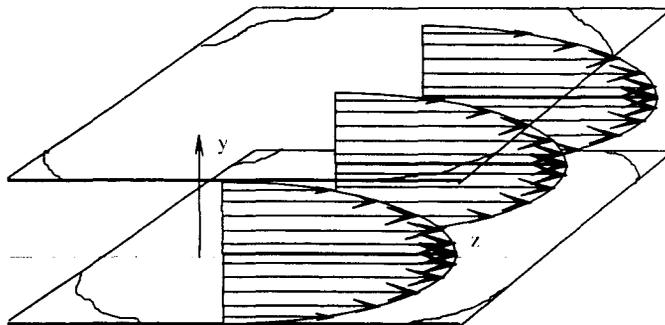
En mécanique des fluides, il existe deux régimes d'écoulement, le régime laminaire et le régime turbulent. La frontière entre ces deux régimes est définie par le nombre adimensionnel de Reynolds:

$$\Re = \frac{u \cdot D}{\mu} = \frac{u \cdot D \cdot \rho}{\eta} \quad [1.1]$$

(avec, u: vitesse moyenne d'écoulement du fluide, D: diamètre de la conduite, ρ : masse volumique, η : viscosité dynamique et μ : viscosité cinématique)

Au dessus de la valeur $\Re=2500$, le régime est dit turbulent, la matière est transportée avec un brassage important.

Au dessous de 2500, l'écoulement est dit laminaire. La matière se déplace par couches avec un profil de vitesse qui dépend de la géométrie de la conduite , du champ de forces appliquées et des caractéristiques du matériau. La figure [1.6] représente un profil d'écoulement typique obtenu lors de la transformation des polymères où le régime est toujours laminaire.



Figure[1.6]: Profil de vitesse dans un écoulement de Poiseuille plan.

Les différentes couches de l'écoulement n'échangent pas de matière entre elles. Le frottement qui existe à l'interface de deux couches, du fait de la vitesse relative, génère une dissipation thermique tendant à réduire la viscosité.

Aujourd'hui, les concepteurs d'outillages utilisent des modèles de calcul informatisés pour prévoir les caractéristiques des écoulements. Toutefois la validation expérimentale de ces modèles, basés sur les équations de la mécanique des milieux continus, reste délicate du fait de l'impossibilité de mesurer certaines grandeurs, telle que la répartition de la température dans un volume de polymère en écoulement.

1.1.2. EQUATIONS GENERALES DE LA MECANIQUE

Dans un milieu continu, la déformation peut être définie par un champ de vecteur déplacement $\vec{U}(x, y, z)$, de composantes $U(x, y, z), V(x, y, z)$ et $W(x, y, z)$ [Aga 1989].

En notant x_j les coordonnées d'un élément du milieu à l'instant t , la déformation est représentée par un tenseur symétrique $[\epsilon]$ dont les composantes sont :

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial U_i}{\partial x_j} + \frac{\partial U_j}{\partial x_i} \right) \quad [1.2]$$

et en introduisant le gradient de déplacement: $\nabla \vec{U} = \begin{bmatrix} \frac{\partial U}{\partial x} & \frac{\partial U}{\partial y} & \frac{\partial U}{\partial z} \\ \frac{\partial V}{\partial x} & \frac{\partial V}{\partial y} & \frac{\partial V}{\partial z} \\ \frac{\partial W}{\partial x} & \frac{\partial W}{\partial y} & \frac{\partial W}{\partial z} \end{bmatrix}$ et $\vec{U}\nabla = [\nabla \vec{U}]$

$$[\epsilon] = \frac{1}{2} \cdot \{ [\nabla \vec{U}] + [\vec{U}\nabla] \} \quad [1.3]$$

Ce tenseur est toujours symétrique, il ne comporte que 6 grandeurs indépendantes:

- 3 déformations normales de traction ou compression $\epsilon_{xx}, \epsilon_{yy}, \epsilon_{zz}$
- 3 déformations tangentielles de cisaillement
 - $\epsilon_{xy} = \epsilon_{yx}$
 - $\epsilon_{yz} = \epsilon_{zy}$
 - $\epsilon_{zx} = \epsilon_{xz}$

En fait, on montre qu'en toute rigueur, la déformation d'un milieu est représentée par:

$$\Delta_{ij} = \epsilon_{ij} + \frac{1}{2} \cdot \sum \frac{\partial U_k}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial U_k}{\partial x_j} \quad [1.4]$$

L'utilisation du tenseur $[\epsilon]$ n'est valable que si les déformations sont petites (typiquement inférieures à 5%).

Dans l'étude des écoulements de polymères, cette condition n'est pratiquement jamais remplie. A la place du tenseur $[\epsilon]$, on préfère utiliser le tenseur $[\dot{\epsilon}]$ dont les éléments $\dot{\epsilon}_{ij}$ sont les limites des vitesses de déformations infinitésimales subies par le milieu pendant l'intervalle de temps dt :

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \lim_{dt \rightarrow 0} \left(\frac{(\epsilon_{ij})_{t+dt} - (\epsilon_{ij})_t}{dt} \right) \quad [1.5]$$

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad [1.6]$$

avec $u_i = u(x, y, z)$, $u_j = v(x, y, z)$ et $u_k = w(x, y, z)$ ¹ les composantes du champ de vitesse $\vec{u}(x, y, z)$.

Le champ de vitesse $\vec{u}(x, y, z)$ vérifie l'équation de continuité puisqu'il y a conservation de la masse. En posant $\rho(x_j, t)$ comme étant la masse volumique d'un élément du milieu à l'instant t , on obtient :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \cdot \vec{u}) = 0 \quad [1.7]$$

Si le polymère est incompressible, $\rho = \text{cste}$ donc $\text{div}(\vec{u}) = 0$ et $\text{tr} \left[\dot{\epsilon} \right] = 0$ c'est-à-dire:

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{\partial w}{\partial z} = 0 \quad [1.8]$$

Le milieu est soumis à un état de contraintes défini par le tenseur $[\sigma]$ de coordonnées σ_{ij} où σ_{ij} représente la contrainte suivant la direction i s'exerçant sur une facette dont la normale est parallèle à la direction j . Le tenseur $[\sigma]$ permet de connaître l'état de contrainte sur n'importe quelle facette au point considéré.

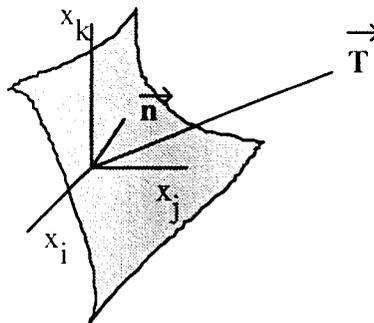


Figure [1.7]: Représentation schématique de l'état de contrainte.

$$\begin{aligned} T_x &= \sigma_{xx} \cdot n_x + \sigma_{xy} n_y + \sigma_{xz} \cdot n_z \\ T_y &= \sigma_{yx} \cdot n_x + \sigma_{yy} n_y + \sigma_{yz} \cdot n_z \\ T_z &= \sigma_{zx} \cdot n_x + \sigma_{zy} n_y + \sigma_{zz} \cdot n_z \end{aligned} \quad [1.9]$$

¹Les indices i, j, k repèrent respectivement les axes Ox, Oy et Oz . Ils sont notamment utilisés dans les expressions tensorielles.

T_x, T_y, T_z , sont les composantes de la contrainte qui s'exerce sur la surface
 n_x, n_y, n_z , sont les composantes de la normale à la surface.

Le tenseur des contraintes vérifie :

- l'équilibre des forces

$$\text{div}[\sigma] + \bar{F} - \rho\bar{\gamma} = \bar{0} \quad [1.10]$$

(\bar{F} : Force de masse, $\bar{\gamma}$: Accélération.)

- l'équilibre des couples

$$\sigma_{xy} = \sigma_{yx}, \sigma_{yz} = \sigma_{zy} \text{ et } \sigma_{zx} = \sigma_{xz} \quad [1.11]$$

Quel que soit l'état de contrainte observé, on définit la pression hydrostatique par :

$$p = -\frac{1}{2} \cdot \text{tr}[\sigma] = -\frac{1}{3} \cdot \left(\sum_{ij} \sigma_{ij} \right) \quad [1.12]$$

L'introduction de la pression hydrostatique permet de décomposer le tenseur des contraintes en une somme telle que :

$$[\sigma] = -p \cdot [I] + [s] \quad [1.13]$$

[I] : Tenseur identité

[s] : Tenseur du déviateur des contraintes.

1.1.3. LES LOIS DE COMPORTEMENT

Le comportement rhéologique du milieu peut être représenté par une relation entre le tenseur des vitesses de déformation et le tenseur des contraintes. Suivant le comportement on peut utiliser plusieurs lois :

1.1.3.1. Comportement Newtonien

Ce comportement est traduit par une proportionnalité entre le déviateur des contraintes [s] et le tenseur des vitesses de déformation :

$$[s] = 2 \cdot \eta \cdot \left[\dot{\epsilon} \right] \quad [1.14]$$

$$[\sigma] = -p \cdot [I] + 2 \cdot \eta \cdot \left[\dot{\epsilon} \right] \quad [1.15]$$

η est la viscosité dynamique, exprimée en Poiseuille (1 Pl=1 Pa.s).

1.1.3.2. Comportement pseudo-plastique

Les polymères fondus n'ont pas un comportement newtonien en général. La viscosité n'est pas constante elle décroît avec le *taux de cisaillement* encore appelé *vitesse de cisaillement* ou *gradient de vitesse*.

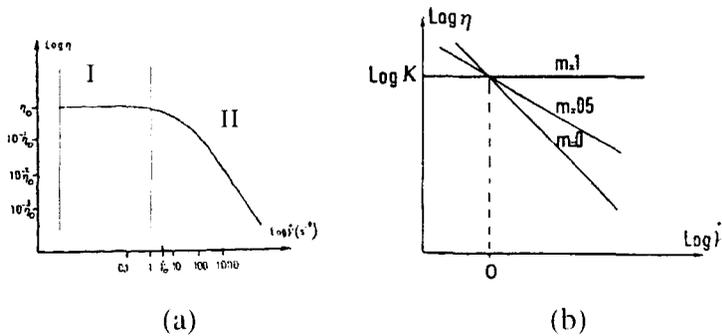
Une loi de viscosité souvent utilisée est la loi puissance.

$$\eta = k.(\dot{\gamma})^{(m-1)} \quad [1.16]$$

avec $\dot{\gamma}$: taux de cisaillement généralisé.

$$\dot{\gamma} = \sqrt{2. \sum_{ij} \dot{\epsilon}_{ij}} \quad [1.17]$$

$\dot{\epsilon}_{ij}$: éléments du tenseur des vitesses de déformation. [Aga 1986]



Figure[1.8]: Evolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. Comportement Newtonien sur la première partie de la courbe (a). Comportement pseudo-plastique (b).

k représente la valeur de la viscosité à $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$, on l'appelle la consistance, c'est la valeur de la viscosité au palier newtonien lorsqu'il existe.

m est l'indice de pseudoplasticité; $(m-1)$ représente la pente de la droite de viscosité en coordonnées logarithmiques, $m=1$ dans le cas d'un polymère newtonien alors que pour la plupart des polymères m varie entre 0,2 et 0,4.

En plus du terme $\dot{\gamma}$ il est nécessaire de tenir compte de la thermodépendance de la viscosité qui est exprimée le plus souvent par une loi d'Arrhénius:

$$\eta = k_0 \cdot e^{\left(\frac{E}{R} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right)} \cdot (\dot{\gamma})^{(m-1)} \quad [1.18]$$

k_0 : viscosité à $T = T_0$ et $\dot{\gamma} = 1.s^{-1}$

E : énergie d'activation

R : constante des gaz parfaits.

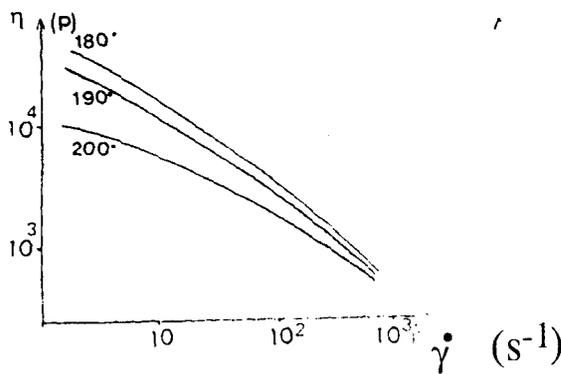


Figure [1.9-1] : Evolution de la viscosité avec la température.

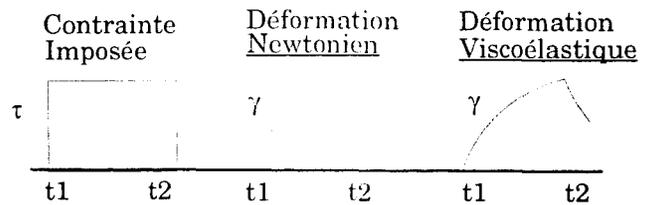


Figure [1.9-2] : Comportement de déformation et de recouvrance de matériaux newtonien et viscoélastique.

L'équation de l'équilibre dynamique $\text{div}[\sigma] = 0$ ne peut plus s'exprimer simplement du fait de la complexité induite par le terme de viscosité

$$[\sigma] = -p \cdot [I] + 2 \cdot k \cdot (\dot{\gamma})^{m-1} \cdot [\dot{\epsilon}] \quad [1.19]$$

1.1.3.3. Comportement viscoélastique

La viscoélasticité tient compte des phénomènes de relaxation que l'on rencontre avec les polymères et introduit ainsi une dépendance du temps.

La loi la plus simple est la loi de Maxwell:

$$[\sigma'] + \theta \cdot \frac{\delta[\sigma']}{\delta t} = 2 \cdot \eta \cdot [\dot{\epsilon}] \quad [1.20]$$

avec $[\sigma'] = [\sigma] + p' \cdot [I]$

θ : temps de relaxation

$\frac{\delta[\sigma']}{\delta t} = \frac{d[\sigma]}{dt} - [\nabla \bar{u}][\sigma] - [\sigma][\bar{u}\nabla]$ dérivée convective ne tenant compte que des variations des grandeurs réellement présentes au sein de la matière.

1.1.4. EQUATION DE LA THERMIQUE

Le cisaillement entre les différentes couches lors de l'écoulement d'un polymère dans un outillage génère un travail mécanique qui se traduit par un échauffement du matériau [Byr 1959].

Le travail \dot{W} , dissipé lors du cisaillement s'écrit :

$$\dot{W} = \left[\dot{\varepsilon} \right] : [\sigma] = \sum_{ij} \varepsilon_{ij} \cdot \sigma_{ij} \quad [1.21]$$

C'est le produit terme à terme de deux tenseurs.

Pour appréhender les phénomènes thermiques, on étudie la variation d'énergie interne $\Delta \Pi$, à travers le bilan de l'énergie reçue lors de la dissipation visqueuse et de l'énergie échangée avec le milieu extérieur.

$$\frac{d\Pi}{dt} = \rho \cdot C \cdot \frac{dT}{dt} = \rho \cdot C \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} + u \cdot \frac{\partial T}{\partial x} + v \cdot \frac{\partial T}{\partial y} + w \cdot \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad [1.22]$$

ρ : Masse volumique

C : Capacité calorifique

T : Température

u, v, w : Composantes du champ de vitesse

Le flux d'énergie \bar{q} échangé avec le milieu extérieur (à travers la paroi d'une filière par exemple), se fait par conduction et suit la loi de Fourier :

$$\bar{q} = \lambda \cdot \nabla T \quad \text{avec} \quad \nabla T = \left(\frac{\partial T}{\partial x} + \frac{\partial T}{\partial y} + \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad [1.23]$$

avec λ : Conductivité thermique du polymère.

Le bilan thermique qui permet de suivre l'évolution de la température au cours du temps tient compte des transferts par conduction (évacuation ou apport des calories par les parois) et de la puissance dissipée par les forces de frottement :

$$\rho \cdot C \cdot \frac{dT}{dt} = -\text{div} \cdot \bar{q} + \dot{W} = \lambda \cdot \Delta T + \dot{W} \quad [1.24]$$

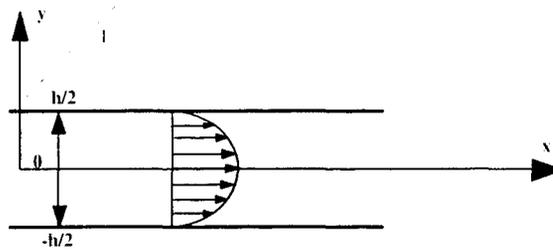
$$\rho \cdot C \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} + u \cdot \frac{\partial T}{\partial x} + v \cdot \frac{\partial T}{\partial y} + w \cdot \frac{\partial T}{\partial z} \right) = \lambda \cdot \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + \dot{W} \quad [1.25]$$

1.1.5. NOTION DE REGIME THERMIQUE

La maîtrise des procédés de transformation des polymères implique une connaissance précise du profil thermique de l'écoulement du matériau à l'état fondu. Les forces de viscosité génèrent un dégagement de chaleur au sein de la matière dont la faible conductivité thermique (typiquement $\lambda=0,2 \text{ W/m.K}$) limite les possibilités de répartition de l'énergie entre les différentes couches de l'écoulement.

En couplant les équations de la mécanique et de la thermique, il devient possible de relier les phénomènes de dissipation et de transmission d'énergie. Ce couplage permet de déterminer le type de régime thermique de l'écoulement.

Pour aborder la notion de régime thermique, on considère le cas simple d'un polymère de comportement newtonien s'écoulant entre deux plaques et dont la température est identique à la température de régulation des parois.



(La largeur l est considérée très grande devant la hauteur h)

Figure[1.10]: Représentation du champ de vitesse dans un écoulement newtonien du type Poiseuille plaque.

L'écoulement considéré est du type Poiseuille plaque pour lequel le champ de vitesse s'écrit :

$$u(y) = \frac{3}{2} \cdot \bar{V} \cdot \left(1 - \left(\frac{2y}{h} \right)^2 \right) \quad [1.26]$$

\bar{V} : vitesse moyenne le long de l'écoulement

$$\bar{V} = \frac{\Delta P \cdot h^2}{12 \cdot \eta \cdot \ell} \quad [1.27]$$

le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$

$$\dot{\gamma}(y) = -\frac{12\bar{V}}{h^2} \cdot y \quad [1.28]$$

le travail de dissipation visqueuse \dot{W} s'écrit :

$$\dot{W} = [\dot{\varepsilon}] : [\sigma] = 144. \eta. \frac{\bar{V}^2}{h^4} . y^2 \quad [1.29]$$

et l'équation de la chaleur en régime établi :

$$\rho . C . u \frac{\partial T}{\partial x} = \lambda . \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + 144. \eta. \frac{\bar{V}^2}{h^4} . y^2 \quad [1.30]$$

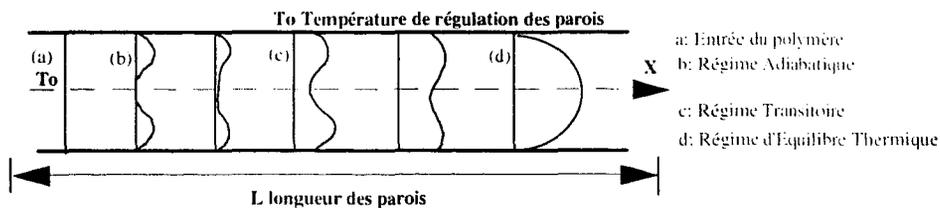
Le profil thermique évolue suivant trois phases successives :

- Adiabatique
- Transitoire
- Equilibre thermique

Au début de l'écoulement, l'échauffement du liquide par rapport aux parois est encore faible, le flux de chaleur évacué par conduction est de ce fait négligeable. Le fluide est considéré comme étant thermiquement isolé du milieu extérieur. Le régime est alors dit *adiabatique*.

Plus loin dans l'écoulement, l'échauffement est tel que la conduction n'est plus négligeable. La puissance dissipée se répartit entre l'échauffement du liquide et un transfert thermique vers le milieu extérieur. Le régime est dit *transitoire*.

Finalement, très loin dans l'écoulement, la dissipation visqueuse dans le volume est transférée par conduction au milieu extérieur. Le régime est dit *d'équilibre thermique*.



Figure[1.11] : Représentation du profil de température à différents régimes thermiques

Au régime d'équilibre thermique, la température ne varie plus suivant l'axe principal de l'écoulement, ce qui se traduit par l'expression:

$$\frac{\partial T}{\partial x} = 0 \quad [1.31]$$

l'équation de la chaleur [1.22] devient, après réduction des termes nuls :

$$0 = \lambda \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + 144 \cdot \eta \cdot \frac{\bar{V}^2}{h^4} \cdot y^2 \quad [1.32]$$

L'intégration de l'équation compte tenu des conditions aux limites à la paroi mène au profil de température suivant:

$$T(y) = T_o + \frac{3}{4} \cdot \eta \cdot \frac{\bar{V}^2}{\lambda} \cdot \left(1 - \left(\frac{2y}{h} \right)^4 \right) \quad [1.33]$$

Les longueurs d'écoulement nécessaires à l'établissement de ce type de régime sont telles qu'en pratique l'équilibre thermique n'est presque jamais atteint.

Lorsqu'on s'intéresse au régime adiabatique, c'est l'évolution de la température moyenne $\bar{T}(x)$ sur une coupe de l'écoulement qui est décrite.

L'équation de la chaleur est résolue en utilisant la méthode dite du bilan d'énergie sur un volume fini dont le principe consiste à effectuer un bilan énergétique sur un petit élément de volume dv qui se déplace à la vitesse moyenne \bar{V} de l'écoulement. L'énergie transportée provient de la dissipation visqueuse et du transfert de chaleur par conduction à travers la surface de l'élément de volume dv .

Après simplification, l'équation de la chaleur s'écrit:

$$\rho \cdot C \cdot \int_v \frac{d\bar{T}(x)}{dx} \cdot dv = \int_v \dot{W} \cdot dv \quad [1.34]$$

qui devient donc:

$$\rho \cdot C \cdot \bar{V} \cdot l \cdot h \cdot \int_v \frac{d\bar{T}(x)}{dx} \cdot dx = 144 \cdot \eta \cdot \bar{V}^2 \cdot \frac{1}{12 \cdot h} \cdot \int dx \quad [1.35]$$

En intégrant et en prenant comme condition limite à l'origine ($x=0$), une température d'entrée égale à T_o , l'expression de la température moyenne est:

$$\bar{T}(x) = T_o + \frac{\Delta P}{\rho \cdot C} \cdot \frac{x}{\ell} \quad [1.36]$$

La méthode de calcul pour déterminer les conditions du régime transitoire est identique à celle utilisée pour le régime adiabatique. Les transferts par conduction transverse sont toujours nuls mais il n'est plus possible de négliger les transferts par conduction latérale entre les différentes couches, d'où la conservation du terme $\int_s \bar{q} \cdot \bar{n} \cdot ds$. L'équation [1.34] s'écrit:

$$\rho \cdot C \cdot \int_v \frac{d\overline{T(x)}}{dx} \cdot dv = \int_v \dot{W} \cdot dv - \int_s \bar{q} \cdot \bar{n} \cdot ds \quad [1.37]$$

avec $ds = 2 \cdot l \cdot dx$

Le flux de chaleur par conduction se calcule en première approximation à partir de l'équation du profil thermique au régime d'équilibre:

$$q = -\lambda \cdot \nabla T(y) = -\lambda \cdot \left(\frac{\partial}{\partial y} \left(T_o + \frac{3}{4} \cdot \eta \cdot \frac{\bar{V}^2}{\lambda} \cdot \left(1 - \left(\frac{2y}{h} \right)^4 \right) \right) \right) = 6 \cdot \eta \cdot \frac{\bar{V}^2}{h} \quad [1.38]$$

La température moyenne sur une coupe de l'écoulement à partir de l'équation du régime d'équilibre (en aval du régime transitoire) est:

$$\overline{T(x)} = T_o + \frac{3}{5} \cdot \eta \cdot \frac{\bar{V}^2}{\lambda} \quad [1.39]$$

En utilisant les équations [1.39] et [1.40] l'expression du flux de chaleur est réécrite sous la forme suivante :

$$q = 10 \cdot \frac{\lambda}{h} \cdot (\overline{T(x)} - T_o) \quad [1.40]$$

en remplaçant dans l'équation [1.37] et en intégrant, on trouve:

$$\overline{T(x)} = T_o + \frac{3}{5} \cdot \eta \cdot \frac{\bar{V}^2}{\lambda} \left(1 - e^{-20 \cdot \frac{\lambda \cdot x}{\bar{V} \cdot h^2 \cdot \rho \cdot C}} \right) \quad [1.41]$$

Le nombre de Cameron Ca qui traduit le type de régime thermique dans lequel on se situe s'exprime par :

$$Ca = \frac{\lambda \cdot L}{\rho \cdot C \cdot \bar{V} \cdot h^2} \quad [1.42]$$

- si Ca est faible (c.a.d $Ca < 10^{-2}$) la température moyenne évolue linéairement dans l'écoulement ;
- si Ca est élevé (c.a.d $Ca > 1$) la température moyenne reste constante, elle est contrôlée par la température de régulation des parois de la filière ;
- si $10^{-2} < Ca < 1$, le régime est dit transitoire.

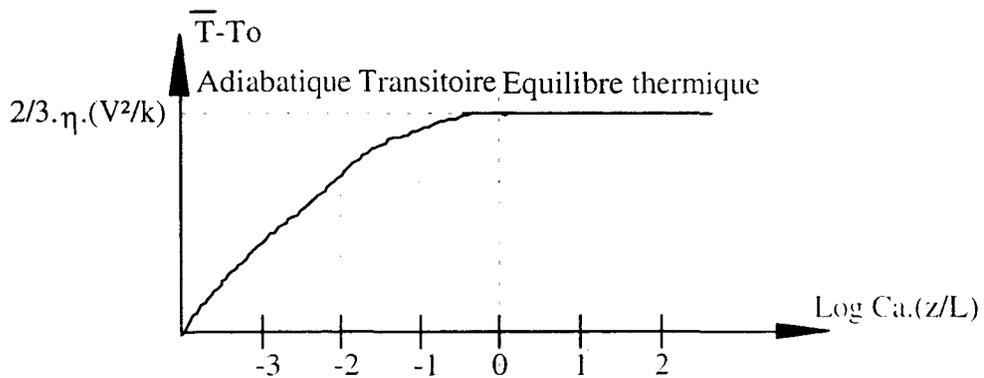


Figure [1.12] : Les différents régimes thermiques dans l'écoulement des polymères.

Lorsque le polymère est à la température T_0 et les parois de la filière réglées à la température T_p , on peut introduire le nombre de Brinkman Br qui caractérise le rapport, donc l'importance, de la dissipation visqueuse sur les transferts par conduction.

$$Br = \frac{\eta \cdot \bar{V}^2}{\lambda \cdot (T_p - T_0)} \quad [1.43]$$

- si Br est très faible ($Br \approx 10^{-3}$), la température du polymère dans l'écoulement est contrôlée par la régulation de l'outillage ;
- si Br est important ($Br \approx 10$), l'évolution de la température est commandée par la dissipation visqueuse.

Dans le cas d'un écoulement newtonien Poiseuille plan et lorsque la température T_0 du polymère est différente de la température de régulation des parois T_p , l'équation de la température moyenne [1.41] s'écrit:

$$\bar{T}(x) = T_0 + \frac{3}{5} \cdot \frac{\eta}{\lambda} \cdot \bar{V}^2 \cdot \left(1 + \frac{5}{3 \cdot Br}\right) \cdot \left(1 - e^{-20 \cdot Ca \cdot \frac{x}{L}}\right) \quad [1.44]$$

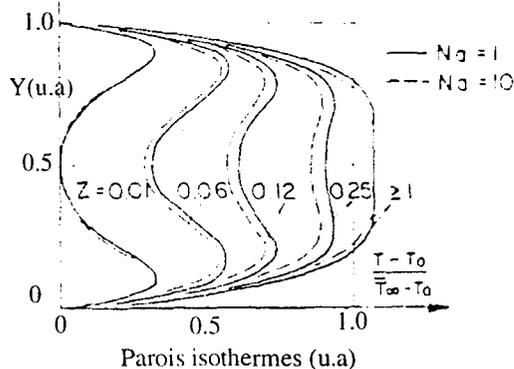
L'étude des transferts thermiques explique les profils de température développés dans les outillages. Néanmoins, il n'existe pas de formule générale permettant de déterminer un champ thermique dans un écoulement quelconque pour tous les types de polymères. Les expressions présentées ont chacune un domaine de validité bien spécifique. Si le calcul analytique permet souvent de donner des ordres de grandeur, il n'en demeure pas moins nécessaire de concevoir sur ces bases des systèmes informatisés prenant en compte les aspects thermomécaniques des matériaux transformés.

1.1.6. DEVELOPPEMENT DE LOGICIELS DE SIMULATION THERMOMECHANIQUE DES ECOULEMENTS DE POLYMERES.

Les études d'écoulements de polymères dans les outillages ont fait l'objet de très nombreuses publications, tant du point de vue théorique que du point de vue expérimental. Récemment plusieurs logiciels ont été développés pour l'analyse et la conception des filières d'extrudeuses. Ces modèles sont basés sur la résolution numérique des équations qui régissent les écoulements et les transferts de chaleur en bidimensionnel ou en tridimensionnel.

Winter [Win 1975] s'est intéressé aux écoulements annulaires et, à partir des hypothèses classiques que sont l'approximation de la lubrification hydrodynamique, le comportement pseudo-plastique et thermodépendant avec des parois isothermes ou adiabatiques, il résoud les équations de la mécanique et de la thermique en utilisant une méthode aux différences finies.

Le profil de température Figure[1.13], (les variables sont réduites sur la figure [u.a: unités arbitraires]), correspond aux résultats issus de calculs appliqués au cas d'une filière plate pour laquelle il simule des conditions liées au rapport du terme de dissipation visqueuse et de conduction. Pour des valeurs du nombre de Nahme Na supérieures à 0.5, 1.0, la dissipation entraîne une évolution de la viscosité. En dessous de ces valeurs, l'écoulement est considéré comme isotherme à la température des parois. Winter montre que pour les filières très courtes, la conduction devient négligeable devant la convection.



Figure[1.13]: Profil de température calculés dans le cas d'une filière plate. [$Na = 1$ et $Na = 10$]

Losson [Los 1974] a utilisé une technique numérique par étape où il calcule successivement, après avoir découpé l'écoulement en tranches, l'accélération, le champ de vitesse, la perte de charge puis la nouvelle répartition de température. Pour une tranche donnée, le calcul est arrêté à la stabilisation du champ de vitesse. La tranche suivante est alors abordée.

Appliquée au cas d'une filière pour l'extrusion de plaques, cette méthode permet de calculer le champ de vitesse et le champ de température à l'entrée et à la sortie de la filière.

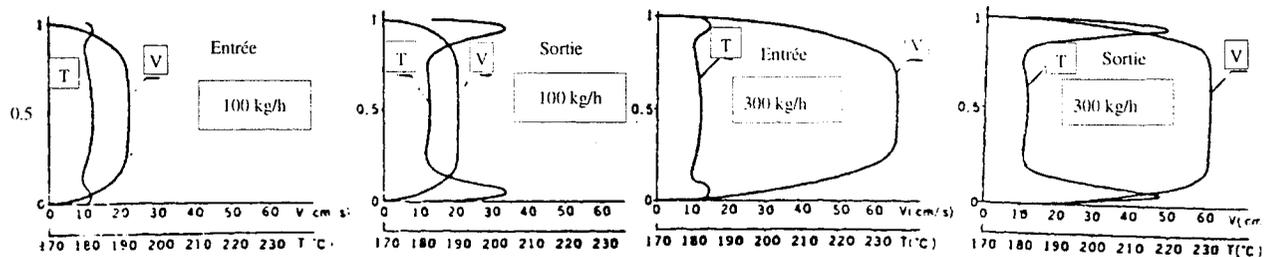


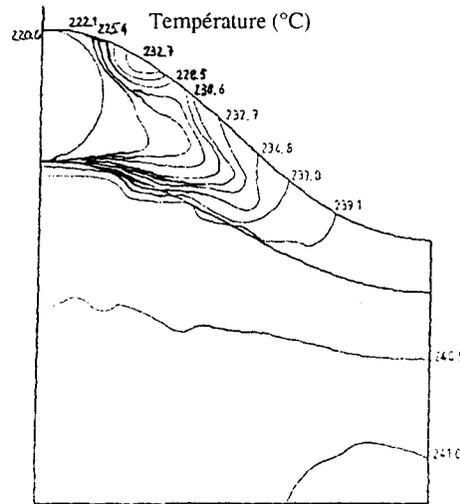
Figure [1.14] Evolution de la vitesse et de la température à l'entrée et à la sortie d'une filière plaque.
(Débit à 100 kg/h puis 300 kg/h)

L'élévation de la température moyenne est faible devant les variations de température au voisinage des parois de la filière.

Vergnes [Ver 1979] dans une recherche sur les filières de câblerie, montre que pour les écoulements s'effectuant à faibles vitesses (c'est-à-dire typiquement inférieures à une vingtaine de mètres par minute), le modèle pseudo-plastique isotherme est largement suffisant. La prise en compte de la thermodépendance de la viscosité n'apporte aucune modification notable des résultats. L'auto échauffement calculé est de l'ordre de 2,4°C avec une température d'entrée du polymère (Polyéthylène Basse Densité) dans la filière de 212,6°C.

La pression initiale est de 73 bars et la longueur de la filière est de 94 mm, l'épaisseur de l'écoulement d'environ 4mm.

Dans les écoulements dont la vitesse est supérieure à plusieurs centaines de mètres par minute, le modèle isotherme ne peut plus répondre de façon satisfaisante, les auto échauffements sont trop importants et influencent sensiblement la viscosité.

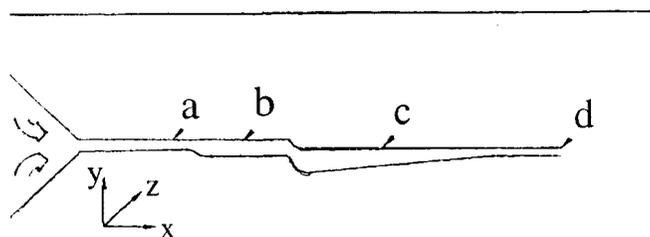


Figure[1.15]: Carte des températures calculées dans la zone d'alimentation d'une filière de câbles (le canal, de profondeur constante égale à 2,5 mm débouche dans une zone d'entrefer de 0,75 mm).

La figure [1.15] représente la carte des températures calculées pour la zone d'alimentation à canal de répartition d'une filière à grandes vitesses, pour l'isolation des câbles téléphoniques. Le canal d'une profondeur constante égale à 2,5 mm débouche dans une zone d'entrefer de 0,75 mm. La pression d'entrée est de 180 bars, celle de sortie est de 120 bars.

La température du polymère (Polyéthylène Basse Densité) est de 220°C avec dans la filière, une température de régulation de 240°C. L'observation de la cartographie thermique montre que la matière s'échauffe progressivement dans le canal de répartition, la filière impose sa température dès que le polymère passe dans l'entrefer, l'écart de température au sein du milieu étant alors très faible (inférieur à 0,5°C).

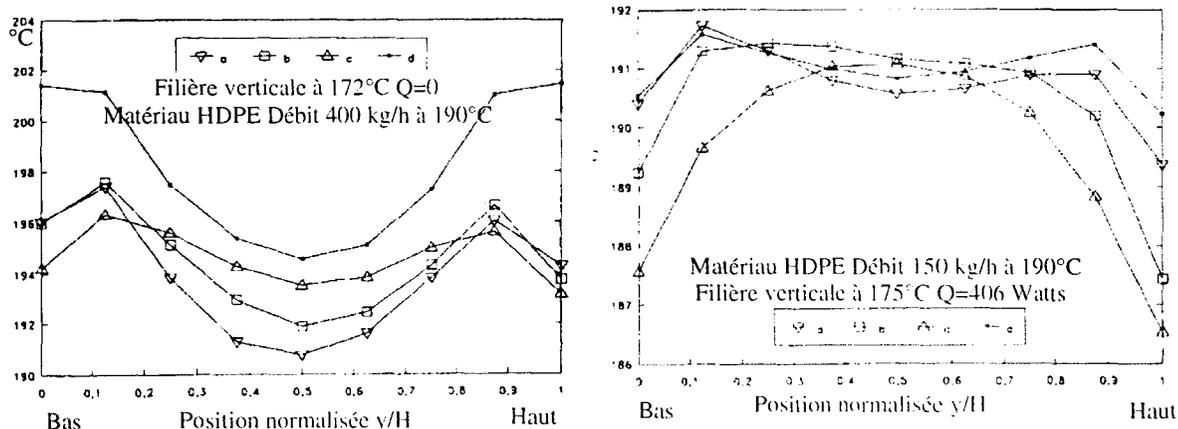
Pittman et Sander [Pit 1994] ont étudié les transferts de chaleur dans le cas d'une filière plate en développant un code de calcul aux éléments finis. La figure [1.16] décrit la géométrie, de l'entrée à la sortie de la filière, le long de l'écoulement.



Figure[1.16]: Géométrie du canal de la filière plate de l'entrée [a] jusqu'à la sortie [d].

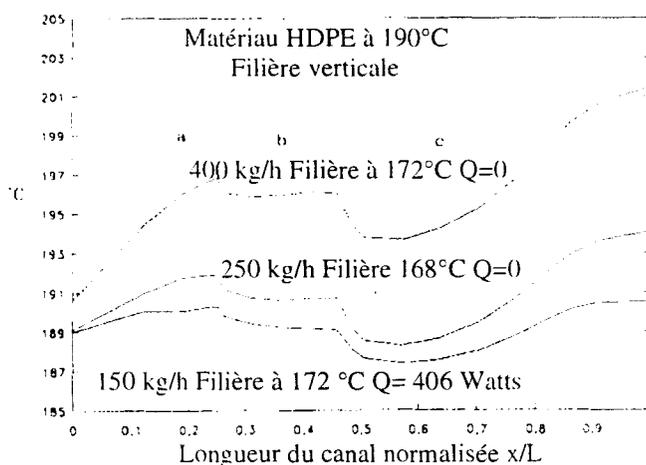
Le profil de température aux repères [a],[b],[c] et [d] de la figure [1.16] est reporté sur la figure [1.17] dans le cas d'un écoulement à fort taux de dissipation visqueuse. Le débit est tel (400 kg/h) que l'on calcule un important auto échauffement aux parois dans les zones [a] et [d] qui sont de plus faibles épaisseurs qu'en [c] et [b].

En sortie de la filière, l'écart maximal de température entre le point le plus chaud et le point le plus froid est de l'ordre est de l'ordre de 6°C.



Figure[1.17]: Profil de température au centre de l'écoulement au position [a, b, c, d] [à gauche dans le cas d'une forte dissipation visqueuse et à droite dans le cas d'une faible dissipation visqueuse].

[HDPE : Polyéthylène Haute Densité].



Figure[1.18]: Température des parois le long de l'écoulement de l'entrée jusqu'aux lèvres de la filière avec trois degrés différents de dissipation visqueuse.

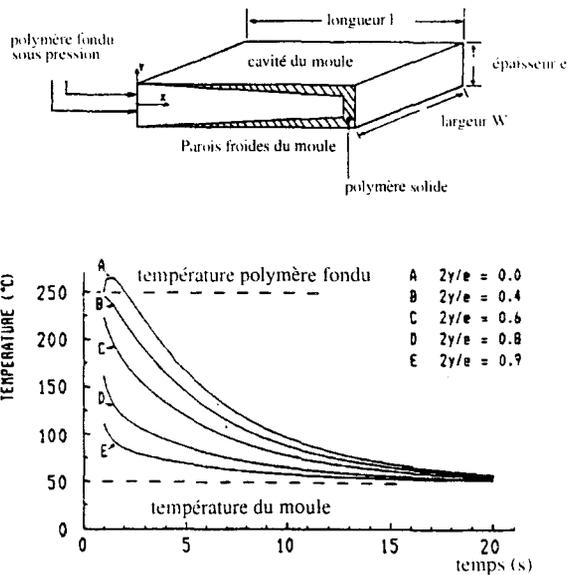
La diminution du débit d'alimentation de la filière permet de calculer le profil thermique aux mêmes points [a, b, c, et d] dans les conditions d'un écoulement à faible dissipation visqueuse [1.18]. Les quatre profils ont des allures sensiblement différentes du cas précédent, ils sont paraboliques avec un très faible écart de température entre les points les

plus froids et les points les plus chauds. Au point [d], le polymère sort à une température quasiment homogène.

1.1.6.1. Le refroidissement dans les outillages des procédés de transformation.

Dans les procédés de transformation basé sur le principe de l'injection, la température du moule est un des plus importants paramètres au regard de la qualité et de la productivité. L'injection est utilisée depuis plusieurs années pour mouler des pièces dont les tolérances dimensionnelles sont très rigoureuses. Ces dernières sont dépendantes des conditions de mise en oeuvre en amont de l'injection, vitesse d'injection, température de la matière, pression d'injection, dosage. Néanmoins, une fois le matériau injecté dans le moule et le canal d'alimentation figé, la seule intervention qui reste possible pour contrôler la structure de la pièce en cours de refroidissement consiste à agir sur les transferts thermiques entre le polymère et le moule.

La figure [1.19] montre l'évolution de la température en fonction du temps, du milieu de la cavité jusqu'aux parois du moule lors de l'injection d'un polystyrène. Les valeurs de la pression sont assez élevées au début du compactage pour générer un auto échauffement par dissipation visqueuse dans le polymère (des temps 1 à 3 secondes). Le matériau est injecté à 250°C et les parois du moule sont régulées à 50°C. Sachant que l'épaisseur de la pièce moulée est de 2 mm, on détermine au temps t=2 secondes un gradient thermique calculé supérieur à 180°C/mm, à dix secondes, il n'est plus que de 45°C/mm.



Figure[1.19]: Représentation en coupe du moule utilisé pour la simulation.
Evolution des profils de température au milieu de la cavité.

La dynamique de refroidissement sera dépendante des capacités du moule à absorber le flux de chaleur apporté par la matière. Les contraintes résiduelles ou le retrait différentiel dans les pièces injectées sont sensibles aux dissymétries entre les parois du moule ou aux gradients thermiques à la surface de l'empreinte [Laf 1996]. Les systèmes informatisés de conception d'outillage récemment développés permettent de calculer des profils de température dans l'épaisseur des pièces transformées sans qu'aujourd'hui il soit encore possible de les vérifier expérimentalement.

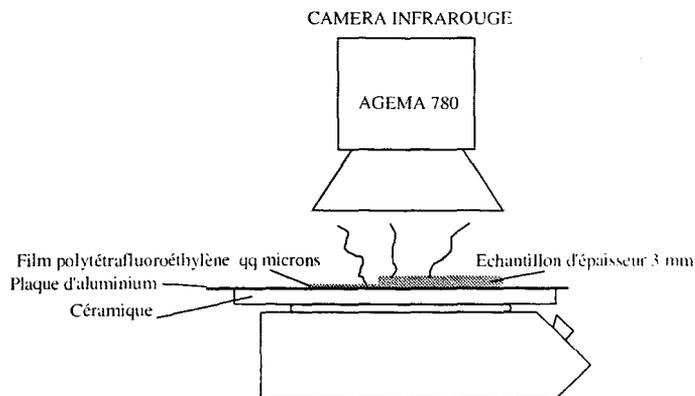
1.1.7. MOYENS ACTUELS DE MESURE DE LA TEMPERATURE DANS LES ECOULEMENTS.

Les recherches documentaires entreprises n'ont pas révélé un procédé ou une technique qui permettrait de mesurer, sans contact bien sur, un profil thermique au sein des outillages utilisés dans la transformation des polymères. Il n'est donc toujours pas possible de comparer une cartographie thermique calculée à partir de conditions déterminées dans un modèle numérique ou analytique, avec des valeurs expérimentalement mesurées au sein d'un écoulement de polymères.

Les techniques existantes permettent de mesurer de façon ponctuelle une valeur en un point. Les thermocouples ou les systèmes à fibres optiques sont utilisés à cette fin, il est toutefois nécessaire de garder à l'esprit que ces moyens perturbent sensiblement les écoulements étudiés.

La réception d'un rayonnement infrarouge émis par un objet chaud n'informe que sur la température de surface. La méthode semble n'être efficace qu'avec des films de quelques micromètres d'épaisseur.

L'expérience suivante (schéma de principe sur la figure [1.20]) réalisée au Département Energétique de l'Ecole des Mines met en évidence le fait que la radiométrie par imagerie infrarouge ne renseigne que sur la température de surface. Une plaque d'aluminium revêtue d'une peinture (de type corps noir), est chauffée à l'aide d'une vitrocéramique. Lorsque la plaque atteint la température de 175°C, un échantillon de polymère d'une épaisseur de 3 mm y est déposé en même temps qu'un film de Polytétrafluoroéthylène (PTFE) de quelques microns.



Figure[1.20]: Schéma du principe de la mesure par infrarouge.

La série d'images sur la figure [1.21] montre que le rayonnement capté par une caméra infrarouge ne révèle pas la présence ni la nature d'un gradient thermique dont on sait pourtant qu'il existe.

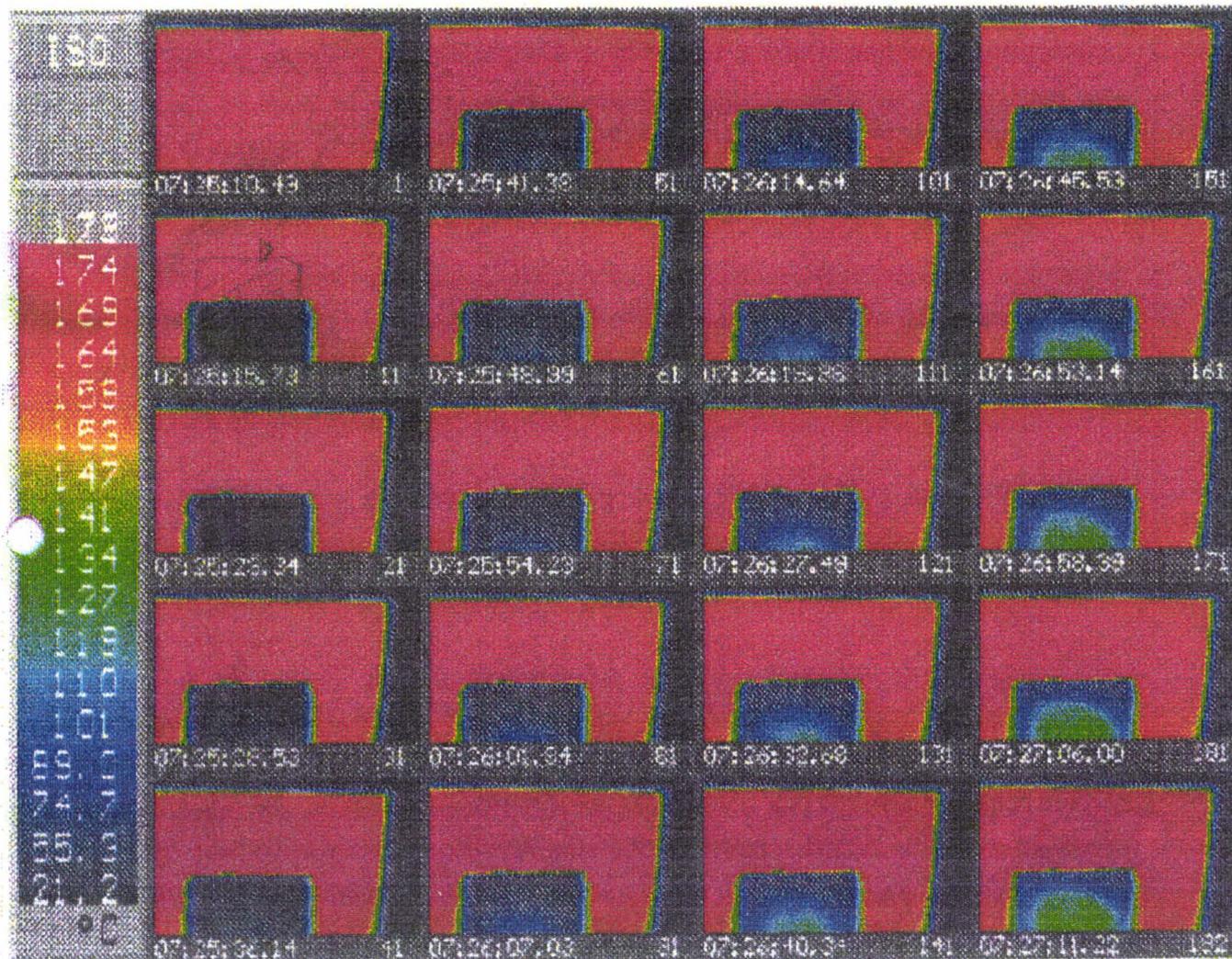


Fig.[1.21]: Thermographie de l'échauffement simultanée de deux échantillons dont les épaisseurs sont respectivement de 200 μm et 3 mm. Les températures sont représentées avec une échelle de fausses couleurs. Le film de 200 μm est immédiatement porté à la température de la plaque chauffante, tandis que la surface de l'échantillon d'épaisseur 3mm est bien plus longue à s'échauffer.

L'examen des thermographies montre la détection quasi immédiate de la température élevée du film de PTFE, température qui pourrait être qualifiée d'interface entre les polymères et le milieu chauffant. L'observation de la zone correspondant à l'échantillon de polymère d'épaisseur 3 mm ne relève que la détection d'une température ambiante.

Légende des images de la Figure [1.21]:

Image N°1: Thermographie de la plaque chauffante portée à la température uniforme de 175°C.

Image N°11: Les échantillons de polyuréthane (3mm d'épaisseur) et de film de polytétrafluoroéthylène (200µm d'épaisseur) sont simultanément déposés sur la plaque chauffante (175°C). Le contour de l'échantillon de film est redessiné, sur cette image, pour compenser le manque de contraste thermique avec la plaque chauffante. En effet, le film dont l'épaisseur est très faible prend instantanément la température de 175°C.

Image N°21-81: La face supérieure de l'échantillon de polyuréthane reste froide, la chaleur se transmet lentement à travers l'épaisseur du matériau, il y a donc création d'un gradient thermique.

Image N°101-192: La face supérieure de l'échantillon de polyuréthane voit sa température augmenter progressivement, du centre vers l'extérieure, jusqu'à une valeur de 160°C.

A la fin de l'expérience, d'une durée de deux minutes, la caméra capte une élévation de température due au phénomène de propagation thermique par conduction. Il est ainsi simplement montré que l'imagerie infrarouge ne capte pas les informations pour remonter au gradient thermique qui s'était établi dans l'épaisseur de l'échantillon.

Cette technique peut toutefois trouver des applications lorsque la température de la surface seule est suffisante pour une régulation ou un contrôle.[Haj 1992],[Obe 1993]

Le signal infrarouge dont la longueur d'onde est de l'ordre de quelques microns est rapidement stoppé ou atténué par des milieux de faibles épaisseurs (quelques mm par exemple).

1.1.8. CONCLUSION

Les champs de forces et de températures extérieures génèrent dans les écoulements des profils de température complexes dont dépendent notamment les débits d'écoulement, l'organisation moléculaire, les conditions de refroidissement et par suite les propriétés des pièces fabriquées. On sait produire ces profils par le calcul mais aucune technique expérimentale n'existe pour assurer une validation des hypothèses utilisées. Il est donc important de développer un système de mesure susceptible de combler ce vide en examinant les possibilités de la radiométrie micro-ondes. En effet, depuis plusieurs années, son application dans le domaine médical permet de déterminer des champs de températures sans contact et en profondeur au sein de l'organisme.

1.2. LA RADIOMETRIE MICRO-ONDES.

1.2.1. PRINCIPES GENERAUX.

Les physiciens Planck et Boltzmann ont montré l'un par l'expérience, l'autre par la théorie que la matière émettait spontanément un rayonnement électromagnétique dépendant de sa température. Le rayonnement émis est réparti le long du spectre électromagnétique qui s'étend des rayons gamma aux ondes radio (Figure [1.22]).

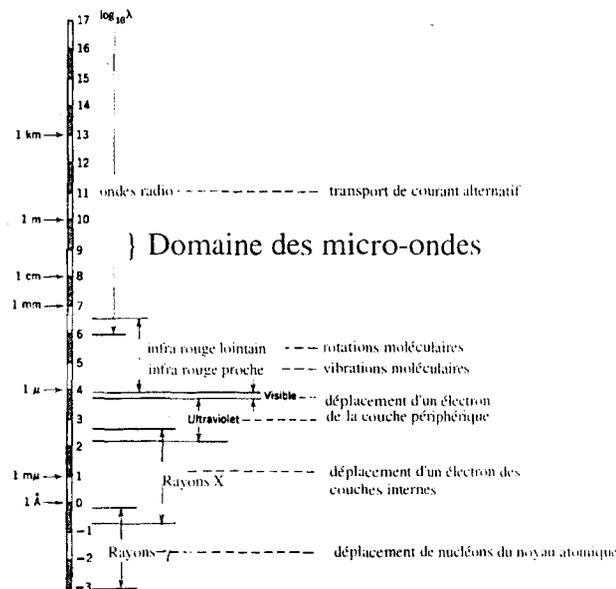


Figure [1.22]: Spectre électromagnétique

(positionnement des différents rayonnements en fonction de la longueur d'onde).

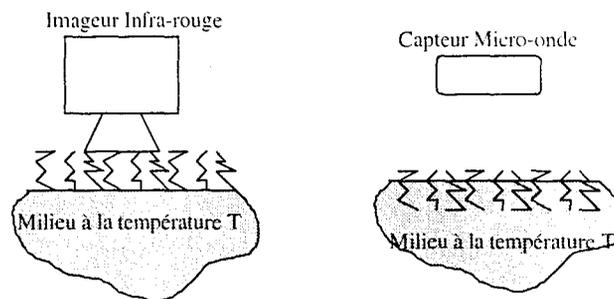
Sans aborder en détail, pour l'instant, les caractéristiques des transferts par rayonnement, il convient de situer deux phénomènes importants.

D'une part, la quantité d'énergie rayonnée est inversement proportionnelle à la longueur d'onde du rayonnement.

D'autre part, l'énergie traverse plus ou moins bien les matériaux suivant la longueur d'onde du rayonnement. En d'autres termes, pour un corps donné et porté à une température fixée, l'énergie rayonnée puis captée à deux longueurs d'ondes différentes, infrarouge et micro-ondes respectivement, micrométrique et centimétrique, n'est pas issue du même volume.

L'énergie située dans l'infrarouge proviendra de la surface du corps émissif et sera proportionnelle à la température de surface tandis que l'énergie captée dans la zone du spectre correspondant aux micro-ondes sera représentative d'une température de volume.

C'est à partir de cette remarque que les premières applications de la radiométrie micro-ondes ont été développées pour les secteurs de l'astronomie et de la météorologie.



Figure[1.23]: Comparaison des deux modes infrarouge et micro-ondes.

Pour situer concrètement l'utilisation de la radiométrie micro-ondes dans la transformation des polymères, il est intéressant d'anticiper sur les expériences qui vont être présentées dans la suite de ce travail.

Considérons la figure [1.24] qui représente l'acquisition du signal radiométrique émis par un écoulement de polymère dans une filière plate dont la température de régulation est de 200°C.

L'expérience se déroule en trois phases :

- dans un premier temps, un polymère peu polaire (polystyrène) est extrudé.
- ensuite, deuxième temps, le polystyrène est remplacé par un polymère très polaire (polyuréthane thermoplastique).
- finalement, troisième temps, retour aux conditions initiales en extrudant du polystyrène.

Le radiomètre fournit une tension électrique proportionnelle à la puissance électromagnétique émise par la matière et située dans une gamme de fréquences centrée autour de 3,6 GHz. Au passage du polyuréthane, donc au premier changement de matière, un fort contraste est observé. Son origine se situe dans la différence de polarité des deux polymères qui circulent dans le canal en regard de l'antenne réceptrice du radiomètre.

Effectivement, le polystyrène et le polyuréthane sont des matériaux de polarité très différentes. Les travaux effectués en radiométrie dans d'autres secteurs montrent que le signal radiométrique est une fonction croissante de la température mais aussi des pertes diélectriques de l'objet étudié.

Est il possible alors, en inversant le problème, c'est à dire en considérant un écoulement d'un polymère unique, de type polaire et dont la température pourrait varier, de capter le signal

radiométrique associé pour en déduire ainsi les informations utiles à la reconstruction du gradient thermique développé dans le canal d'écoulement?

Voici présenté, par une simple question, le thème de ce travail de recherche situé au carrefour de deux technologies distinctes, l'électromagnétisme et la plasturgie.

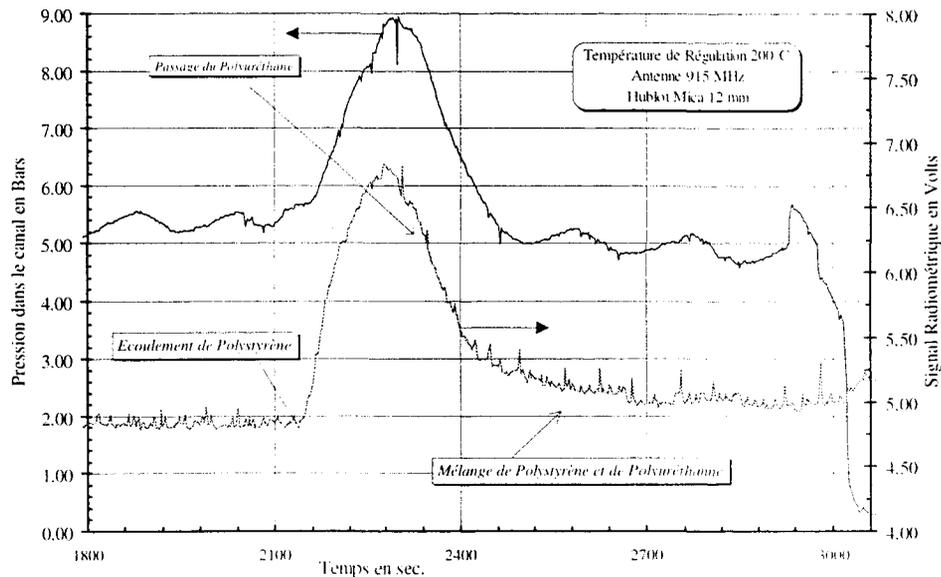


Figure [1.24]: Evolution du signal radiométrique lors d'un changement de polymères à 200°C.

Pour étudier le principe de la radiométrie micro-onde et de son applicabilité aux polymères, il est nécessaire de rappeler les différents phénomènes de polarisation à l'origine de l'émission d'un signal électromagnétique en abordant la notion de permittivité diélectrique.

1.2.2. PERMITTIVITE DIELECTRIQUE

La permittivité d'un matériau se manifeste communément par l'augmentation de la capacité d'un condensateur lorsque l'espace inter-électrode, initialement vide, est rempli d'un isolant condensé. Cette augmentation est liée à l'aptitude du matériau à se polariser dans un champ électrique en raison des déplacements en sens opposés des charges positives et négatives [Coe 1993].

Plus précisément, la polarisation \vec{P} , moment dipolaire par unité de volume, et la permittivité ϵ' sont liées par la relation suivante :

$$\vec{P} = (\epsilon' - \epsilon_0) \cdot \vec{E} \quad [1.45]$$

avec:

ϵ_0 : permittivité du vide

ϵ' : permittivité du milieu diélectrique

\vec{E} : champ électrique appliqué aux bornes du condensateur.

1.2.2.1. Milieux polaires et non polaires

On qualifie de polaire un milieu diélectrique dont les molécules, bien qu'électroniquement neutres, sont telles que les barycentres des charges positives (+q) et négatives (-q) ne coïncident pas géométriquement [Thu 1989].

La dissymétrie se traduit par l'existence d'un moment diélectrique polaire permanent \vec{p} (en C.m).

$$\vec{p} = q \cdot \vec{l} \quad [1.46]$$

\vec{l} est le vecteur séparant les barycentres des charges positives et négatives, si $\vec{l} = \vec{0}$ le milieu est qualifié de non polaire.

Moment dipolaire induit

Les molécules non polaires, sous l'effet d'un champ électrique continu appliqué \vec{E}_a , sont susceptibles d'acquérir un moment induit par déformation moléculaire. La polarisabilité α' (en F.m²) est introduite pour mesurer le moment induit $\vec{p} = \alpha' \cdot \vec{E}_{loc}$. La molécule s'aligne sur le champ électrique local \vec{E}_{loc} .

A l'échelle macroscopique, l'agitation thermique contrarie l'organisation apportée par le champ d'où un équilibre statistique qui dépend de la température et de l'intensité du champ. Le moment dipolaire global est caractérisé par la polarisation \bar{P} (en C.m⁻²).

$$\bar{P} = N \cdot \alpha' \cdot \bar{E}_{loc} \quad [1.47]$$

N : Nombre de molécules orientées par unité de volume.

Dans le vide, l'induction électrique \bar{D} est reliée au champ appliqué \bar{E} par :

$$\bar{D} = \epsilon_0 \cdot \bar{E} \quad [1.48]$$

En présence d'un diélectrique :

$$\bar{D} = \epsilon_0 \cdot \bar{E} + \bar{P} \quad [1.49]$$

En utilisant la permittivité diélectrique réelle du milieu, la relation s'écrit :

$$\bar{P} = \epsilon' \cdot \bar{E} - \epsilon_0 \cdot \bar{E} \quad [1.50]$$

Moment dipolaire permanent

Dans un milieu polaire, l'interaction du champ appliqué \bar{E}_a et du moment dipolaire permanent \bar{p} de chaque molécule se traduit par un couple de torsion \bar{C} :

$$\bar{C} = \bar{p} \wedge \bar{E} \quad [1.51] \quad (\wedge : \text{symbole du produit vectoriel})$$

Le couple de torsion tend à aligner le moment dipolaire sur le champ électrique.

A partir des lois de la thermodynamique statistique, Debye (1929) a pu calculer la valeur du moment résultant:

$$p^2 = \frac{k \cdot T \cdot \epsilon_0}{N} \cdot \frac{(\epsilon_r - 1) \cdot (2 \cdot \epsilon_r + 1)}{\epsilon_r} \quad [1.52]$$

T : Température du milieu

k : Constante de Boltzmann (k=1,38 . 10⁻²³ J/K)

L'application d'un champ électrique alternatif soumet les molécules à des cycles d'orientation et de réorientation de durée égale à la période du champ. Si les dipôles synchronisent leurs déplacements aux faibles fréquences, il n'en est plus de même aux fréquences élevées. L'inertie des molécules et les forces de liaisons deviennent prépondérantes.

En notant ϵ_{rs} et $\epsilon_{r\infty}$ les permittivités relatives respectivement en continu et à fréquences très élevées, le moment des différentes interactions agissant alors sur les molécules s'écrit:

$$p^2 = \frac{9 \cdot k \cdot T \cdot \epsilon_0}{N} \cdot \frac{(\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}) \cdot (2 \cdot \epsilon_{rs} + \epsilon_{r\infty})}{(\epsilon_{rs} + 2)^2 \cdot \epsilon_{rs}} \quad [1.53]$$

Lorsque le champ électrique appliqué est supprimé, le matériau ne se relaxe pas instantanément, il le fait avec un temps τ appelé temps de relaxation correspondant à une réduction de 37% de sa polarisation.

La permittivité complexe $\epsilon^* = \epsilon' - j \cdot \epsilon''$ est telle que:

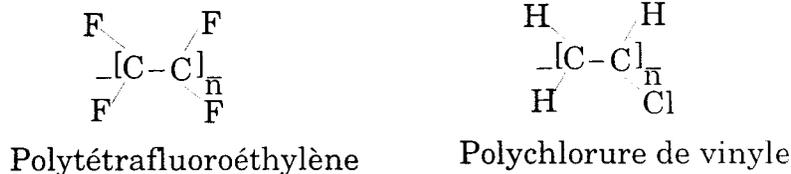
$$\epsilon' = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} \quad [1.54]$$

ϵ' est appelé facteur de dispersion

$$\epsilon'' = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_{\infty}) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} \quad [1.55]$$

ϵ'' est appelé facteur de dissipation.

Les propriétés diélectriques des polymères dépendent de leurs structures moléculaires. Ces matériaux sont d'ailleurs répartis en deux grandes familles: "Non Polaires" de structures symétriques tels le Polytétrafluoroéthylène ou le Polyéthylène, et "Polaires" de structures dissymétriques tels le Polyamide ou le Polychlorure de vinyle.

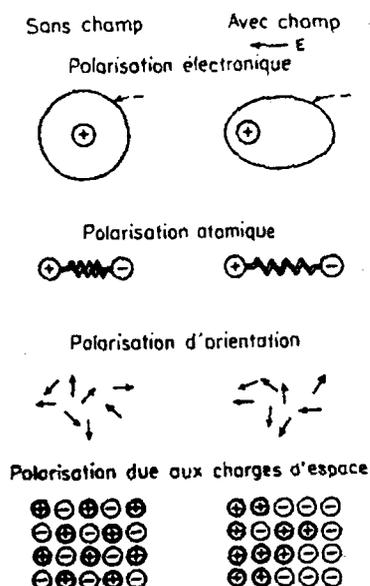


Leurs caractéristiques diélectriques complexes évoluent en fonction de la température et de la fréquence du courant qui les traversent, les polymères non polaires évoluant plus faiblement que les polymères polaires.

Il existe quatre types de polarisation diélectrique d'effets qualitatifs semblables mais apparaissant à des fréquences différentes :

- * la polarisation par charge d'espace dont le domaine d'application est le secteur des composants électroniques avec les liaisons des transistors NPN et PNP par exemple,
- * la polarisation ionique dans la gamme des infrarouges,
- * la polarisation électronique correspondant à des déplacements de nuages électroniques le long du champ électrique,
- * la polarisation dipolaire (ou d'orientation) qui concerne la molécule comme niveau d'échelle d'interaction et qui se produit dans la gamme des hyperfréquences.

C'est cette dernière polarisation qui est intéressante dans le cadre de cette recherche.



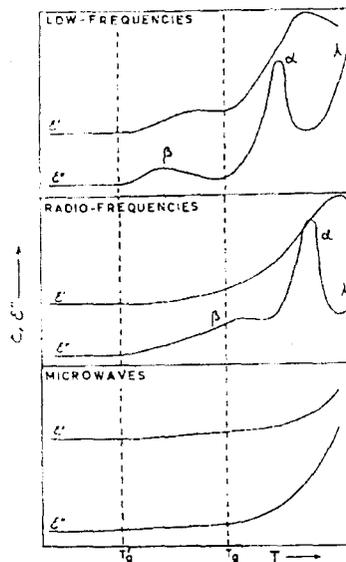
Figure[1.25] Représentation schématique des quatre types de polarisation.

L'échauffement d'un matériau sous l'incidence d'un champ électromagnétique est dû à la friction des molécules les unes sur les autres lorsqu'elles s'orientent et se réorientent pour tenter de suivre le champ.

Ces éléments théoriques, [Rou 1991],[v. Hip 1970], bien qu'élémentaires, justifient les conclusions et observations générales dans les applications industrielles :

- ⇒ le phénomène de relaxation diélectrique observé dans les fréquences industrielles (915 MHz, 2,45 GHz) concerne la mobilité rotationnelle des dipôles.
- ⇒ la relaxation est très sensible aux forces électriques qui assurent la cohésion du milieu ou aux forces électriques exercées sur les dipôles en rotation.
- ⇒ la température joue un rôle par l'agitation thermique des dipôles (l'effet de la température étant négligeable quand il n'y a pas de dipôle mobile).
- ⇒ les comportements diélectriques en fonction de la fréquence et de la température $\epsilon'(f,c,T)$ et $\epsilon''(f,c,T)$ dépendent étroitement l'un de l'autre. La bande des fréquences de relaxation des polymères se déplace vers les hautes fréquences lorsque la température croît (Figure[1.26]).

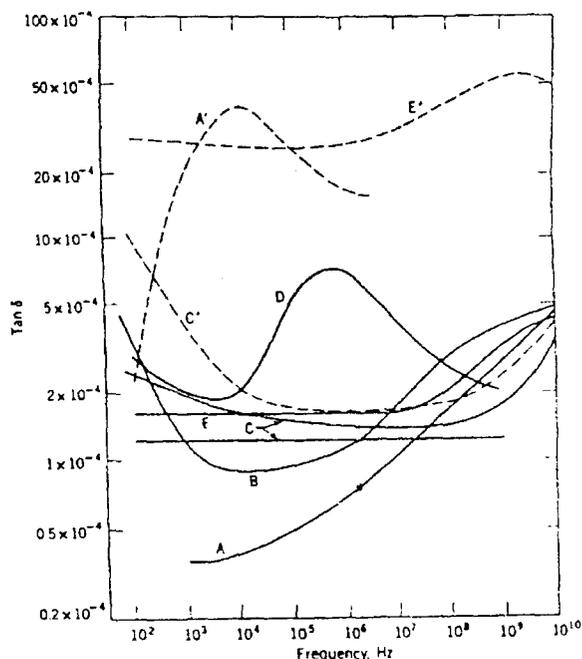
Lorsque les matériaux polymériques sont utilisés dans des applications fonctionnant avec de hautes impédances ou de hautes tensions, les variations de températures ou de fréquences peuvent en modifier sensiblement les caractéristiques.



Figure[1.26]: Représentation schématique du comportement diélectrique en fonction de la température et de la fréquence pour un polymère. (Les pics d'absorption α, β, λ , sont dus à des mouvements de segments polaires plus ou moins longs sur les chaînes principales et latérales [Dub A31]).

Des facteurs de dissipation tangente δ sont donnés pour plusieurs polymères non polaires sur la figure [1.27]. Les résultats théoriques et les données expérimentales ne coïncident pas, les éléments de réponse à ces écarts peuvent être expliqués par des taux d'impuretés, des branchements dans les macromolécules, des taux de cristallinité et de phase

amorphe différents, les taux d'oxydation apportant même des variations Réf[Kro 1989, Gui 1968].



Figure[1.27]: Facteurs de dissipation en fonction de la fréquence pour des polymères non polaires. (A. Polystyrène à 25°C et A' à 134°C; B. Polyisobutylène à 25°C; C. Polytétrafluoroéthylène à 23°C et C' à 100°C; D. Ethylène-propylène fluoré à 23°C; E. Polyéthylène à 25°C et E' à 190°C)

L'effet de la température pour plusieurs polymères non polaires est représenté sur la figure [1.28]. On observe des pics d'absorption mais leurs descriptions ne sont pas très précises.

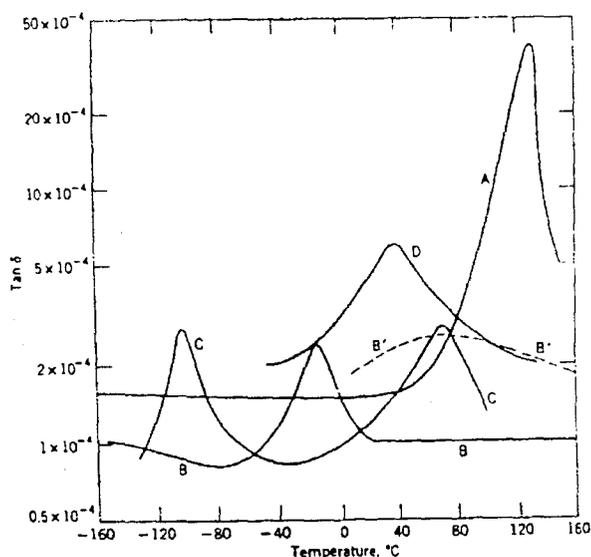
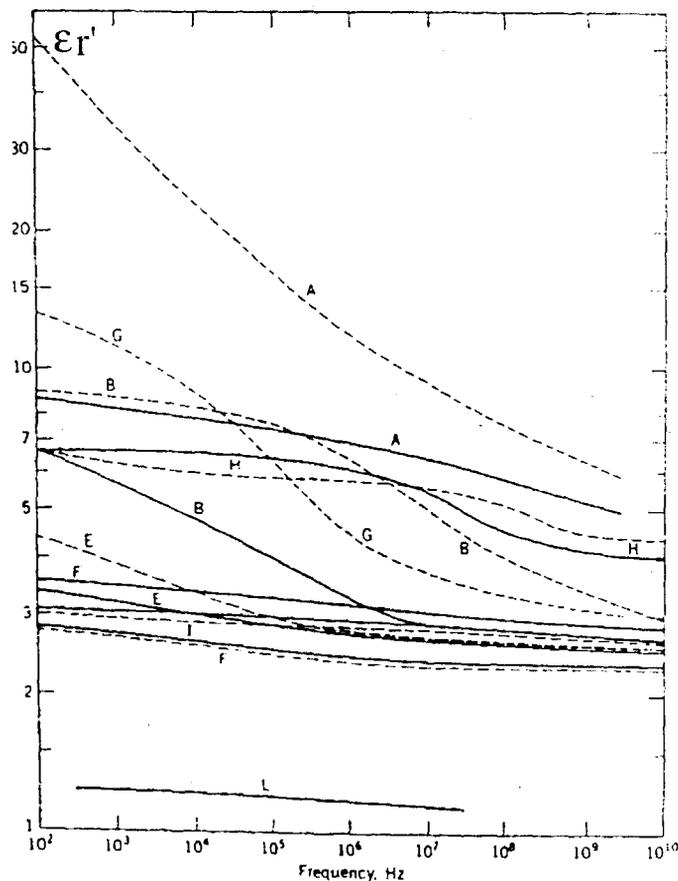


Figure [1.28]: Facteurs de dissipation en fonction de la température pour des polymères non polaires. (A. Polystyrène à 1 kHz; B. Polytétrafluoroéthylène à 1 KHz et B' à 50 Hz; C. Polyéthylène à 1 KHz; D. Polypropylène à 75 kHz)

En dépit de leur signification, les valeurs maximales de ces pics sont généralement trop faibles pour intéresser les applications. Pour les polymères non polaires les constantes ϵ' sont toujours comprises entre 1,8 et 2,5.

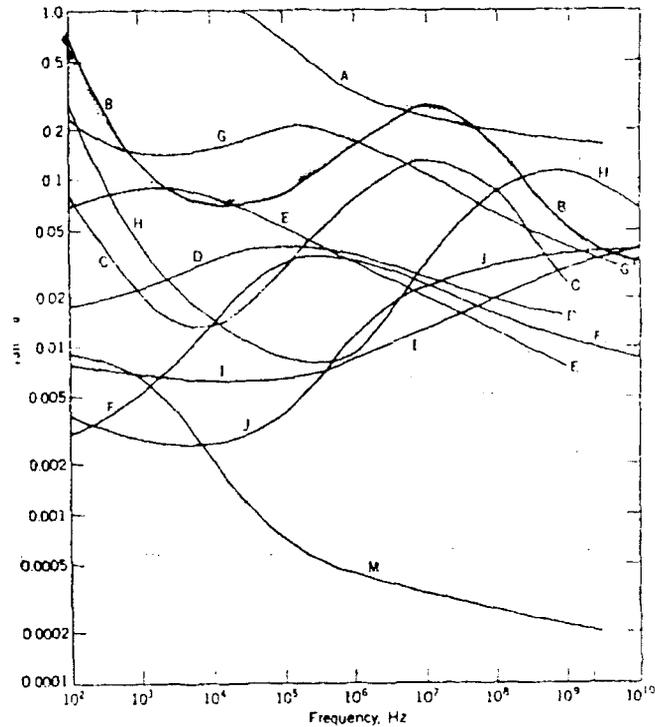
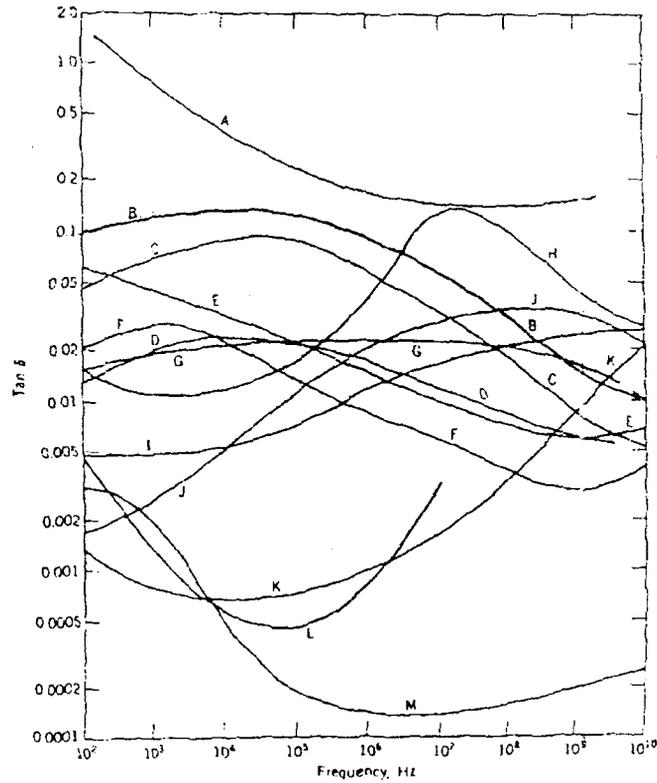
Les facteurs de pertes des matériaux polaires à une fréquence et à une température données ne permettent pas de prévoir les modifications générées par un décalage en terme de températures ou de fréquences. Une valeur obtenue à 1 kHz est inadéquate pour travailler dans les Hyperfréquences, cette remarque est valable pour les constantes diélectriques.



Figure[1.29]: Constantes diélectriques ϵ' en fonction de la fréquence pour des polymères polaires.

(— à 25°C et ---- à 80°C).

Nomenclature: [A] Polyuréthane élastomère; [B] Nylon; [C] Polychlorotrifluoroéthylène; [D] Polyester; [E] Poly(éthylène téréphtalate); [F] Mousse de Polyuréthane (33g/L); [G] Polycarbonate; [H] Poly(p-chlorostyrène); [I] Polyimide.



Figure[1.30]: Facteurs de dissipation tangente δ pour plusieurs polymères polaires à 25 °C ([1.30-a] en haut) et 80°C ([1.30-b] en Bas) et en fonction de la fréquence.

Nomenclature: [A]résine phénolique non-réticulée.[B] Polychlorure de vinyle plastifié.[D] Polychlorure de vinyle non plastifié. [E]polyméthyle méthacrylate.[G]polyamide.[H]polychlorobutadiène. Les figures [1.26] à [1.30] sont tirées du travail de synthèse de Kroschwitz J. Réf.[Kro 1989].

1.2.3. PRINCIPE DE LA RADIOMETRIE EN CHAMP PROCHE

Tout corps porté à une température supérieure au zéro absolu émet un rayonnement électromagnétique spontané d'origine thermique. La puissance de ce rayonnement peut être considéré comme proportionnel à la température du corps si celle-ci est supérieure à 10 K et pour des fréquences inférieures à 300 GHz (domaine hertzien) [Rob 1981],[Mam 1984].

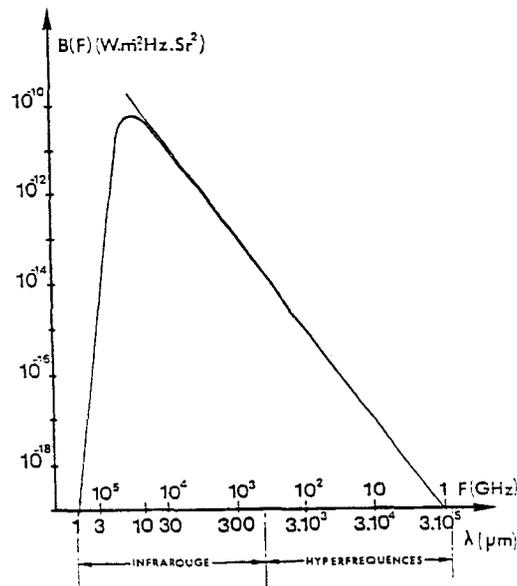
1.2.4. LE BRUIT THERMIQUE

Le bruit thermique a pour origine l'agitation des molécules constituant le milieu dissipatif. L'équation de Max Planck permet de relier l'énergie émise par le milieu à la température T pour une bande passante de 1 Hz :

$$W(f, T) = \frac{h \cdot f}{\left(e^{\left(\frac{h \cdot f}{k \cdot T} \right)} - 1 \right)} \quad [1.56]$$

h: constante de Planck ($h=6,62 \cdot 10^{-34}$ J.s)

k: constante de Boltzmann ($k=1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K)



Figure[1.31]: Brillance spectrale du corps noir porté à la température de 310K en fonction de la fréquence.

Lorsque la mesure est réalisée dans la gamme des fréquences micro-ondes, l'approximation de Rayleigh-Jeans est utilisée ($h \cdot f \ll k \cdot T$ et $T > 100K$).

La puissance émise par une unité de surface sur un matériau dissipatif non réfléchissant s'écrit alors:

$$B(f, T) = 2 \cdot \left(\frac{f}{c} \right)^2 \cdot W(f, T) = 2 \cdot \frac{f^2}{c^2} \cdot k \cdot T \quad [1.57]$$

La puissance thermique, ou bruit thermique, dû à un corps émissif porté à la température T peut donc être mesurée par une antenne (associée à un dispositif de mesure adéquat appelé radiomètre) placée face au corps. La puissance mesurée s'exprime par la loi de Nyquist:

$$P = (1-\rho) \cdot k \cdot T \cdot \Delta f \quad [1.58]$$

Δf : représente la bande passante du système de mesure et de l'antenne;

$(1-\rho)$: l'émissivité du corps qui dépend du coefficient de réflexion global caractérisant l'ensemble antenne-milieu.

L'émissivité d'un matériau à une fréquence et à une température données peut être mise en évidence par le "principe de réciprocité".

Le principe de réciprocité

L'aptitude d'un polymère à absorber une onde électromagnétique puis à s'échauffer suite à la dissipation d'énergie est intimement liée à ses caractéristiques diélectriques.

La puissance absorbée peut être exprimée grâce à l'équation suivante:

$$P_a = \pi \cdot f_0 \cdot \epsilon' \cdot \text{tg} \delta \cdot |E|^2 \quad [1.59]$$

P_a : puissance en W/m³

f_0 : fréquence d'émission de l'onde incidente,

$|E|$: amplitude du champ électrique de l'onde incidente,

ϵ' : partie réelle de la permittivité complexe et $\text{tg} \delta = \epsilon''/\epsilon'$.

Le principe de réciprocité en matière de rayonnement postule que si un matériau est susceptible d'absorber une onde à une fréquence donnée, celui-ci sera capable d'émettre à la même fréquence un rayonnement d'origine thermique suivant la loi de Planck.

L'expérience qui consiste à placer un échantillon de polymère dans un four à micro-ondes dont la fréquence est de 2,45 GHz et à noter un échauffement rapide indique son aptitude à rayonner une énergie, dans cette gamme de fréquence et en fonction de sa température.

La température équivalente de bruit T_a de l'antenne du radiomètre est fonction des milieux vers lesquels elle est pointée. On peut ainsi mesurer, une température physique, l'humidité des sols, la pollution atmosphérique... Pour une étude à grande échelle, les radiomètres sont aéroportés ou montés sur satellites. Ils sont utilisables dans ce cas pour l'évaluation des ressources terrestres. Dans les applications médicales, la radiométrie est

utilisée en champ proche, c'est-à-dire que l'antenne est située à proximité de la source émissive.

Actuellement, coexistent deux méthodes en radio thermométrie :

⇒ la thermométrie micro-onde TMO,

⇒ la thermométrie micro-onde par corrélation (TMOC).

Ces deux méthodes utilisent des radiomètres de structures différentes qui vont maintenant être présentées.

1.2.5. LES DIFFERENTES METHODES DE THERMOMETRIE MICRO-ONDES.

1.2.5.1. La thermométrie micro-ondes

L'excès de température ΔT_m d'un matériau par rapport au milieu ambiant et capté par un radiomètre est défini par :

$$\Delta T_m = \sum_v C_i \cdot dT_i \quad [1.60]$$

C_i : Coefficient de couplage entre la sonde antenne et un petit élément de volume Δv_i

dT_i : excès de température du petit élément de volume Δv_i . (Figure [1.33])

La puissance captée par le récepteur correspond à la somme des contributions issues des éléments de volume constituant le milieu dissipatif couplé à l'antenne [Fab 1982], [Ler 1985]. Ces éléments de volumes Δv_i cèdent ainsi chacun à la sonde une puissance proportionnelle à leur température et à un coefficient de couplage C_i défini à partir du théorème de réciprocité soit :

$$C_i = (1/2) \cdot \sigma_i \cdot |E_i|^2 \cdot \Delta v_i \quad [1.61]$$

σ_i : conductivité électrique de l'élément Δv_i

$|E_i|$: intensité du champ rayonné en mode actif.

Dans ces conditions, la puissance totale captée par la sonde antenne (dans le cas d'une bonne adaptation, le coefficient de réflexion est égal à 1) est donné par la relation :

$$P = k \cdot \sum C_i \cdot T_i \quad [1.62]$$

1.2.5.2. La thermométrie micro-ondes multi-sondes

L'adoption d'un capteur multi-sondes [Ene 1985], constitué d'une barrette de sondes reliées au récepteur par un commutateur multivoies, a permis d'accroître le nombre des acquisitions radiométriques et d'améliorer la précision des cartes thermiques tout en réduisant la durée globale des acquisitions.

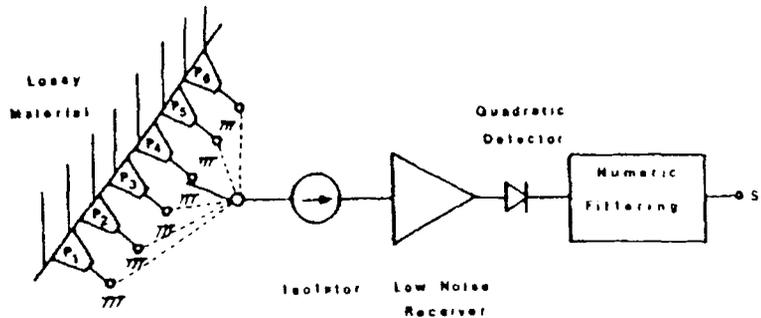


Figure 1.32: Représentation d'un système à radiométrie multi-sondes.

Le choix du nombre de capteurs résulte d'un compromis entre plusieurs facteurs :

- la dimension des sondes à la fréquence de travail,
- la limitation due au nombre de voies des commutateurs,
- la planéité du milieu à explorer.

L'accroissement du nombre d'informations nécessite le pilotage informatique du système par un ordinateur qui gère les acquisitions et les commutations de chaque voie.

1.2.5.3. La thermométrie micro-ondes multi-fréquences

Pour obtenir des informations sur la profondeur d'un objet thermogène au sein d'un milieu dissipatif, il peut être envisagé d'opérer avec un système à deux fréquences [Cam 1992],[Bon 1990]. Le couplage d'une antenne est modifié par la fréquence de travail, par combinaison de systèmes multi-sondes et multi-fréquences, il est possible d'effectuer des mesures à des profondeurs atteignant 4 à 5 cm dans le milieu (le choix de la fréquence permettant de modifier la profondeur d'investigation).

1.2.5.4. La thermométrie micro-ondes par corrélation

La méthode TMOC, [Bel 1984],[Cam 1993], consiste à détecter le bruit thermique d'un petit élément de volume du matériau analysé à l'aide de deux ou plusieurs sondes/antennes.

Cette technique permet de mesurer des gradients thermiques dans un milieu dissipatif avec une résolution spatiale qui atteint le millimètre.

La relation [1.60] devient:

$$\Delta T_m = \sum_v \sqrt{C_{i1}(f).C_{i2}(f)}. \cos(\Delta\phi + 2.\pi.f.\tau).dT_i \quad [1.63]$$

avec:

$\Delta\phi$: la différence de phase correspondant aux deux trajets partant de l'élément de volume jusqu'aux deux sondes.

$C_{i1}(f).C_{i2}(f)$: les paramètres de couplage entre les deux sondes et l'élément de volume.

τ : constante de la ligne à retard.

Un volume élémentaire ne participe au signal de sortie du système de mesure qu'à la condition d'être simultanément couplé aux deux sondes antennes. Les paramètres de couplage résultants, associés aux différents volumes élémentaires peuvent être contrôlés par l'opérateur:

- soit par la position relative des antennes,
- soit par action sur la constante de la ligne à retard τ .

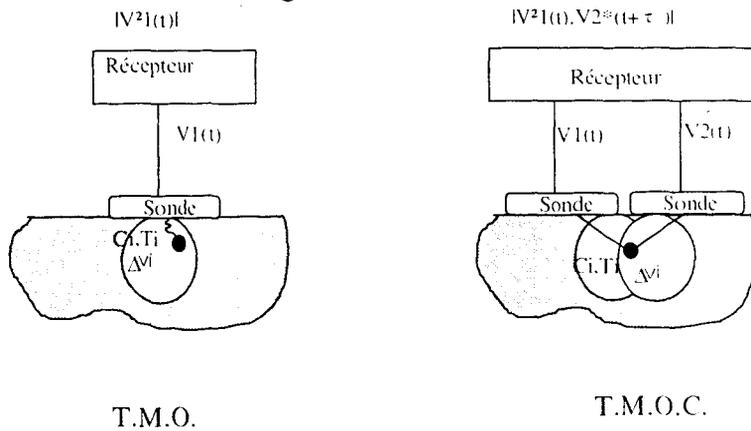
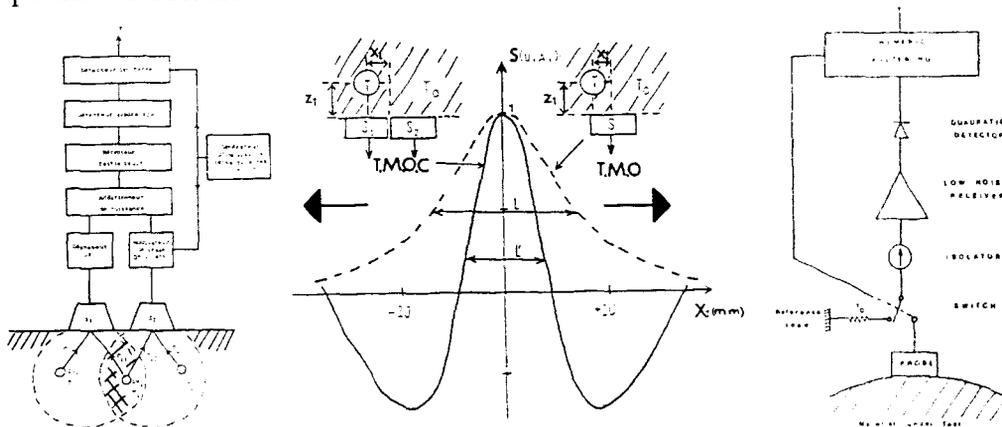


Figure [1.33]: Schéma de principe des différentes méthodes.

Cette méthode a la particularité de n'être sensible qu'aux gradients thermiques [Bel 1984]. Il peut être démontré que le signal de sortie, donc la mesure, s'annule si le milieu étudié est à une température uniforme.



Figure[1.34]: Localisation d'un objet thermique par la thermométrie à corrélation avec déplacement des sondes. Comparaison avec la thermométrie.

Les récepteurs à corrélation sont principalement de deux types :

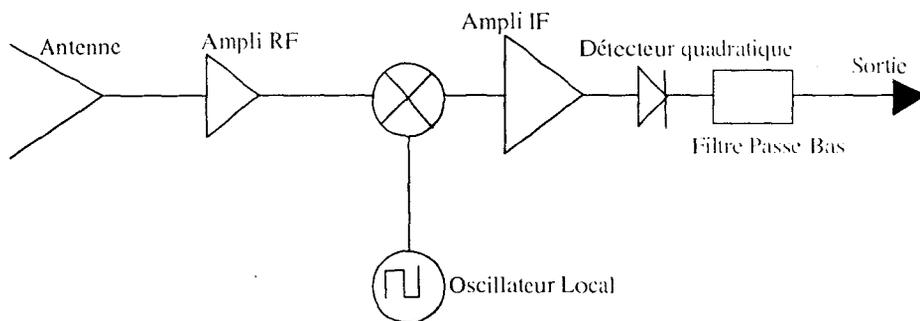
- le premier est un multiplicateur analogique de signaux qui ne fonctionne qu'en basses fréquences (inférieures à 10 MHz),
- le deuxième met en oeuvre un interféromètre à modulateur de phase.

1.2.6. LES DIFFERENTS TYPES DE RADIOMETRES.

Les radiomètres micro-onde sont des appareils capables de capter un signal électromagnétique d'une puissance de l'ordre de 10^{-15} Watt.

1.2.6.1. Les radiomètres à puissance totale.

De conception simple, ce sont en fait de super amplificateurs précédés d'une antenne. Leurs performances sont limitées par la variation du gain dont on ne sait pas si elle provient du phénomène observé ou de modification sur la chaîne d'amplification.



Figure[1.35]: Schéma de principe du radiomètre à puissance totale.

1.2.6.2. Le radiomètre de Dicke.

Le synoptique de la figure [1.36] représente la structure d'un radiomètre de Dicke modifié, tel que ceux utilisés pour les applications médicales ou industrielles (Brevet Français N°8100682 procédé et dispositif de thermographie micro-ondes par Chivé, Constant, Mamouny, Moschetto, Nguyen, Sozanski). Le principe de base de l'appareil consiste à amplifier et comparer deux signaux dont l'un est émis par le milieu étudié et reçu par une antenne, l'autre, issu d'une résistance thermostatée.

La chaîne d'amplification est alternativement commutée sur les deux voies par l'intermédiaire d'un modulateur hyperfréquence.

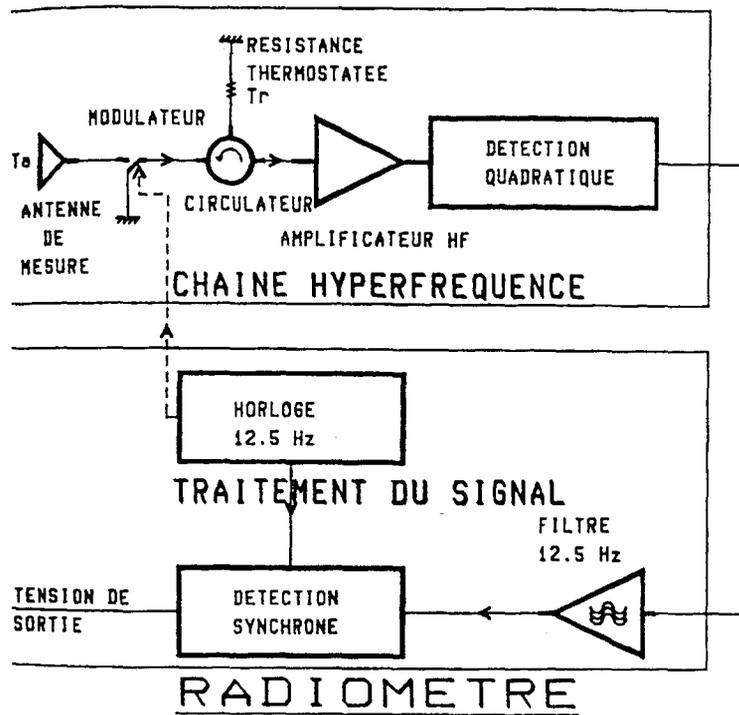


Figure [1.36]: Synoptique d'un radiomètre de Dicke modifié (Brevet Français N° 8100682).

Le signal capté par l'antenne est un bruit blanc gaussien dont la puissance est proportionnelle à la température du milieu. Le signal fourni par la résistance thermostatée est également un bruit blanc gaussien proportionnel à la température de cette résistance. L'amplificateur peut être considéré comme un amplificateur parfait auquel est associé, à l'entrée, un signal de bruit blanc gaussien dont la valeur est déterminée par le facteur de bruit de l'amplificateur. Si les paramètres de l'amplificateur sont constants, il est montré que son signal de bruit blanc gaussien n'intervient plus dans la chaîne de traitement. Une partie de l'information sur le bruit thermique du matériau émissif est perdue lors de la commutation sur la résistance thermique portée à T_r .

L'écart minimal de température ΔT_{\min} décelable par les radiomètres est [Van 1987]:

$$\Delta T_{\min} = \sqrt{2} \cdot \frac{T_s + T_r}{\sqrt{B \cdot \delta t}} \quad [1.64]$$

avec:

B : Bande passante du radiomètre

T_s : Température du matériau sous investigation

T_r : Température de bruit du radiomètre.

δt : Temps de la mesure

Le Département Polymères et Composites de l'Ecole des Mines de Douai est équipé d'un radiomètre de Dicke modifié dont le temps d'intégration δt est d'environ 4 à 5 secondes pour un ΔT_{\min} de $0,1^\circ\text{C}$ sur les matériaux biologiques.

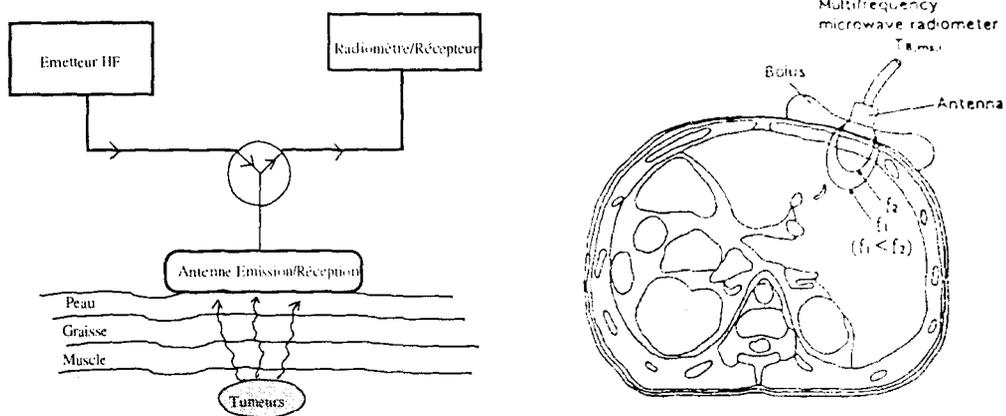
1.2.7. APPLICATIONS ACTUELLES DE LA RADIOMETRIE MICRO-ONDES.

A ce jour, plusieurs secteurs industriels sont concernés par les applications de la radiométrie. Dans certains cas, le chauffage micro-ondes est utilisé conjointement à la radiométrie ce qui paraît assez logique en vertu du principe de réciprocité.

1.2.7.1. Applications médicales.

Un des modes de résorption des tumeurs cancéreuses consiste à élever leur température jusqu'à une certaine valeur permettant leur destruction. Le principe utilisé en radiothérapie est donc de chauffer les tumeurs sous cutanées à une profondeur de l'ordre de quelques mm et ce à l'aide d'un système générateur de puissance micro-ondes (environ quelques dizaines de Watts) [Chi 1990].

En commutant l'antenne d'émission du signal de puissance sur un récepteur de bruit thermique, il devient possible de contrôler l'échauffement produit au sein des tumeurs malignes pour réguler la température pendant le traitement. La mesure est atraumatique. Le système est utilisé en urologie, en gynécologie et dans le traitement des tumeurs de la thyroïde ou de la base de la langue.



Figure[1.37]: Schéma de principe des systèmes utilisés en radiothérapie [Miz 1996].

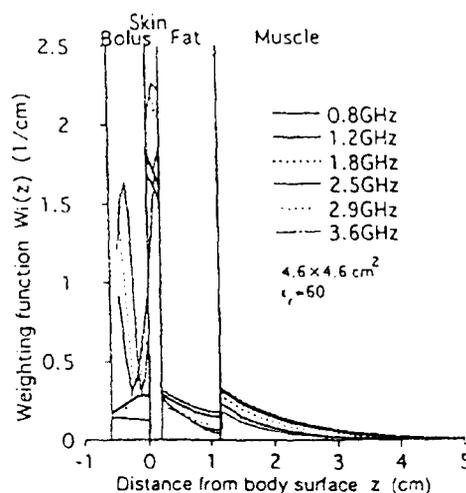
Le clinicien, lorsqu'il souhaite traiter des tumeurs en chauffant à l'aide d'une source micro-ondes (915 MHz) a besoin de connaître la répartition du champ de températures dans tout le volume chauffé et ce, de manière non-intrusive. La radiométrie micro-ondes apporte ici une solution à ce problème.

Une des spécialités de l'Institut d'Electronique et de Micro-électronique du Nord à Lille est de développer et de mettre au point des systèmes de reconstruction de profils thermiques pour les traitements basés sur l'hyperthermie [Dub 1991].

Les résultats obtenus ont tout d'abord permis aux cliniciens de reconstruire le profil thermique sur l'axe de l'applicateur destiné à chauffer l'organisme. Le logiciel développé est transféré et commercialisé par la société ODAM BRUKER.

Des améliorations ont ensuite été apportées pour, notamment :

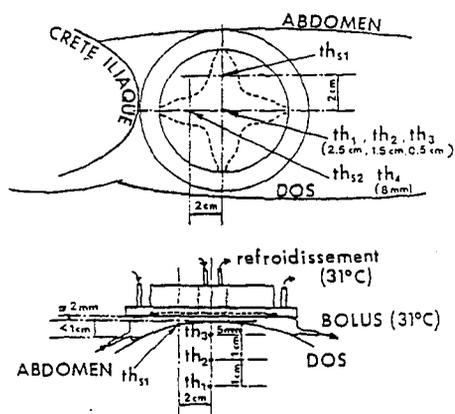
- dans un premier temps, mieux calculer la puissance émise par le générateur hyperfréquence en établissant un nouveau formalisme qui tient compte de l'influence de toutes les couches sous cutanées et détermine la puissance absorbée en fonction de la profondeur.
- dans un deuxième temps, un logiciel de reconstruction bidimensionnel de profils thermiques a été écrit sur la base d'une résolution numérique de l'équation de la chaleur par la méthode des différences finies.



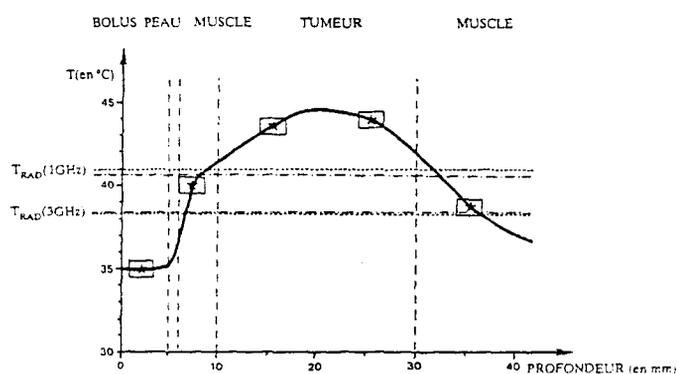
Figure[1.38]: Couplage de l'antenne avec le milieu dissipatif en fonction de la fréquence de mesure et la nature des matériaux [Miz 1996].

Chaque couche en regard de l'applicateur est caractérisée par:

- ses propriétés diélectriques (ϵ' , ϵ'')
- sa profondeur et son épaisseur
- ses propriétés thermiques λ (conductivité thermique).



Figure[1.39]: Localisation et disposition d'un multi-applicateur et des thermocouples de contrôle [Dub 1991].



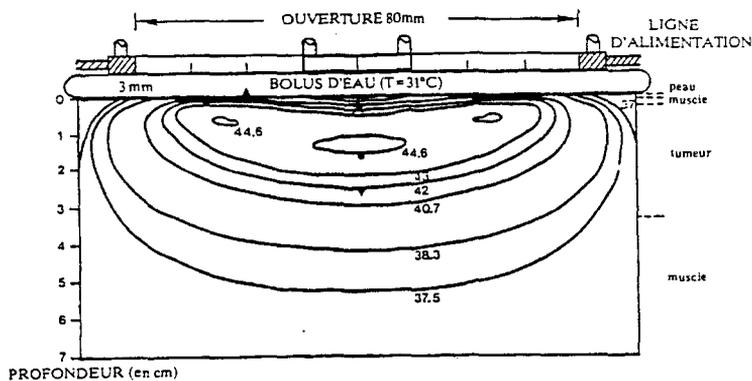
Figure[1.40]: Comparaison entre les températures radiométriques mesurées à 1 GHz et 3 GHz, et celles calculées à partir du gradient de température relevé par thermocouples implantés★, lors d'une séance d'hyperthermie micro-ondes sur patient [Dub 1991].

- - - - T (1 GHz) et T(3 GHz) mesurées - - - - T (1 GHz) et T(3 GHz) calculées.

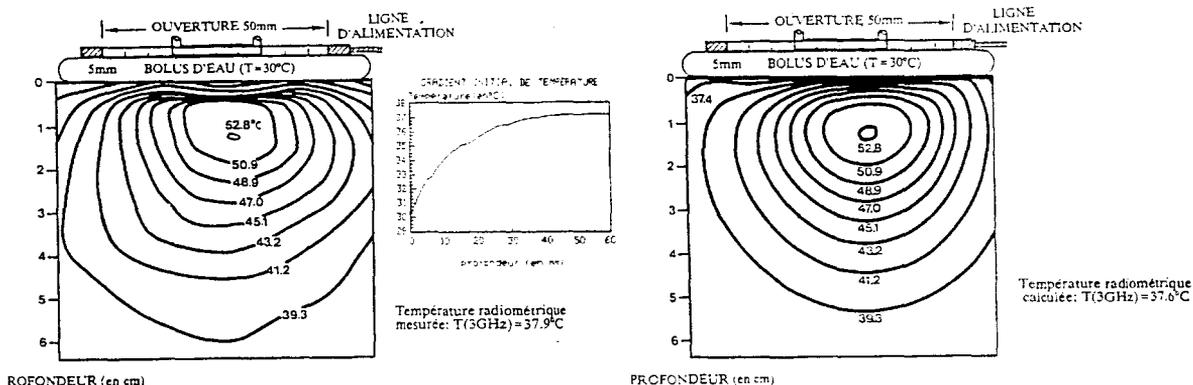
La modélisation bidimensionnelle a été effectuée en posant les hypothèses suivantes:

- les ondes électromagnétiques se propagent perpendiculairement aux interfaces,
- le mode de propagation est considéré de type quasi T.E.M.²,
- le calcul des températures à l'intérieur des différents milieux dissipatifs est réalisé dans le cas du régime thermique à l'état stationnaire.

²T.E.M. Transverse Electro-Magnétique.



Figure[1.41]: Comparaison entre les températures mesurées par thermocouples implantés, suivant la ligne d'excitation d'un multi-applicateur ($D=80\text{ mm}$, $\epsilon_r = 4,9$, $h=1,8\text{ mm}$) et les isothermes calculées à l'état stationnaire, lors d'une hyperthermie micro-ondes sur patient ($f=915\text{ MHz}$, $P_i = 30\text{ W}$).
Températures mesurées par thermocouples ● 43°C , ▼ 42°C , ★ $40,7^\circ\text{C}$, ◆ $38,3^\circ\text{C}$. [Dub 1991].



Figure[1.42]: Comparaison entre les isothermes mesurées et calculées suivant la ligne d'excitation d'un mono-applicateur équipé d'un bolus d'eau. Les relevés sont effectués lors d'un chauffage micro-ondes ($f=915\text{ MHz}$, $P_i = 8,6\text{ W}$) d'un gel polyacrylamide présentant un gradient initial de température [Dub 1991].

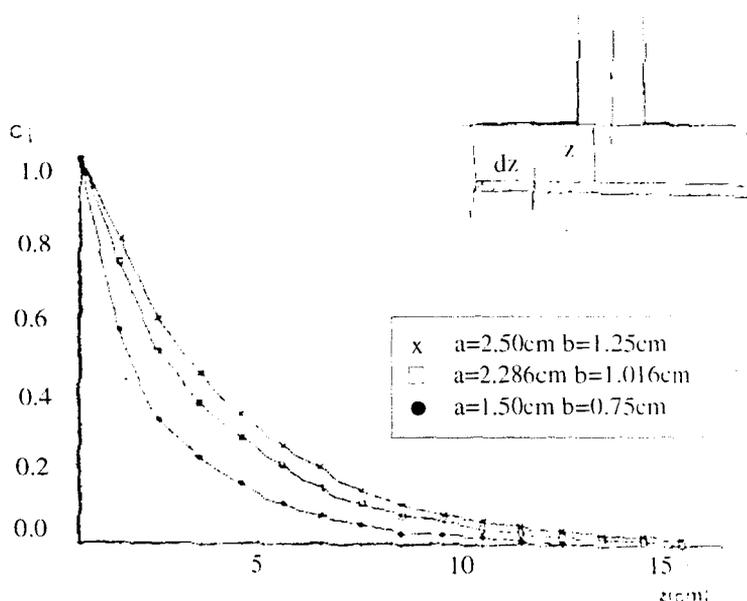
1.2.7.2. Application de la radiométrie au contrôle des revêtements routiers

Des études ont été menées pour résoudre un problème posé par le Centre Technique de l'Équipement de Rouen concernant la mise au point d'un système de mesure de la température d'enrobés bitumineux [Boc 1989],[Con 1994]. La complexité des revêtements est devenue telle qu'il est nécessaire de disposer d'un outil de contrôle précis de la température.

Le principe repose sur l'utilisation d'un radiomètre fonctionnant dans la bande 10-12 GHz et qui capte par l'intermédiaire d'un guide d'onde le bruit thermique émis par l'enrobé. Le prototype construit est destiné à mesurer la température des enrobés dans une gamme de 60°C à 180°C.

L'expérience a montré que le signal radiométrique était révélateur de la température moyenne en volume. La reproductibilité des signaux est de l'ordre de $\pm 2^\circ\text{C}$ pour des températures inférieures à 130°C.

La détermination des gradients thermiques semble pouvoir se déduire, selon les auteurs, du signal radiométrique. Pour résoudre les différentes indéterminations, ils exploitent le fait que *le sens du gradient est a priori connu* et qu'ils peuvent faire varier l'ouverture de la sonde, ces éléments offrent la possibilité de travailler à fréquence fixe.



Figure[1.43]: Evolution des paramètres de couplage par tranches de 0,5 cm du matériau en fonction de la profondeur, pour différentes ouvertures du guide. $f=11\text{ GHz}$ ($\epsilon_r^* = 7-j(0,17)$).

1.2.7.3. Application de la radiométrie à l'industrie textile

Les matériaux textiles sont soumis, en milieu industriel [Sai 1990], à des traitements thermiques d'ennoblissement qui peuvent être regroupés en deux classes :

- le séchage, effectué après chaque opération de teinture et d'apprêt,
- des traitements thermiques consistant en un choc thermique où les matières synthétiques peuvent atteindre des températures de l'ordre de 200°C.

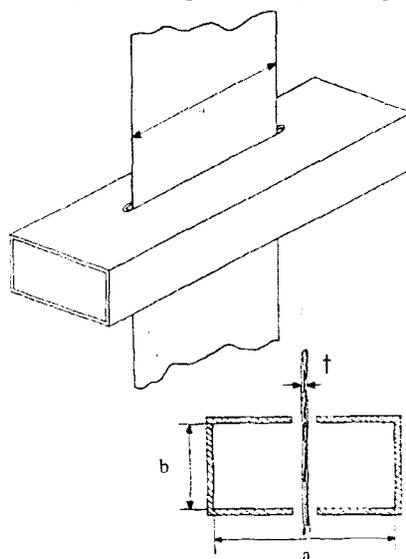
Les quantités d'énergie mises en oeuvre sont importantes et l'optimisation des procédés nécessite de connaître le plus exactement possible la température du matériau.

Devant l'inefficacité des méthodes classiques utilisant les thermocouples ou les capteurs infrarouge, des essais expérimentaux ont donc été réalisés pour mettre au point une méthode par radiométrie micro-ondes tout en sachant que les structures géométriques, les permittivités et les températures sont différentes de ce que l'on peut trouver dans les applications médicales précédemment décrites.

Le radiomètre utilisé est centré sur une fréquence de 9 GHz, la sensibilité du système étant d'environ 0,1°C pour un temps de mesure d'une seconde.

La sonde destinée à capter le rayonnement dû au bruit thermique est un guide d'onde en bande X sur lequel deux fentes ont été aménagées dans la partie centrale du guide. La nappe de textile passe au travers de ces deux fentes (figure [1.44]).

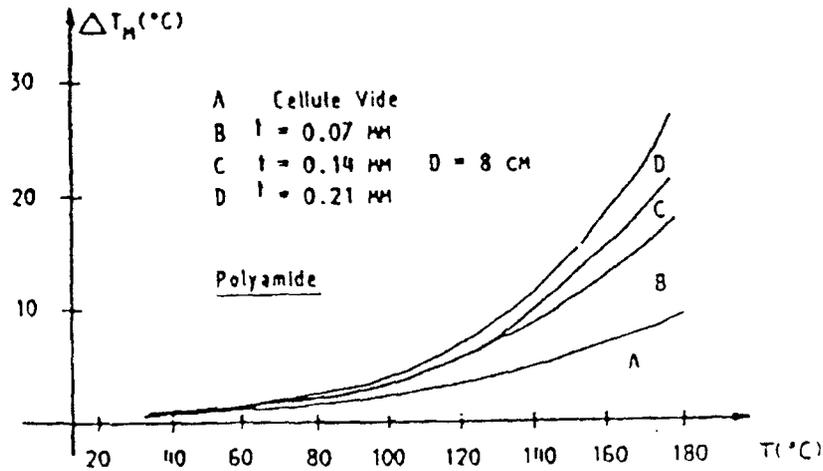
Cette configuration permet de situer le matériau dans une zone où le couplage avec le guide d'onde est optimal, de plus cette disposition perturbe peu la propagation du rayonnement.



Figure[1.44]: Vue de profil de la nappe textile (d'épaisseur t) traversant le guide d'ondes.

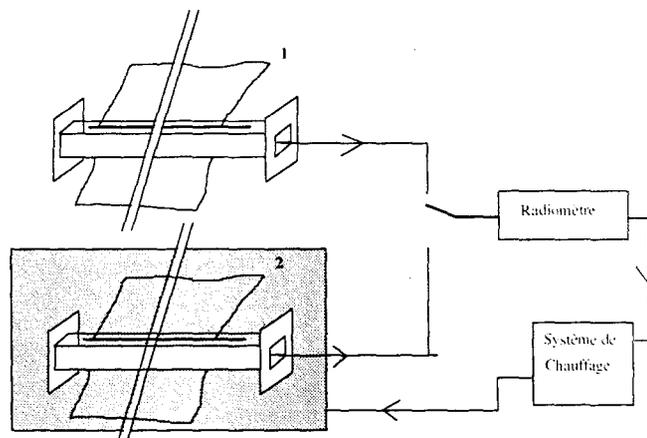
Les mesures ont porté sur plusieurs types de matériaux (polyesters, polyamides, acrylique, coton) en fonction de la température ($20^{\circ}\text{C} < T < 200^{\circ}\text{C}$).

L'interprétation des résultats montre que le radiomètre voit bien une augmentation de la température de la nappe textile. L'évolution de la permittivité en fonction de la température est mise en évidence. Les auteurs notent qu'il semble possible de remonter à l'expression d'un gradient thermique sur la largeur de la nappe.



Figure[1.45]: Evolution de la température équivalente au signal radiométrique en fonction de la température du matériau et de son épaisseur (t).

Un exemple d'asservissement est présenté figure [1.46]. Le principe repose sur l'utilisation d'une cellule témoin dont la température est parfaitement maîtrisée et qui, par comparaison avec la cellule de mesure, permet d'effectuer une régulation des systèmes de chauffage.



Figure[1.46]: Exemple d'asservissement de la température d'un four chauffant la cellule 2 à partir de la comparaison des signaux émis par les deux cellules.

1.2.8. CONCLUSION

Il existe des applications de la thermométrie micro-ondes dans différents secteurs industriels montrant :

- ⇒ la possibilité de reconstruire des profils thermiques en bidimensionnel dans des milieux à pertes tels que les tissus biologiques,
- ⇒ la faisabilité de la technique sur des matériaux à faibles pertes tels que les textiles ou le goudron des revêtements routiers.

Ceci confirme les potentialités de la thermométrie micro-ondes comme l'écrit Y. Leroy dans son article des Techniques de l'Ingénieur :

"il peut être réalisé une thermométrie micro-onde pour des matériaux présentant des pertes diélectriques moyennes. Ces matériaux sont généralement des corps ou liquides polaires, des produits hydratés. C'est le cas des textiles, des polymères, des matériaux composites."

1.3. PROGRAMME DE RECHERCHE

Les phénomènes thermomécaniques développés dans les procédés de transformation des polymères génèrent des profils thermiques que l'on sait produire grâce au calcul sans pouvoir toutefois les vérifier expérimentalement par une méthode de mesure. La radiométrie micro-ondes est appliquée depuis plusieurs années dans différents secteurs industriels pour notamment, reconstruire des profils thermiques.

Le programme de recherche s'attachera donc à vérifier si il existe des possibilités pour utiliser la radiométrie micro-ondes dans le champ d'applications que constituent les polymères.

En premier lieu, l'applicabilité de la radiométrie micro-ondes aux polymères est à vérifier par des expériences destinées à détecter la présence d'un signal électromagnétique lors des variations des conditions thermiques ou de polarité sur les matériaux.

Sachant que les polymères présentent des caractéristiques diélectriques sensibles aux variations de température, il est nécessaire de développer et de mettre au point une méthode de mesure de la permittivité diélectrique des polymères entre 20°C et 200°C aux fréquences comprises entre 1 GHz et 8 GHz.

Pour optimiser la réception, par le radiomètre ODAM 3000 disponible au laboratoire, de la puissance due au bruit thermique et émise par les polymères, une antenne adaptée aux matériaux à faibles pertes diélectriques devra être définie, réalisée et validée. Cet élément sera monté sur une filière expérimentale d'extrusion de plaques.

Le développement d'un logiciel de calcul devrait permettre de déterminer la température radiométrique équivalente à partir, d'une part d'un signal radiométrique mesuré, d'autre part d'un profil thermique relevé simultanément dans le canal de la filière contenant le polymère. Les profils thermiques sont limités à des allures géométriques ne présentant qu'un seul maximum et sont symétriques ou dissymétriques par rapport au centre de l'écoulement.

Finalement, la reconstruction d'un profil thermique inconnu résultera de l'association de plusieurs modules informatiques dont les entrées sont constituées :

- des températures situées de part et d'autre de l'épaisseur de l'écoulement.
- du signal radiométrique mesuré à partir de la situation thermique dans le canal de la filière,
- d'une information sur l'aspect géométrique du profil thermique,
- d'une base de données de profils préenregistrés.

CHAPITRE 2

Applicabilité de la radiométrie micro-ondes aux polymères.

2.1. INTRODUCTION

Cette première série de mesures a pour objectif d'étudier l'applicabilité de la radiométrie micro-ondes aux polymères, qu'ils soient thermoplastiques ou thermodurcissables. En effet, il est important de savoir si le signal capté par le radiomètre permet grâce à son amplitude de remonter aux informations d'origines thermiques.

Par ailleurs, si il est bien connu que le chauffage hyperfréquence est utilisé dans la transformation des polymères, aucun travail n'a été publié sur l'étude des phénomènes thermiques par radiométrie micro-ondes dans les écoulements de polymères.

Les quatre expériences suivantes ont été réalisées:

- contrôle de la réticulation d'une résine,
- identification de traces de polluant dans un écoulement de polymères.
- mise en évidence d'un traceur micro-ondes,
- utilisation de la radiométrie en tant que contrasteur diélectrique.

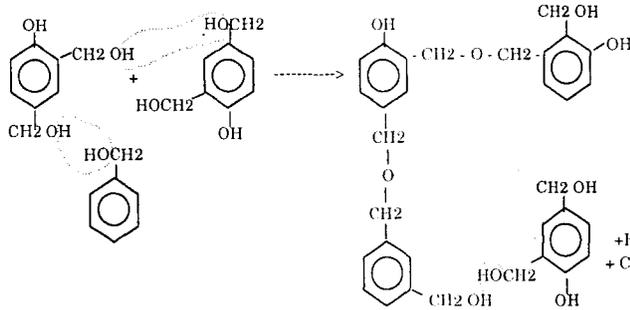
Pour effectuer ces expériences, le radiomètre utilisé est du type ODAM 3000. L'appareil fonctionne autour de 3 GHz et la société BRUKER S.A. le commercialise habituellement pour des applications médicales à des fins de traitements par hyperthermie. L'antenne utilisée dans cet avant programme est une antenne en structure plaquée fonctionnant à 915 MHz pour l'hyperthermie mais permet également une mesure avec le radiomètre ODAM 3000.

2.2. CONTROLE DE LA RETICULATION D'UNE RESINE.

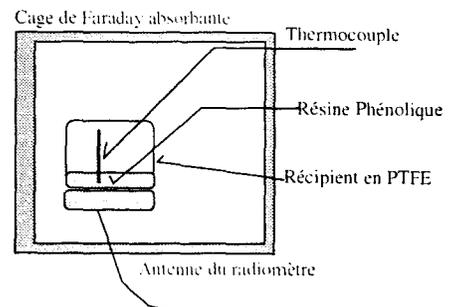
Le principe de l'essai consiste à capter le rayonnement électromagnétique émis pendant la polycondensation d'une résine phénolique.

L'échantillon de résine de masse de 250 gr et contenant 8% en masse de catalyseur se présente sous la forme d'un disque de liquide visqueux d'un diamètre de 92 mm et de 29 mm d'épaisseur. Le mélange est contenu dans un récipient en Polytétrafluoroéthylène reposant lui même sur la surface de la sonde-antenne. Un thermocouple placé au coeur de la résine permet de suivre la température au cours de la polycondensation (Figure [2.1-1]). Le rayonnement capté par le radiomètre permet donc de suivre la réticulation sans aucun contact avec le

matériau étudié. Il correspond à l'énergie dégagée lors de la réaction et estimée à 54 KJ pour l'échantillon à partir d'une analyse en DSC¹.

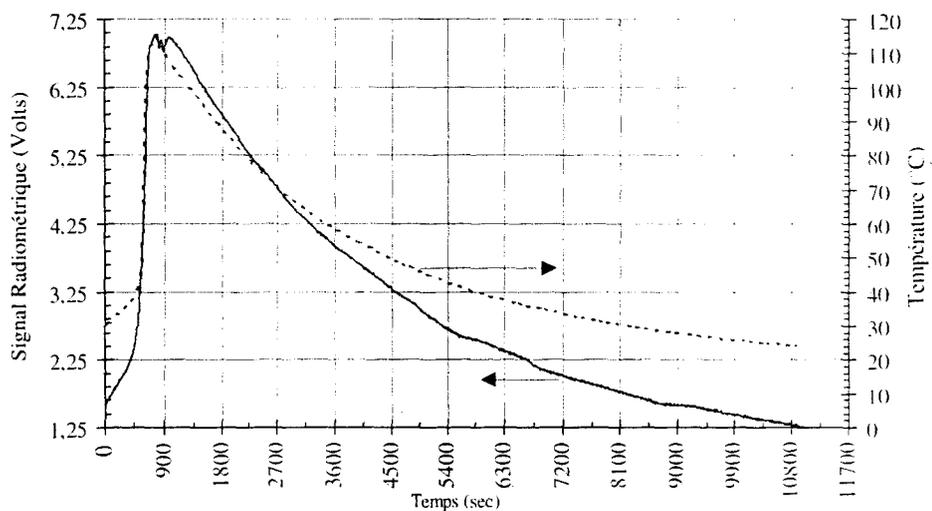


Figure[2.1-1]: Schéma de principe de la réaction de polymérisation d'une résine phénolique



Figure[2.1-2]: Schéma de principe des essais de suivi de réticulation par radiométrie.

La figure [2.2] montre le résultat typique d'une réticulation. Les deux signaux, radiométrique et de température, ont la même allure. Un décrochement du signal radiométrique est visible vers 110°C et laisse supposer un rapide dégagement d'eau modifiant ainsi de façon sensible les caractéristiques diélectriques de l'échantillon. La cinétique rapide de l'exothermie risque de masquer les modifications du signal radiométrique suite à l'évolution des caractéristiques diélectriques du matériau. En effet, le signal radiométrique est simultanément le reflet de la température et de la structure du matériau.



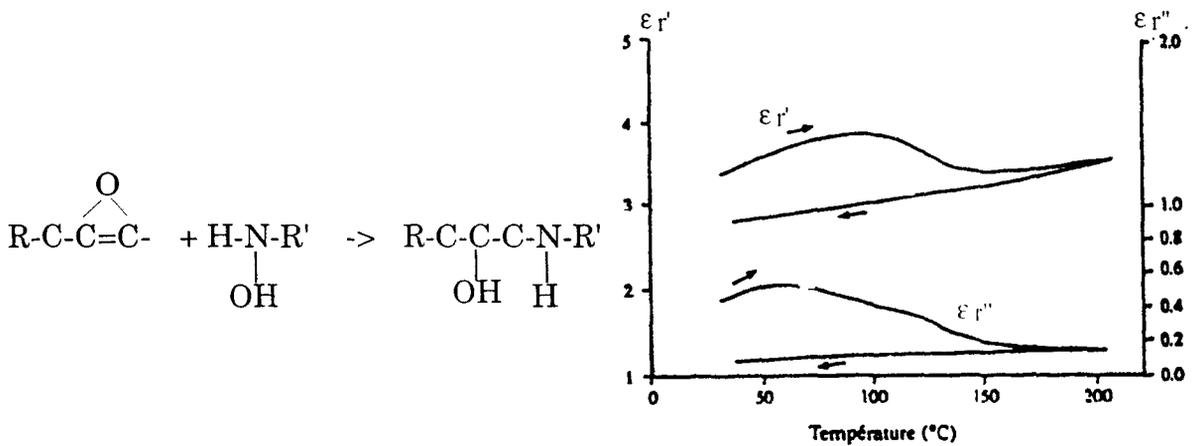
Figure[2.2]: Suivi du signal radiométrique et de la température d'un échantillon de résine phénolique.

La polymérisation s'accompagne de variations significatives des constantes diélectriques ϵ_r' et ϵ_r'' qui recouvrent des phénomènes physiques variés:

¹DSC: Differential Scanning Calorimetry ou Analyse Enthalpique Différentielle qui permet de mesurer une quantité d'énergie échangée entre le matériau sous test et un milieu de référence.

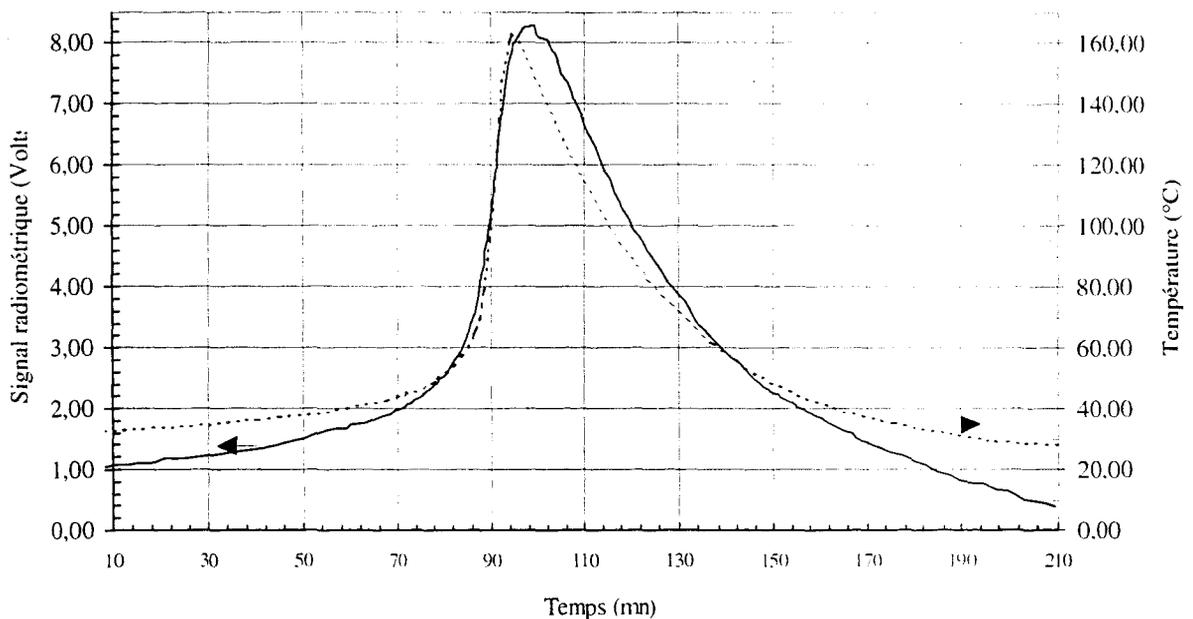
- simple relaxation des entités polaires,
- changement d'état physique,
- modification des compositions par réactions chimiques,
- changement d'état dû à la formation d'un réseau par pontage chimique [Sil 1987],[Del 1991].

Dans le cas d'une résine Epoxy, la figure [2.3-2] montre par exemple, l'évolution des constantes diélectriques $\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j.\epsilon_r''$ en cours de polymérisation et après polymérisation.



Figure[2.3-1] : Schéma type de réaction d'une résine avec Durcisseur.

Figure[2.3-2] : Evolution des caractéristiques Epoxy diélectriques (ϵ_r' et ϵ_r'') d'un système Epoxy en fonction de l'état de polymérisation [Out, 1989].



Figure[2.4]: Suivi du signal radiométrique et de la température d'un échantillon de résine Epoxy.

L'observation de la figure [2.4] met en évidence un décalage vers les temps élevés du signal radiométrique lors du suivi de la polymérisation d'une résine Epoxy. Si le thermocouple effectue rapidement une mesure ponctuelle, le radiomètre quant à lui, intègre le rayonnement émis par tout le volume du matériau. Le décalage pourrait éventuellement provenir de l'élévation globale de la température de l'échantillon suite au transfert de chaleur par conduction, du coeur vers tout le volume.

2.3. IDENTIFICATION DE TRACES DE POLLUANTS DANS UN ECOULEMENT DE POLYMERES.

Les industriels de la plasturgie réutilisent les rebuts de productions telles que les carottes d'injection ou tentent de recycler des déchets plastiques telles que les bouteilles d'eau minérales, par exemple.

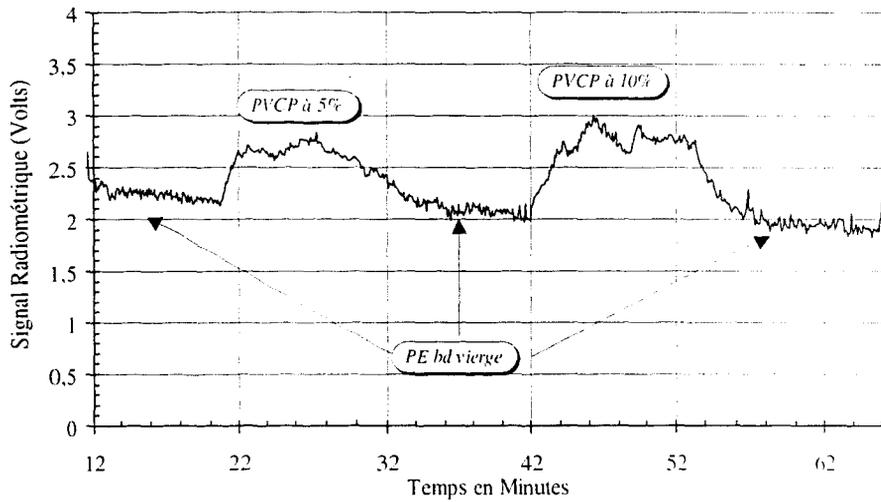
Il est assez complexe de mettre en oeuvre des techniques de détection de polluant dans les écoulements de polymères tout au moins sur les lignes de production.

Dans le cas de matériaux recyclés, pour lesquels, on ne sait pas toujours garantir l'origine et la composition précise, il a pu être mis en évidence le fait que la radiométrie micro-ondes pouvait être utilisée pour révéler la présence de traces polluantes dans un milieu homogène en température.

Le principe repose sur l'effet de contraste des caractéristiques diélectriques du polymère et des polluants.

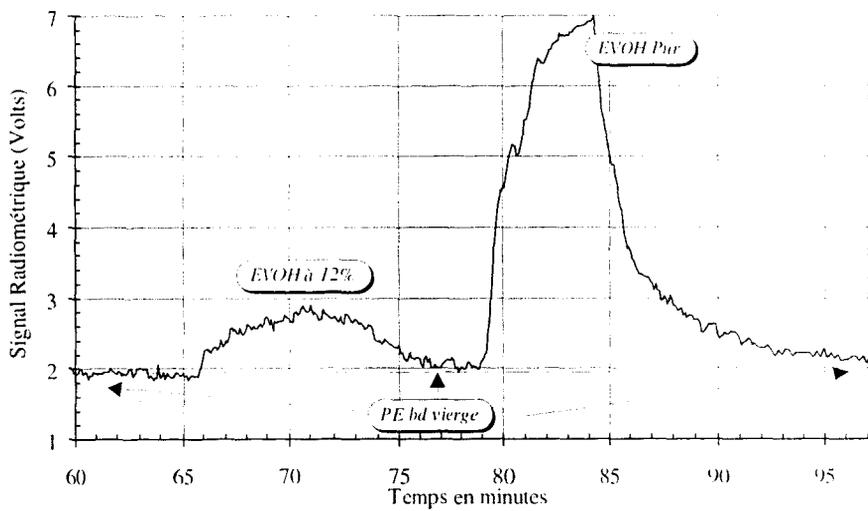
La figure [2.5] trace l'évolution du signal radiométrique lors de l'extrusion d'un Polyéthylène basse densité (matériau non polaire). Sur la courbe, le passage du Polyéthylène, dont la température est de 200°C, correspond à la ligne de base du signal.

L'addition de 5% en masse de Polychlorure de vinyle plastifié puis de 10%, est détectée par le radiomètre.



Figure[2.5]: Extrusion d'un Polyéthylène avec quelques traces de polluant constitué de PVC plastifié.

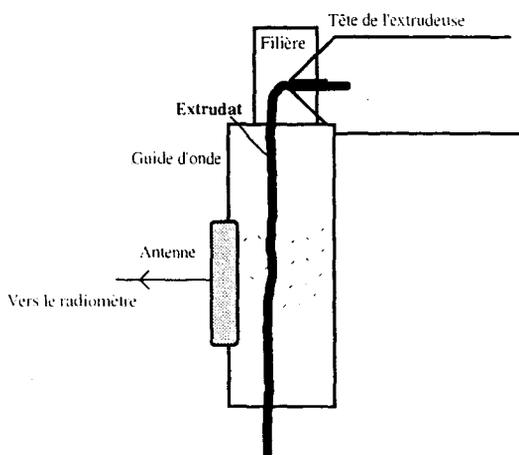
On peut mettre le même phénomène en évidence avec un Ethylène vinyl alcool (EVOH) figure [2.6].



Figure[2.6]: Extrusion d'un Polyéthylène avec quelques traces de polluant constitué d'EVOH puis EVOH pur.

2.4. TRACEUR AU NOIR DE CARBONE.

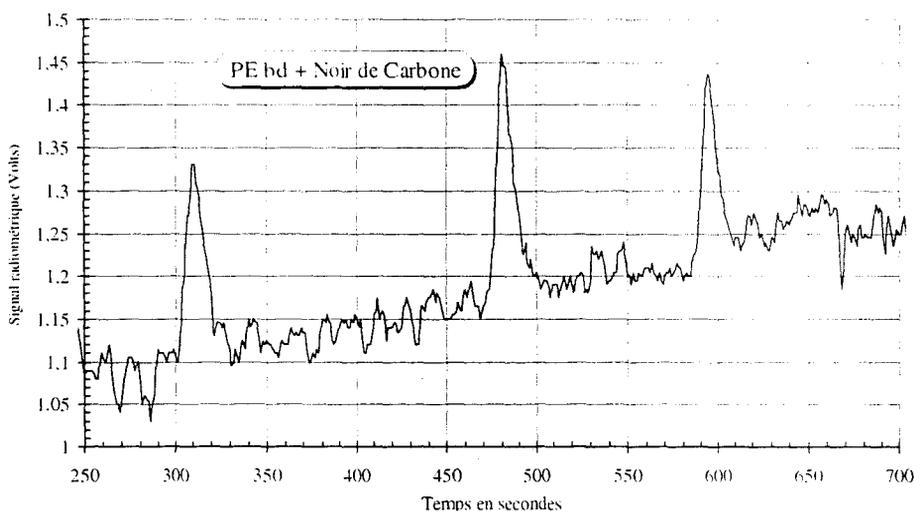
Le principe de cette expérience consiste à extruder (autour de 220°C) un polymère non polaire (un Polyéthylène basse densité PEbd) et à faire circuler l'extrudât à l'intérieur d'un guide d'onde sur lequel a été disposé l'antenne du radiomètre figure[2.7].



Figure[2.7]:Schéma de montage

La figure [2.8] met en évidence un signal dont la ligne de base qui, comprise entre 1,05 Volt et 1,25 Volt, correspond au passage de l'extrudât de polymère en regard de l'antenne. La dérive de la ligne de base est due à l'échauffement au sein du guide d'onde.

Les pics, d'une amplitude d'environ 0,3 Volt sont liés au passage de particules de noir de carbone ponctuellement insérées au cours de l'extrusion du Polyéthylène. Ces particules modifient la conductivité du matériau extrudé, et jouent le rôle de traceur électromagnétique. Cette détection permet éventuellement de réaliser des mesures de vitesses ou de taux de dispersion.

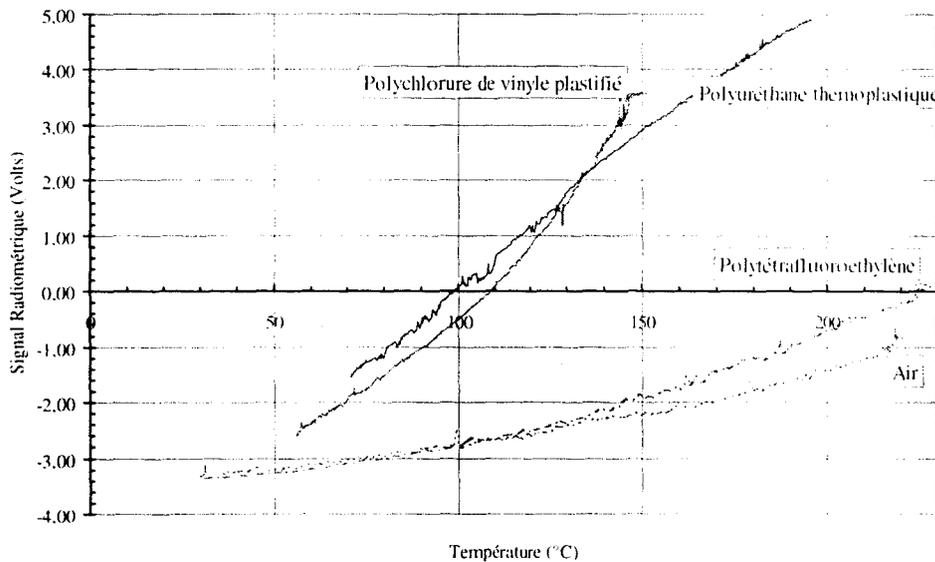


Figure[2.8]: Modification de la réponse radiométrique lors de la présence de noir de carbone.

2.5. UTILISATION DE LA RADIOMETRIE EN TANT QUE CONTRASTEUR DIELECTRIQUE.

Dans le même esprit que l'expérience précédente, le radiomètre peut-être utilisé en tant que contrasteur diélectrique. Les polymères voient leurs caractéristiques diélectriques varier en fonction de la température et ne réagissent pas tous de la même façon ([Von Hip 1970],[Fros 1967]). Ce phénomène est mis en évidence en disposant des échantillons de matériaux de différentes natures dans une enceinte thermique équipée d'un hublot transparent aux micro-ondes.

L'allure des signaux radiométriques associés à chaque matériaux reflète les divers comportements diélectriques qui peuvent exister.



Figure[2.9] : Evolution du signal radiométrique émis par différents milieux constitués de polymères en fonction de la température.

2.6. CONCLUSION

Au cours de cette phase préliminaire, la radiométrie micro-onde a été appliquée aux polymères thermoplastiques et thermodurcissables dans le cadre de procédés distincts tels que l'extrusion de profilés et la polymérisation de résine.

La bonne sensibilité du signal radiométrique à la thermique et à la structure des polymères permet notamment :

- de suivre la cinétique de polymérisation d'une résine thermodurcissable,
- de déceler les variations de température sur de simples extrudats de polymères thermoplastiques,

- de détecter des traces de polluants lors de l'extrusion d'une matière donnée.

Les expériences réalisées au cours de la phase de faisabilité permettent de conclure positivement quant à l'applicabilité de la radiothermométrie micro-ondes pour étudier les transferts thermiques générés dans les procédés de transformation des polymères.

Il a pu être vérifié que les polymères testés présentaient des caractéristiques diélectriques sensibles à la température. La reconstruction des gradients thermiques développés au sein des matériaux nécessite la connaissance de l'évolution de leurs permittivité diélectriques en fonction de la température et aux fréquences élevées utilisées en radiométrie micro-ondes.

CHAPITRE 3

Mesure de la Permittivité des polymères en
fonction de la température.

3.1. INTRODUCTION

Les caractéristiques diélectriques des polymères dans la gamme des Hyperfréquences sont mal connues et complexes à obtenir à des températures élevées, c'est à dire autour de 200°C. Il a donc été nécessaire de mettre en place une méthode adaptée dans les gammes de température et de fréquence utilisées : à savoir de 20°C à 200°C et de 1 GHz à 8 GHz.

Les méthodes de mesures des permittivités sont nombreuses et généralement délicates à mettre en oeuvre. Celles-ci sont basées sur des mesures de réflexion et ou de transmission d'une onde électromagnétique, effectuées sur le matériau.

Après une présentation des méthodes classiques existantes et des applications associées, le choix circonstancié de la technique retenue sera expliqué.

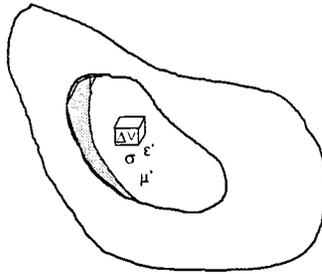
3.2. PRESENTATION DES DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION.

L'amplitude du signal radiométrique capté en provenance d'un polymère évolue en fonction de la température et de ses pertes diélectriques. De la température tout d'abord, puisque le signal reflète l'énergie rayonnée (Loi de Planck). Les caractéristiques diélectriques des polymères évoluant en fonction de la température, il convient de mesurer ce phénomène pour l'intégrer ultérieurement dans le programme de reconstruction de profils thermiques.

Le présent chapitre s'attache donc à présenter les différentes méthodes de caractérisation des facteurs diélectriques pour faire un choix adapté à l'étude des polymères.

3.2.1. LA METHODE DES PETITES PERTURBATIONS.

Un échantillon dont on souhaite mesurer la permittivité complexe est placé dans une cavité [Gar 1984]. La différence entre les fréquences de résonance avec et sans l'échantillon renseigne sur les caractéristiques diélectriques. Les limitations de la méthode sont liées à la taille de l'échantillon. En effet, si ce dernier est trop petit, la méthode est imprécise, si il est trop grand, il ne peut plus être considéré comme une perturbation.



Figure[3.1]: Représentation de la cavité et de sa perturbation.

3.2.2. CAVITE REMPLIE DE MATERIAU.

Le principe repose sur l'utilisation d'une cavité résonnante dont on a mesuré les fréquences de résonance à vide et en charge (respectivement $F_{0\text{ vide}}$ et F_{0c}) ainsi que les facteurs de qualité (respectivement Q_v et Q_p). La cavité est remplie du matériau dont on cherche à évaluer la permittivité [Sae 1989],[Jin 1989].

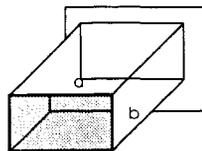
$$\epsilon r' = \left(\frac{F_{0\text{vide}}}{F_{0\text{chargée}}} \right)^2 \quad [3.1]$$

$$\epsilon r'' = \epsilon r' \cdot \left(\frac{1}{Q_p} - \frac{\epsilon r'^{\frac{1}{4}}}{Q_v} \right)^2 \quad [3.2]$$

Les méthodes par cavités sont relativement précises surtout pour les matériaux à faibles pertes. Les échantillons à étudier peuvent avoir diverses formes: bâtonnets, sphères, liquides dans des capillaires ayant un volume minime vis à vis du volume de la cavité.

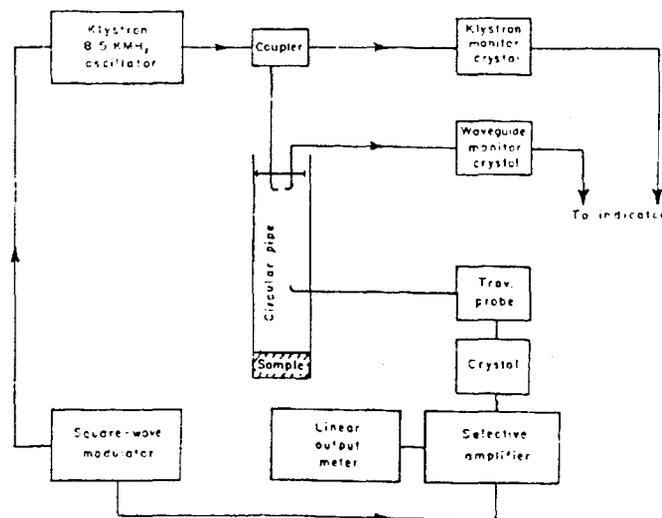
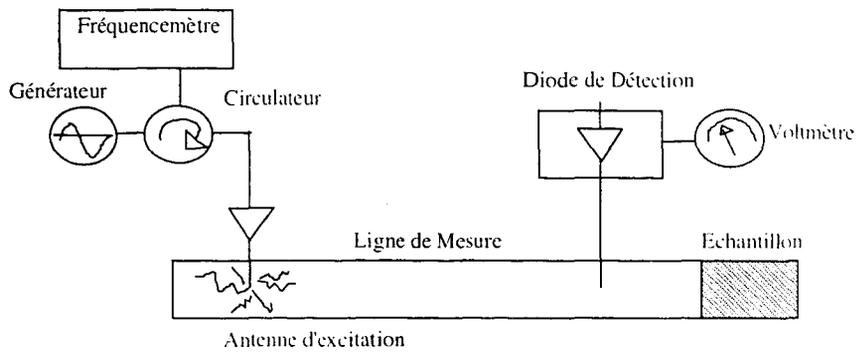
3.2.3. MESURE EN GUIDE D'ONDE.

Le principe consiste à disposer un échantillon à l'intérieur d'un guide d'onde et à observer les signaux émis par un générateur puis réfléchis ou transmis par le milieu.



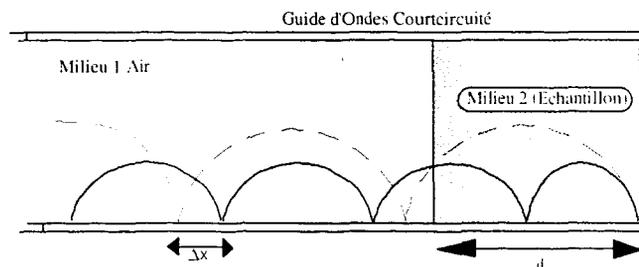
Figure[3.2]: Vue d'un guide d'onde.

Un générateur émet un signal électromagnétique sinusoïdal dont on contrôle le niveau et la fréquence. Le guide d'onde est fendu et dispose d'un système porte antenne mobile. L'antenne pénètre dans le guide d'onde pour prélever la valeur du champ électrique stationnaire. Le détecteur en aval de l'antenne d'excitation délivre une tension proportionnelle au carré du champ électrique.



Figure[3.3]: Schéma de principe de la mesure en guide d'ondes [Fro 1967].

Le guide d'onde contient les deux milieux I et II qui présentent des constantes de propagation γ^*_1 et γ^*_2 différentes.



Figure[3.4]: Interface entre les deux milieux de propagation.

Le taux d'onde stationnaire T.O.S. est modifié [].

$$\text{T.O.S.} = \frac{E_{\max}}{E_{\min}} \quad [3.3]$$

Le déphasage φ entre les ondes est donné par l'expression suivante :

$$\varphi = 2 \cdot \pi \cdot \left(\frac{d + \Delta x}{\lambda_g} \right) \quad [3.4]$$

λ_g : Longueur d'onde guidée,

d : Epaisseur de l'échantillon,

Δx : Déplacement des minima en présence de l'échantillon.

La constante de propagation γ^*_2 est solution de l'équation [3.5].

$$\frac{th(\gamma^*_2 \cdot d)}{\gamma^*_2 \cdot d} = j \cdot \frac{\lambda_g}{2 \cdot \pi \cdot d} \cdot \left(\frac{\left(\frac{1}{\text{T.O.S.}} - j \cdot tg\varphi \right)}{\left(1 - j \cdot \frac{tg\varphi}{\text{T.O.S.}} \right)} \right) \quad [3.5]$$

La solution γ^*_2 est obtenue par une méthode numérique puis introduite dans l'expression de la permittivité :

$$\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j \cdot \epsilon_r'' = \frac{\left(\left(\frac{1}{\lambda_c} \right)^2 - \left(\frac{\gamma_2 \cdot d}{2 \cdot \pi \cdot d} \right)^2 \right)}{\left(\frac{1}{\lambda_0} \right)^2} \quad [3.6]$$

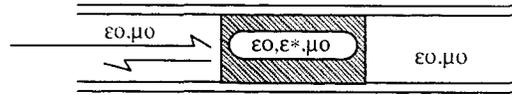
avec : λ_c : Longueur d'onde de coupure

λ_g : Longueur d'onde guidée.

λ_0 : Longueur d'onde dans l'air.

Lorsque le matériau présente des pertes importantes, il n'est pas nécessaire d'utiliser un guide d'onde court-circuité. En connectant le guide d'onde à un analyseur de réseau, la mesure du coefficient de réflexion $\rho^*(0)$ dans le plan de l'interface des deux milieux, permet de calculer le rapport des impédances à vide et en charge (respectivement Z_{c0} et Z_{cc}).

$$\frac{Z_{ca}}{Z_{cc}} = \frac{1 - \rho^*_0}{1 + \rho^*_0} \quad [3.7]$$



Figure[3.5] : Réflexion d'une onde incidente à la surface de l'échantillon dans un guide d'onde.

$$\epsilon r^* = \left(\frac{1 - \rho^*_{0}}{1 + \rho^*_{0}} \right)^2 \cdot \left(1 - \left(\frac{\lambda}{2 \cdot a} \right)^2 \right) + \left(\frac{\lambda}{2 \cdot a} \right)^2 \quad [3.8]$$

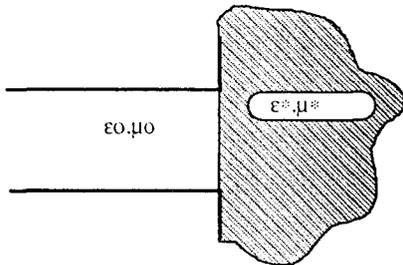
λ : Longueur d'onde dans le milieu ϵr^*

a : Largeur du guide d'onde.

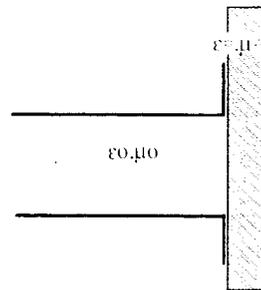
3.2.4. TECHNIQUE DU MINIMUM DE REFLEXION.

La permittivité d'un matériau à faibles pertes de longueur L est rapidement connue en déterminant la fréquence à laquelle soit la transmission soit la réflexion est minimale [Col 1989],[Mar 1985].

Les guides d'ondes peuvent être utilisés pour propager une onde jusqu'à l'échantillon sans que celui-ci ne soit placé à l'intérieur d'un guide d'onde. Si le calcul de la permittivité est plus complexe à réaliser, la mesure par réflexion est plus rapide.



Figure[3.6]: Mesure en milieu infini.



Figure[3.7]: Mesure sur une plaque.

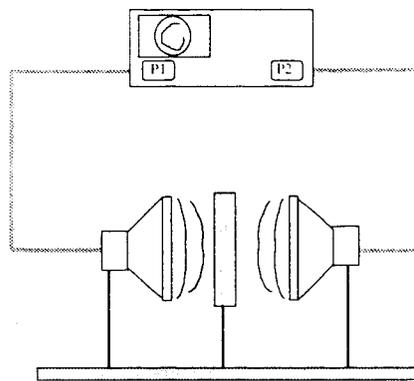
L'inconvénient des guides d'ondes est lié au fait que leurs dimensions sont conditionnées par la fréquence du signal émis par le générateur. Par exemple, à 2.45 GHz, les dimensions sont de 109.22 mm et 54.61 mm (type WR430). D'un point de vue encombrement, ces dimensions ne sont pas négligeables.

3.2.5. MESURE EN ESPACE LIBRE.

La méthode en espace libre est non destructive, sans contact et autorise des mesures de ϵ_r^* et μ_r^* ¹ jusqu'à des températures élevées [Gho 1990],[Saa 1992].

Un cornet émet une onde électromagnétique qui se réfléchit pour partie sur l'échantillon, l'autre partie traversant le matériau étudié. Un deuxième cornet recueille cette dernière fraction. Un analyseur de réseaux vectoriel est connecté aux cornets par chacun de ses deux ports et fournit les informations nécessaires au calcul de ϵ_r^* et μ_r^* .

La méthode est rapide et précise, ($\sim 2\%$ sur ϵ_r' et $\sim 20 \cdot 10^{-4}$ sur $\text{tang}\delta$), sur une large bande de fréquences pour les matériaux à fortes pertes. Lorsque les échantillons sont à faibles pertes, il n'est pas possible d'obtenir la même précision, il devient indispensable d'utiliser un court-circuit à l'aide d'une plaque métallique.



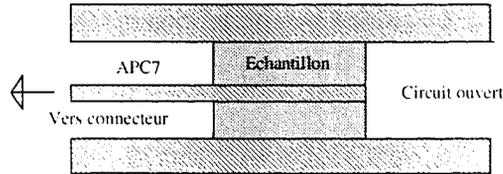
Figure[3.8]: Vue d'une mesure en propagation libre.

3.2.6. METHODES UTILISANT LES GUIDES COAXIAUX.

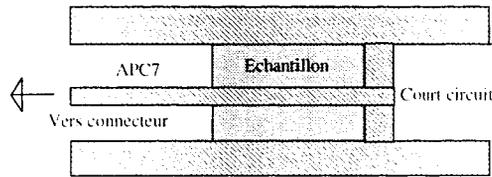
Dans cette méthode, un échantillon est placé à l'intérieur, ou à l'extrémité d'une ligne coaxiale. L'intérêt de cette technique est de présenter une large bande passante puisque théoriquement celle-ci s'étale du continu jusqu'à 18 GHz qui correspond à la fréquence de coupure [Leg 1982],[Mia 1992].

¹ μ_r^* : Perméabilité magnétique.

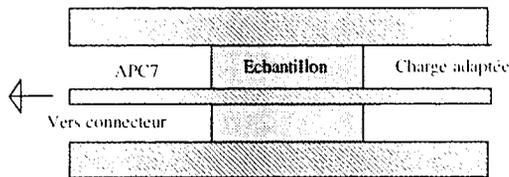
L'onde électromagnétique, dans une ligne coaxiale se propage suivant le mode T.E.M.
La méthode autorise différentes configurations, dipôle ou quadripôle pour effectuer la mesure (respectivement Figure [3.9],[3.10] et Figure [3.11]).



Figure[3.9]: Montage d'un échantillon sur une ligne coaxiale en circuit ouvert.



Figure[3.10]: Montage d'un échantillon sur une ligne coaxiale en circuit fermé.



Figure[3.11]: Montage d'un échantillon sur une ligne coaxiale avec une charge adaptée.

La cellule porte-échantillon utilisée dans le cadre de ce travail est de type dipôle tel que défini sur la Figure [3.9].

3.2.7. CONCLUSION

Le but à atteindre, dans cette phase de la recherche, est la détermination des caractéristiques diélectriques complexes de plusieurs polymères thermoplastiques commerciaux dans une gamme de température variant de 20°C à 200°C et sur une plage de fréquences s'étalant de 1 GHz à 8 GHz comprenant la fréquence de travail du radiomètre ODAM 3000.

Le Département Technologie des Polymères et Composites de l'Ecole des Mines de Douai ne dispose pas des moyens importants et nécessaires au développement et à la mise en place d'une mesure de la permittivité des polymères.

Les différentes méthodes précédemment décrites, associées aux contraintes liées à la nature des matériaux polymères, ont conduit à consulter plusieurs centres de recherche et quelques laboratoires industriels. Une solution s'est finalement dégagée avec l'adoption de la méthode de mesure par cellule coaxiale, avec un aménagement particulier pour travailler en température.

Les mesures ont été effectuées, après avoir conçu une cellule adaptée, à l'EMN, avec la coopération de l'équipe "Matériaux Nouveaux" dirigée par le Professeur CHAPOTON.

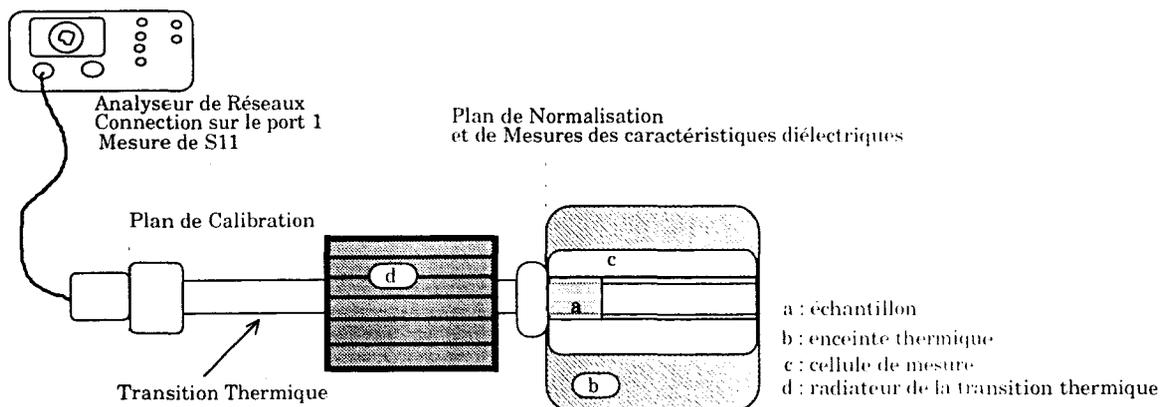
3.3. DESCRIPTION DE LA METHODE RETENUE

La mesure des caractéristiques diélectriques est basée sur la réflexion d'une onde émise par un analyseur de réseaux vectoriel à l'interface air/échantillon dans une cellule coaxiale, usinée au standard APC7 et qui assure la continuité d'une ligne coaxiale.

Le principe de la mesure et du montage sont connus, l'originalité a consisté à adapter une enceinte chauffante sur la cellule pour monter l'ensemble à des températures opératoires élevées ($\approx 200^{\circ}\text{C}$).

La réalisation du montage a suivi un cahier des charges dont les points suivants étaient imposés :

- répondre au standard international APC7,
- offrir la possibilité de monter en température jusqu'à 200°C ,
- réutiliser les logiciels de calcul déjà existants à l'IEMN [Bon 1990],
- garantir la protection thermique des appareils et des divers connecteurs.

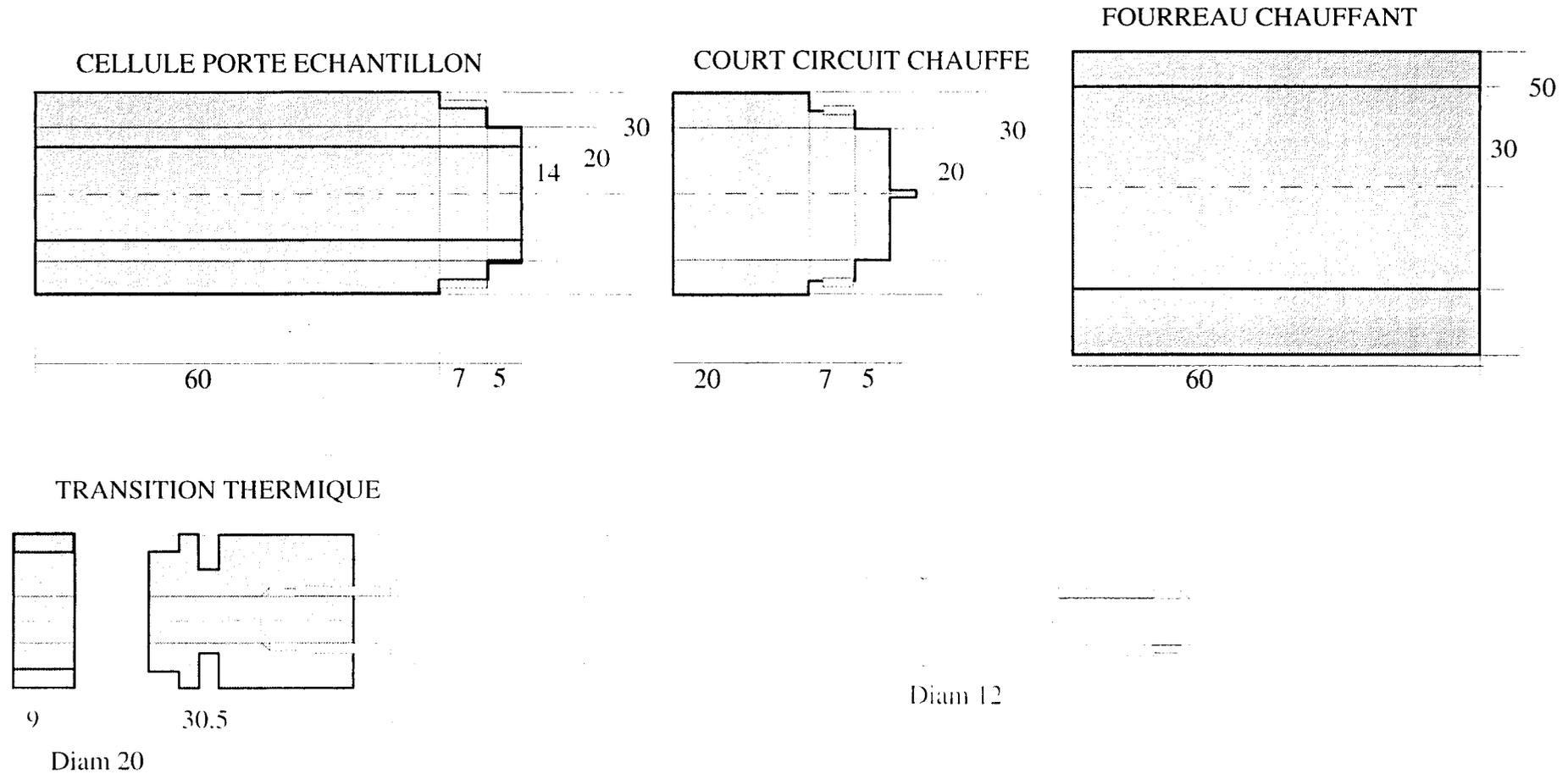


Figure[3.12]: Schéma de principe du montage expérimental.

Les opérations pour effectuer la mesure des caractéristiques diélectriques d'un échantillon se décomposent en trois étapes :

- la première phase consiste à calibrer l'analyseur de réseaux,
- la deuxième phase mémorise les normalisations de la cellule à différentes températures,
- la troisième et dernière opération est la mesure des caractéristiques lorsque la température de consigne est atteinte.

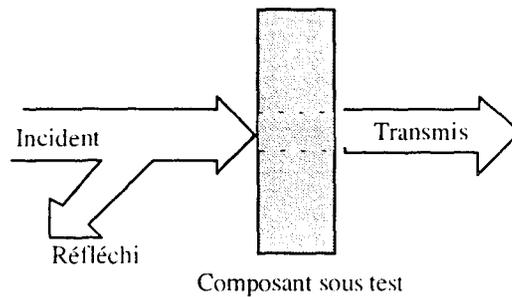
3.3.2. SCHEMA DE LA CELLULE COAXIALE



Figure[3.13] Schéma de la cellule coaxiale.

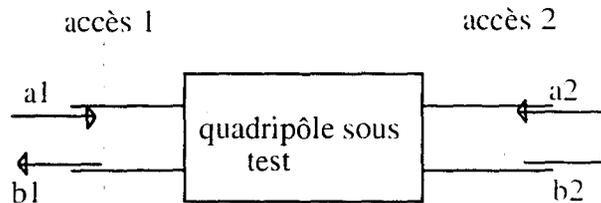
3.4. PRINCIPE DETAILLE DU CALCUL DE LA PERMITTIVITE POUR UN QUADRIPOLE AVEC UNE CELLULE COAXIALE

L'onde hyperfréquence se comporte comme la lumière, l'onde incidente est pour partie réfléchi sur le composant sous test et pour partie transmise à travers lui. Les caractéristiques en réflexion et en transmission du composant sont déterminées en mesurant les rapports d'amplitude et les différences de phase entre l'onde incidente et les deux nouvelles ondes (réfléchi, transmise) [Meh 1994].



Figure[3.14]: Représentation des interactions onde-matière.

En hyperfréquence, un composant est entièrement caractérisé par ses paramètres de répartition ou scattering S_{ij} . Dans le cas d'un quadripôle, ces paramètres sont définis de la façon suivante:



Figure[3.15]: Représentation symbolique de la matrice de répartition.

a_1 et a_2 sont les ondes de puissance incidentes respectivement sur l'accès 1 et 2 du quadripôle, b_1 et b_2 les ondes de puissances réfléchies sur les mêmes accès. Ces quatre ondes sont reliées entre elles par les deux relations suivantes:

$$\begin{aligned} b_1 &= S_{11}.a_1 + S_{12}.a_2 \\ b_2 &= S_{21}.a_1 + S_{22}.a_2 \end{aligned} \quad [3.9]$$

Où S_{11} et S_{22} sont les coefficients de réflexion respectivement en 1 et en 2. S_{12} et S_{21} sont les coefficients de transmission respectivement de 2 vers 1 et de 1 vers 2.

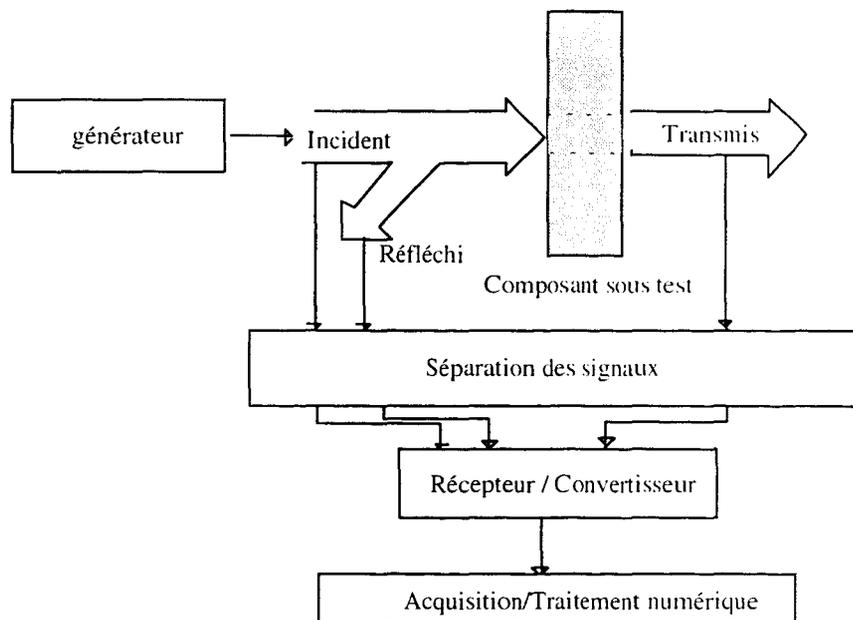
Pour caractériser le quadripôle, il s'agit donc de mesurer les ondes a_1 , a_2 , b_1 et b_2 et d'en déduire les paramètres S_{ij} dans les conditions rappelées ci-dessous :

$$S_{11}=(b_1/a_1) \text{ si } a_2=0 \quad S_{21}=(b_2/a_1) \text{ si } a_2=0 \text{ c'est à dire l'accès 2 est fermé sur une charge non réfléchive (charge adaptée).}$$
$$S_{12}=(b_1/a_2) \text{ si } a_1=0 \quad S_{22}=(b_2/a_2) \text{ si } a_1=0 \text{ c'est à dire l'accès 1 est fermé sur une charge non réfléchive (charge adaptée).}$$

3.4.1. L'ANALYSEUR DE RESEAUX VECTORIEL

L'analyseur de réseaux est un système de mesure des paramètres de répartition d'un quadripôle, il comporte quatre parties majeures :

- une source qui génère le signal incident,
- un système de séparation des signaux incident, réfléchi et transmis.
- un récepteur-convertisseur permettant de convertir les signaux hyperfréquences en signaux de fréquences plus basses qui sont alors plus simples à mesurer.
- un système d'acquisition et de traitement numérique du signal basse fréquence.



Figure[3.16]: Schéma de principe d'un analyseur de réseaux vectoriel.

L'échantillon dont on cherche à mesurer les caractéristiques diélectriques ϵ_r^{**} est représenté en place dans la ligne coaxiale comme indiqué sur la figure [3.9].

3.4.2. CALIBRAGE

Tout système de mesure hyperfréquence, ici l'analyseur de réseaux, présente un certain nombre d'imperfections systématiques qu'il est possible de prendre en compte pour augmenter les performances de la mesure. Un calibrage permet de caractériser les imperfections systématiques à chaque point de fréquence.

Cette opération consiste à mesurer les paramètres $S_{ij\text{mesure}}$, sur des composants (ce sont des étalons ou standards de calibrage comme le court-circuit, le circuit ouvert, la charge adaptée, des tronçons de ligne,...) dont les paramètres $S_{ij\text{composants}}$ sont connus et d'en déduire les erreurs systématiques E_i .

Après calibrage, lors de la caractérisation d'un composant inconnu, c'est la démarche inverse qui est effectuée : après avoir mesuré les paramètres $S_{ij\text{mesure}}$ et en connaissant les erreurs E_i , un calcul permet de remonter aux paramètres $S_{ij\text{composants}}$. Avec un analyseur de réseaux ces opérations sont effectuées automatiquement et en temps réel.

Il faut noter que la notion de calibrage est liée à celle de plan(s) de référence ou plan(s) de mesure. En effet avant calibrage, les mesures sont effectuées au niveau des instruments internes de l'analyseur de réseaux tandis qu'après un calibrage au niveau de plans bien définis, les mesures traduisent uniquement le comportement du composant qui est connecté au niveau de ces plans.

Le calibrage de l'analyseur de réseaux s'effectue dans le plan situé à l'extrémité des câbles de connections et donc dans un plan différent du plan d'entrée de la cellule. Il est nécessaire de tenir compte de la longueur de la cellule de mesure, ce qui est réalisé lors d'une normalisation. Comme le bloc "cellule de mesure" est destiné à monter en température, les normalisations sont effectuées à plusieurs valeurs de la température de régulation et sont stockées dans des fichiers rappelés lors du calcul des caractéristiques diélectriques.

Les essais ont montré qu'entre 23°C et 200°C, cinq normalisations à 23°C, 80°C, 120°C, 160°C, 200°C permettaient d'apporter les corrections nécessaires.

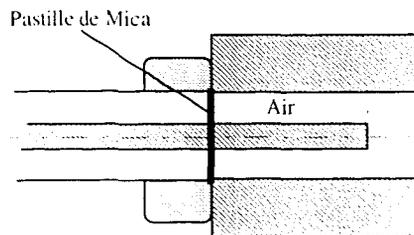
Il existe plusieurs méthodes de calibrage qui sont choisies en fonction du dispositif de mesure. La technique utilisée dans ce travail est intitulée Calibrage "Open-Short-Load-Thru (OSLT) et requiert deux charges ayant chacune un coefficient de réflexion très élevé (un circuit ouvert et un court-circuit) associées à une charge fixe ou coulissante.

Cet ensemble d'étape est stocké dans un fichier appelé CALSET de l'analyseur de réseaux.

3.4.3. MESURE SUR DES ECHANTILLONS DE REFERENCE A FAIBLES PERTES.

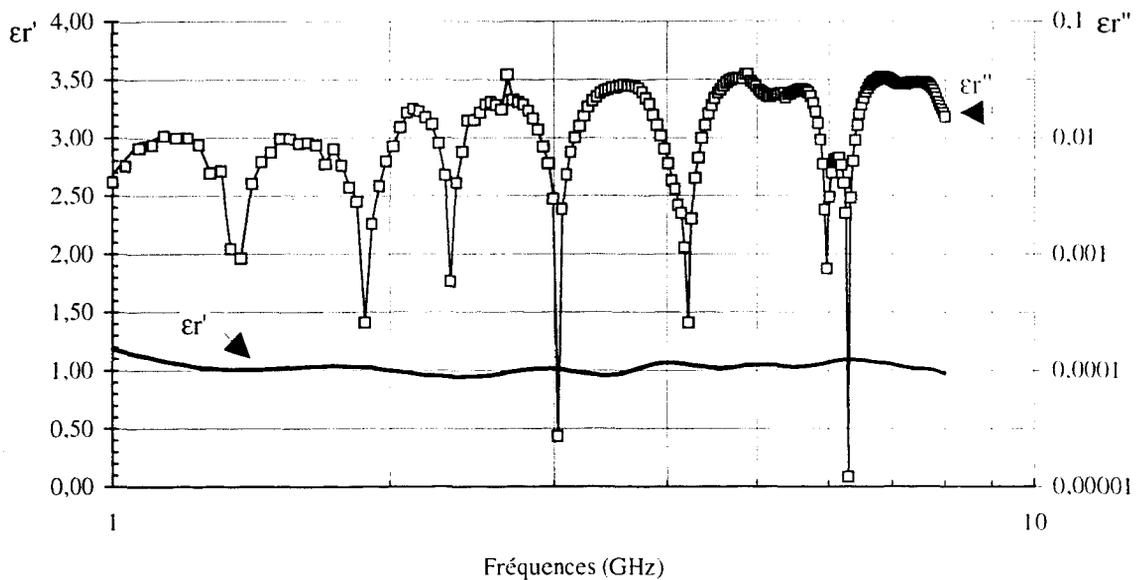
3.4.3.1. Mesure des caractéristiques de la cellule avec de l'air.

Le principe de la mesure consiste à insérer un porte-échantillon vide dont le plan d'entrée comporte un disque de Mica. La présence du disque de Mica n'est justifiée que par la nécessité de maintenir le conducteur central de la cellule. Auparavant, une normalisation aura été effectuée avec la pastille de Mica et le court-circuit de la cellule.



Figure[3.17]: Montage de la pastille de mica lors de la mesure des constantes de l'air.

Les résultats issus de la mesure de l'échantillon d'air sont présentés sur la figure [3.18].

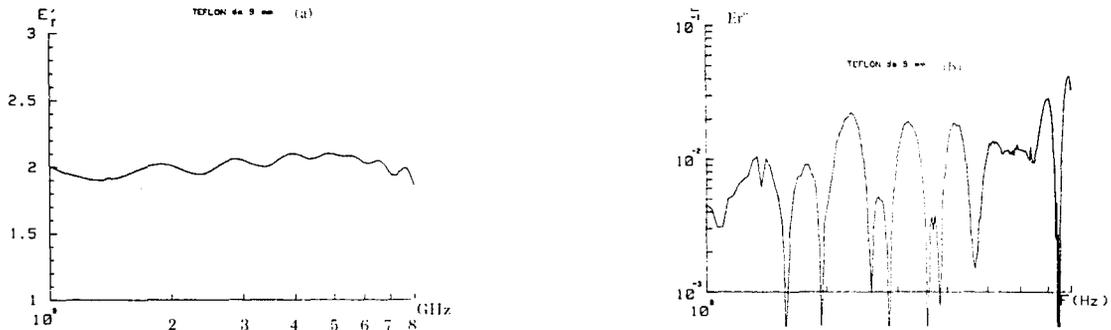


Figure[3.18]: Caractéristiques diélectriques de la cellule à vide (remplie d'air).

La partie réelle ϵ_r' est effectivement très proche de 1. Les valeurs de ϵ_r'' ou de la tangente de l'angle de pertes sont moins précises. J.J. Bonte [Bon 1990], signale que cette méthode ne permet pas de donner des valeurs très précises pour des $\epsilon_r'' < 0,05$.

3.4.3.2. Mesure des caractéristiques du Polytétrafluoroéthylène.

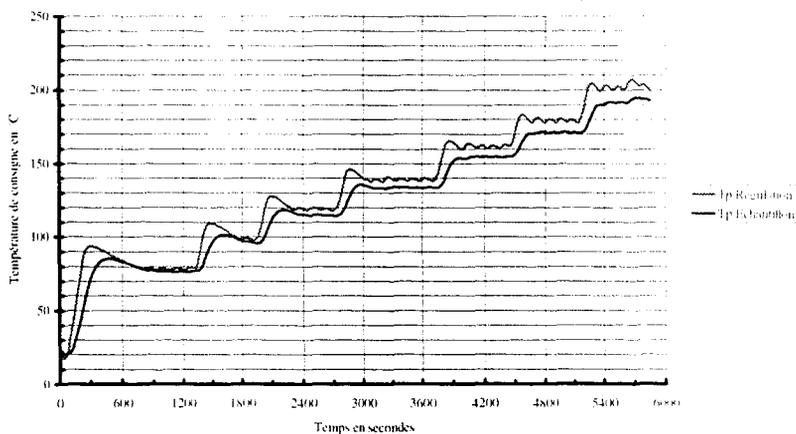
Un échantillon de Polytétrafluoroéthylène a été placé dans la cellule de mesure, les valeurs mesurées pour ϵ_r^* entre 1 et 8 GHz sont corroborées avec ce que l'on peut relever dans la littérature.



Figure[3.19-a]: Partie réelle ϵ_r' du Polytétrafluoroéthylène. [3.19-b]:Partie imaginaire ϵ_r'' du polytétrafluoroéthylène.

3.4.3.3. Thermique de la cellule

La cellule de mesure est insérée à l'intérieur d'un cylindre creux, en laiton, dans lequel des crayons chauffants ont été disposés pour réguler la cellule en température. Le pilotage de la température s'effectue grâce à un thermocouple disposé dans le four et connecté à un système de régulation. Chacune des mesures des caractéristiques diélectriques sont prises après dix minutes d'établissement de la température de consigne Figure[3.20].



Figure[3.20]: Allure de la régulation de l'enceinte thermique de la cellule coaxiale.

La température sur les têtes de câbles de l'analyseur de réseaux, reliés à la cellule, n'a jamais atteint une valeur supérieure à 50°C, répondant en cela au cahier des charges de la cellule.

3.4.4. CONDITIONNEMENT DES ECHANTILLONS.

Les échantillons de matériaux se présentent sous la forme d'un cylindre creux d'une hauteur de 9mm et d'un diamètre de 7mm. Un alésage, sur toute la hauteur, centré et destiné à laisser passer le conducteur central, est usiné au diamètre de 3mm (Figure[3.21]).

Les échantillons ont été mis en forme principalement par le procédé d'extrusion ou par compression à l'exception du Polyméthacrylate de méthyle usiné dans une plaque. Les matériaux de base se présentent classiquement sous la forme de granulés qui sont extrudés à l'aide d'une filière pour former un jonc de 20mm de diamètre dans lequel est usiné l'échantillon.

Les matériaux souples sont amenés à un diamètre proche de 7mm par abrasion avec une meule et insérés dans le porte-échantillon, le passage du conducteur central de la cellule coaxiale est percé au tour mécanique.

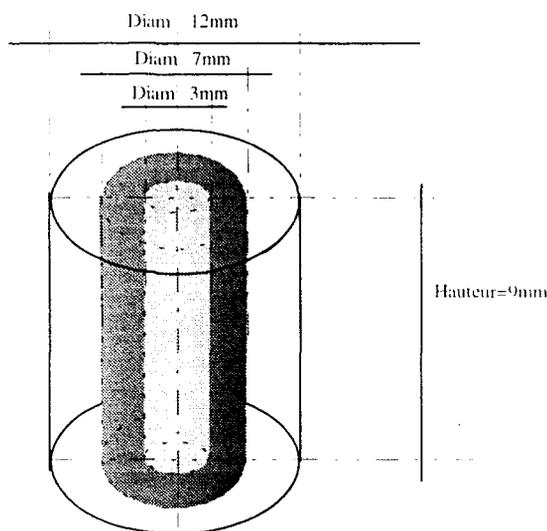


Figure [3.21]: Représentation d'un matériau inséré dans son porte-échantillon.

Les échantillons sont des matériaux souples à l'ambiante ou le deviennent très rapidement avec une augmentation de la température. Les qualités des interfaces échantillon/porte échantillon ou échantillon/conducteur central sont de fait bonnes.

3.5. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Le développement d'un système de reconstruction de gradient thermique doit s'appuyer sur un matériau relativement polaire, donc d'émission suffisante, et qui offre une certaine souplesse lors de sa transformation.

Plusieurs matériaux ont donc été choisis afin de sélectionner celui qui présentait les meilleurs avantages.

Les recherches bibliographiques n'ont pas permis de déterminer les valeurs ou l'évolution des caractéristiques diélectriques des polymères commerciaux utilisés dans le cadre de cette recherche et dont toutes les caractéristiques physiques ou chimiques ne sont pas connues. Néanmoins, et dans la mesure du possible, les résultats obtenus pendant la campagne de mesures seront comparés, par famille de polymères, avec la littérature existante.

Chacun des échantillons sera présenté avec sa structure chimique, accompagnée des graphiques :

$[\epsilon_r', \text{tangente}\delta] = f(\text{Température à } 3,6 \text{ GHz})$, la fréquence correspondant à la fréquence centrale du radiomètre

et

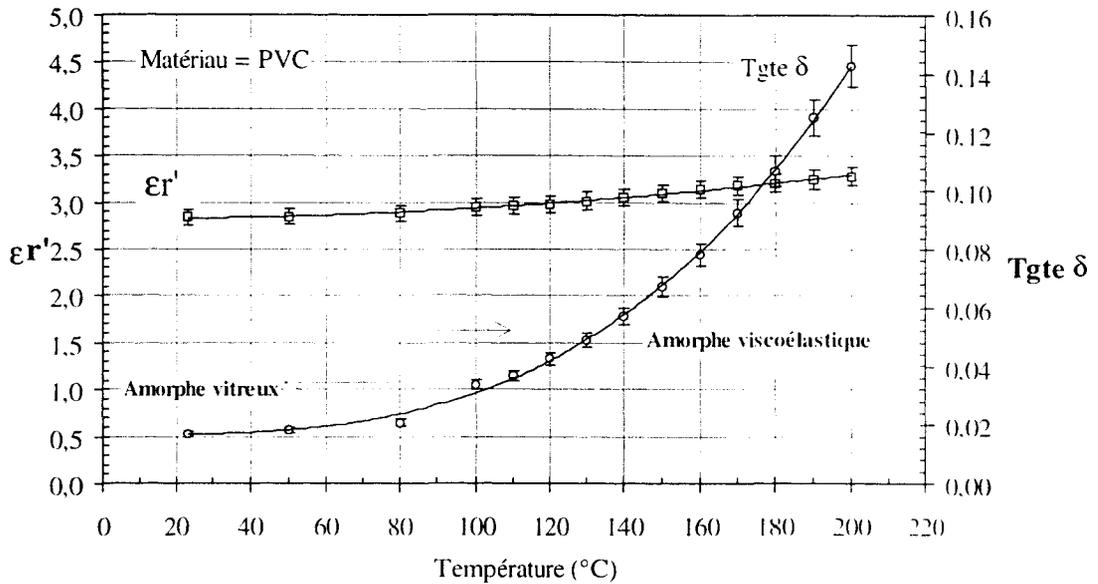
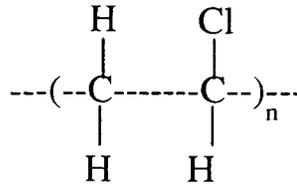
du graphique complet $[\epsilon_r', \text{tangente}\delta] = f(\text{Température, Fréquence})$

Les polymères testés, choisis parmi la famille des matériaux "Polaires", sont les suivants:

- Polychlorure de vinyle (PVC)
- Polychlorure de vinyle plastifié (PVCP)
- Polyuréthane thermoplastique (TPU)
- Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)
- Acrylonitrile butadiène styrène (ABS)

3.5.1. POLYCHLORURE DE VINYLE

Le Polychlorure de Vinyle est un polymère polaire présentant des pertes diélectriques dues aux atomes de Chlore qui déséquilibrent la macromolécule.



Figure[3.22]: Evolution de $\epsilon r'$ et de Tangente δ pour le PVC à 3.6 GHz entre 20 et 200°C.
(Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour $\epsilon r'$ et à $\pm 5\%$ pour Tangente δ).

On observe sur la figure [3.22] une faible croissance de $\epsilon r'$. La courbe Tangente δ peut se décomposer en deux parties correspondant aux deux états du polymère, respectivement l'état amorphe vitreux en dessous de la température de transition vitreuse ($T_g \approx 80^\circ\text{C}$) et l'état amorphe viscoélastique au dessus de cette température.

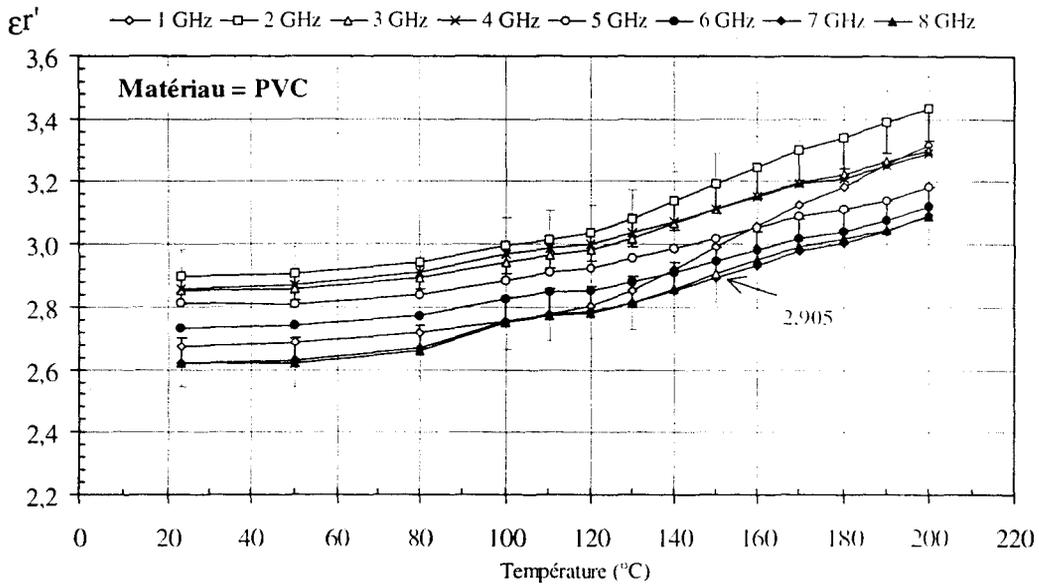
Les mesures réalisées par Calamia, Frosini et Butta [Cal 1966] montrent à 8.6 GHz et à une température de 150°C des valeurs qui peuvent être rapprochées de celles des la figures [3.23 et 3.24] et repérées par une flèche.

	[Cal 1966] PVC à $T=150^\circ\text{C}$ et $f=8.6$ GHz	Ce travail PVC à $T=150^\circ\text{C}$ et $f=8$ GHz	erreur relative
$\epsilon r'$	3.30	2.905	$\frac{3.30 - 2.905}{3.30} = 0.119 \Rightarrow 12\%$
$\epsilon r''$	0.1305	0.148	$\frac{0.1305 - 0.148}{0.1305} = -0.135 \Rightarrow 13.5\%$
Tangente δ	0.045	0.0449	

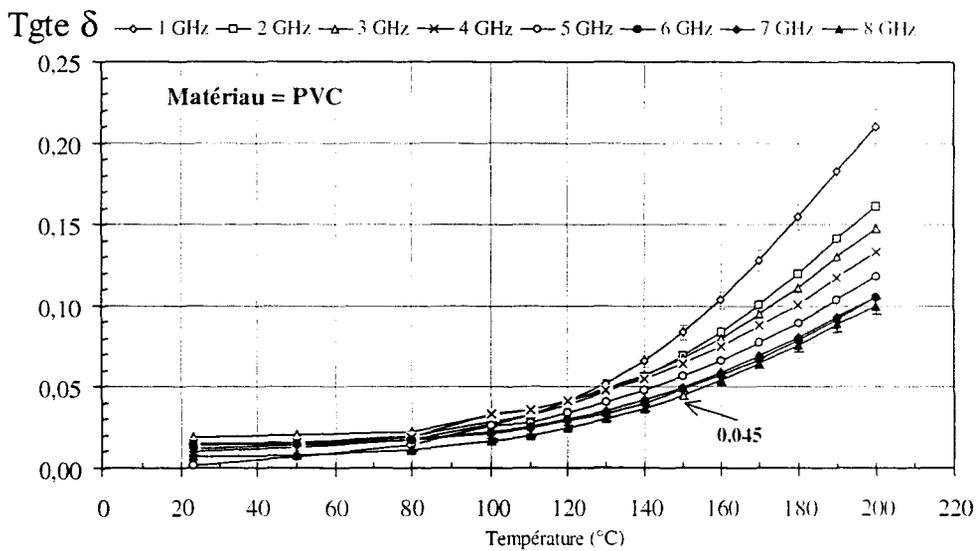
Tableau[3.1] Comparaison des résultats entre ce travail et [Cal 1966].

Les erreurs relatives de 12% sur la valeur de ϵ_r' et de 13,5% sur ϵ_r'' intègrent trois faits distincts :

- les méthodes de mesure ne sont pas identiques (guide d'ondes et coaxiale),
- si les polymères testés sont du même type, ils ne sont pas forcément semblables,
- enfin, les fréquences de travail sont légèrement différentes, 8.6 GHz dans un cas et 8 GHz dans l'autre cas.



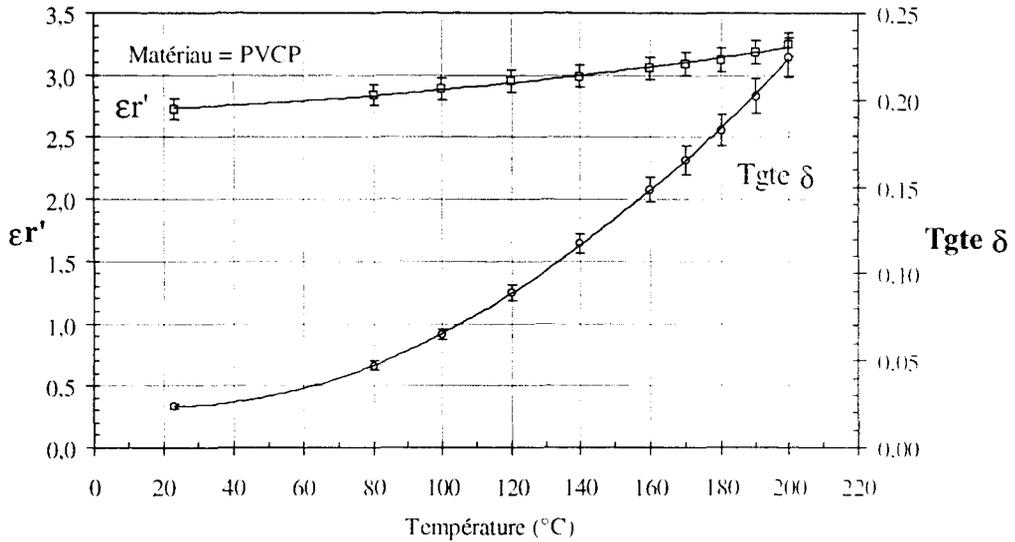
Figure[3.23]: Evolution de ϵ_r' pour le PVC à plusieurs fréquences entre 20 et 200°C.
(Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r').



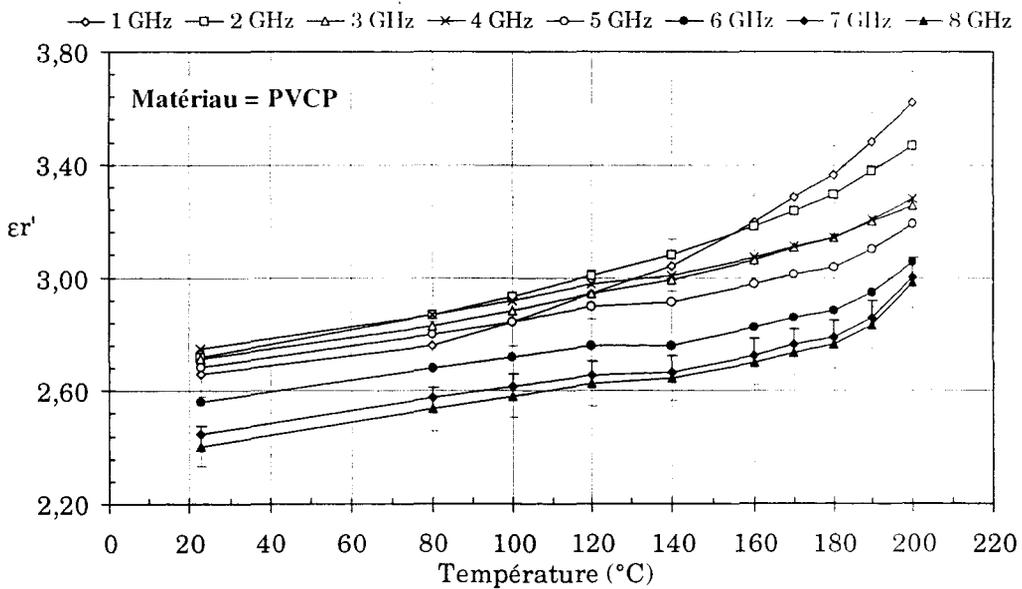
Figure[3.24]: Evolution de Tangente δ pour le PVC à plusieurs fréquences entre 20 et 200°C.
(Barre d'erreur à $\pm 5\%$ pour $Tgte \delta$).

3.5.2. POLYCHLORURE DE VINYLE PLASTIFIÉ

La présence du plastifiant assure une plus grande mobilité aux chaînes macromoléculaires et génère ainsi, des pertes diélectriques plus importantes que pour un Polychlorure de vinyle non plastifié. L'échantillon, réalisé sur la base de granulats solides contenant déjà le plastifiant a été mis en forme par extrusion. Le plastifiant est un Phtalate de dioctyle au taux de 30% en masse (pour 100 g de PVC il y a 43 g de Plastifiant).



Figure[3.25]: Evolution de ϵ_r' et Tg δ du PVCP à Différentes Températures à 3,6 GHz.
(Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r' et à $\pm 5\%$ pour Tg δ).



Figure[3.26-a]: Evolution de ϵ_r' pour le PVC P à plusieurs fréquences entre 20 et 200°C.
(Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r').

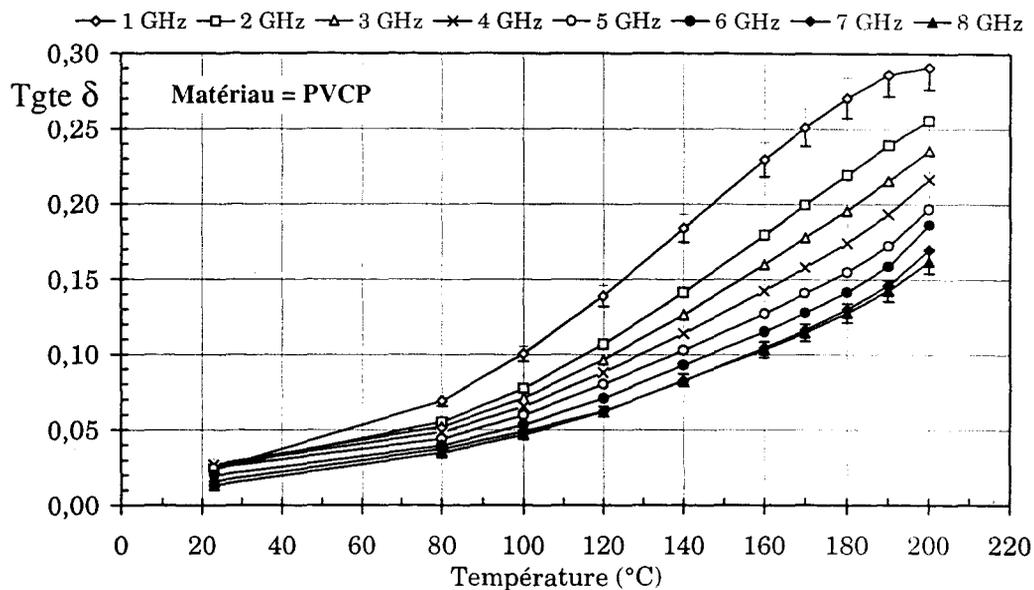


Figure [3.26-b]: Evolution de Tangente δ pour le PVC P à plusieurs fréquences entre 20 et 200°C. (Barre d'erreur à $\pm 5\%$ pour Tgte δ).

3.5.3. POLYURETHANNE THERMOPLASTIQUE

Le Polyuréthane Thermoplastique est un polymère qui possède une très grande élasticité et ne contient pas de plastifiant. Ce polymère résulte d'une association diisocyanate-dialcool qui donne des chaînes linéaires.

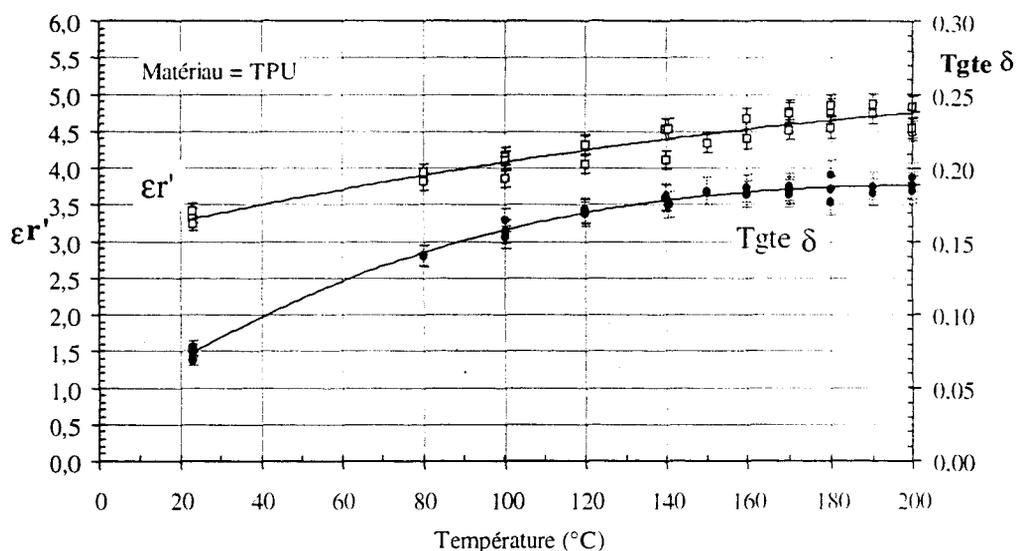
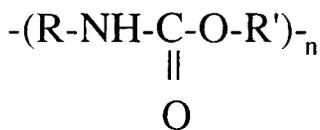


Figure [3.27]: Evolution de ϵ_r' et Tgte δ du Polyuréthane thermoplastique à différentes Températures et à 3.6 GHz (Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r' et à $\pm 5\%$ pour Tgte δ).

La figure [3.27] représente l'évolution des caractéristiques diélectriques complexes ϵ_r^* à 3,6 GHz entre 20°C et 200°C et ce pour trois échantillons différents du même matériau mesurés à des dates différentes.

Température	23	100	120	140	170	180	200
Moyenne ϵ_r'	3.33	4.04	4,23	4,39	4.68	4.73	4.62
Ecart	0.063	0.124	0,120	0.192	0.106	0.119	0.134
(Ecart/Moyenne)*100	1.89	3.07	2,85	<u>4,37</u>	2.26	2.51	2.90
Moyenne ϵ_r''	0,25	0.64	0,72	0,78	0.87	0.88	0.87
Ecart	0,01	0.03	0,02	0.03	0.01	0.02	0.02
(Ecart/Moyenne)*100	5.04	<u>5,15</u>	2,84	4,00	1.38	2.38	2.04
Moyenne Tangente δ	0,07	0.16	0,17	0,18	0.18	0.19	0.19
Ecart	0.003	0.004	0,001	0.002	0.002	0.006	0.003
(Ecart/Moyenne)*100	4.58	2.76	0,48	1.16	0.90	3.40	1.70

Tableau[3.2] Comparaison des mesures de reproductibilité sur le polyuréthane thermoplastique.

Les écarts répertoriés dans le tableau correspondent à la dispersion sur les mesures effectuées à une même température.

$$\text{Ecart} = \frac{1}{n} \cdot \sum (x - \bar{x})$$

La bonne répétabilité de la mesure est ainsi mise en évidence puisque les écarts ne dépassent pas 4,4% pour ϵ_r' et 5,15% dans le cas le plus défavorable (à 23°C) pour ϵ_r'' .

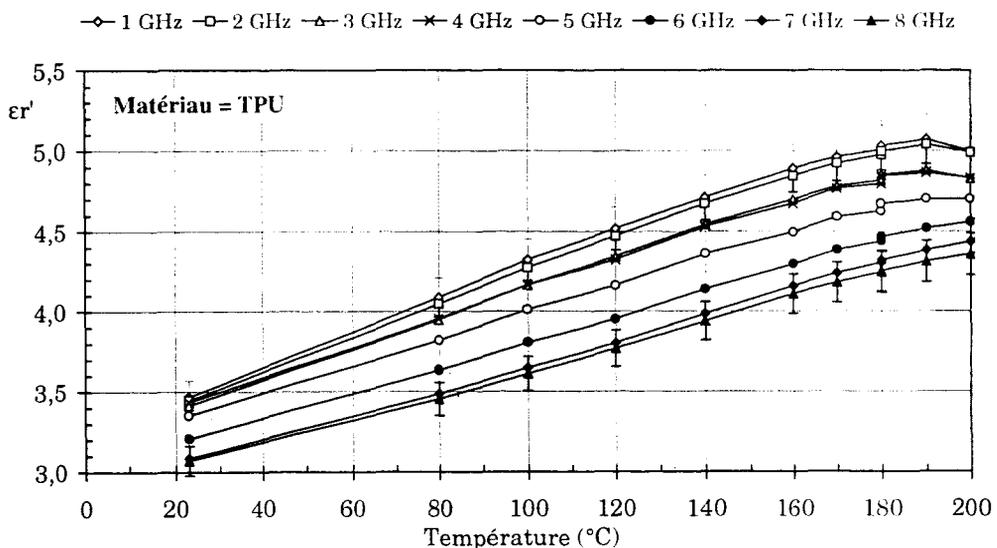


Figure [3.28-a]: Evolution de ϵ_r' du Polyuréthane thermoplastique à plusieurs fréquences entre 20°C et 200°C. (Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r').

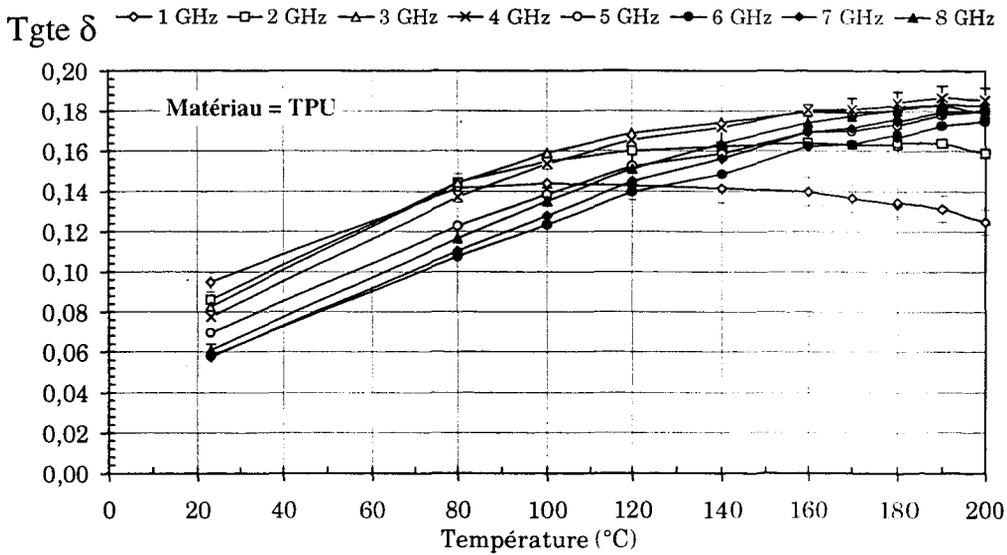


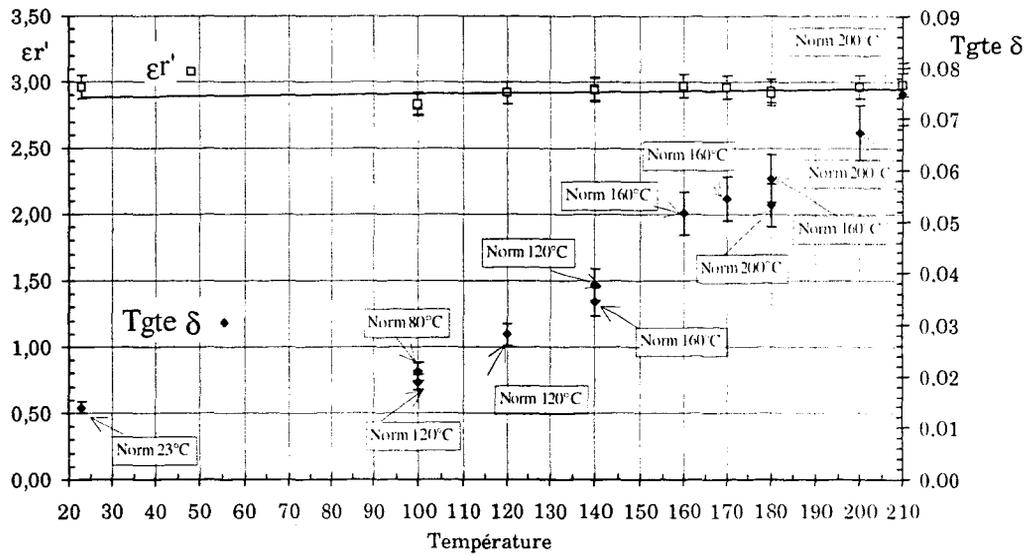
Figure [3.28-b]: Evolution de $Tgte \delta$ du Polyuréthane thermoplastique à plusieurs fréquences entre 20°C et 200°C. (Barre d'erreur à $\pm 5\%$ pour $Tgte \delta$).

3.5.4. ACRYLONITRILE BUTADIENE STYRENE

Ce matériau est un terpolymère de l'acrylonitrile, du butadiène et du styrène. Il offre une combinaison de propriétés moyennes dont certaines peuvent être améliorées en modifiant un certain nombre de paramètres tels que la teneur en monomère constitutif ou les proportions d'élastomères et du copolymère styrène /acrylonitrile. La constante diélectrique ϵ_r' du matériau testé est de 3 entre 50 Hz et 1 MHz, le facteur tangente δ atteint les valeurs respectives de $14 \cdot 10^{-3}$ et de $13 \cdot 10^{-3}$.

Une série de mesures est effectuée sur un matériau vierge figure[3.29] avec différentes normalisations (§3.4.2). Les normalisations sont destinées à prendre en compte la thermique de la cellule, les résultats semblent montrer qu'ils restent compris dans une fourchette de $\pm 8\%$ pour tangente δ pour des normalisations prises à $\pm 20^\circ\text{C}$.

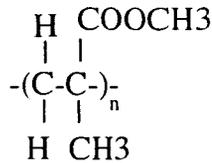
En prenant par exemple, le cas des deux mesures effectuées à la température de 140°C avec des normalisations de la cellule à 120°C et 160°C, les résultats dans les deux cas sont respectivement pour Tangente δ , 0,037 et 0,035.



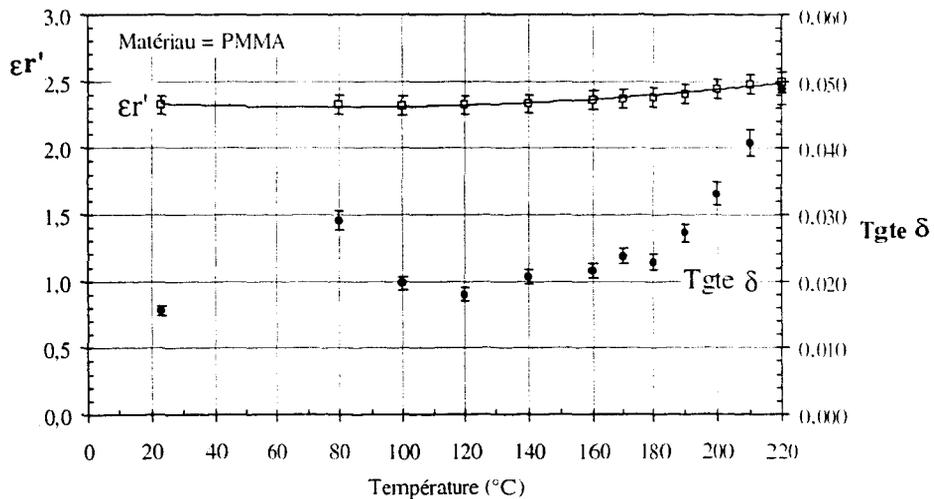
Figure[3.29]: Evolution de ϵ_r' et $T_{gte} \delta$ de l'Acrylonitrile butadiène styrène à différentes Températures à 3,6 GHz; (Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r' et à $\pm 8\%$ pour $T_{gte} \delta$).

3.5.5. POLYMETHACRYLATE DE METHYLE

Le Polyméthacrylate de méthyle est un polymère qui a pour principal intérêt une qualité optique proche du verre ainsi qu'une aptitude à pouvoir être polymérisé par coulée du monomère.



La température de transition vitreuse se situe autour de 110°C. Sa constante diélectrique ϵ_r' entre 50 Hz et 10⁵ Hz chute de 3,7 à 2,8 et sa tangente δ passe alors de 0,06 à 0,03.



Figure[3.30]: Evolution de ϵ_r' et $T_{gte} \delta$ du Polyméthacrylate de méthyle à différentes températures et à 3,6 GHz; (Barre d'erreur à $\pm 3\%$ pour ϵ_r' et à $\pm 5\%$ pour $T_{gte} \delta$).

3.6. CONCLUSION

Une méthode permettant de mesurer l'évolution des caractéristiques diélectriques de plusieurs polymères en fréquence (de 1 à 8 GHz) et en température (de 20 à 200°C) a été mise au point. Néanmoins les limites de la technique utilisée sont atteintes lorsque les mesures sont effectuées sur des matériaux à très faibles pertes. Elle est essentiellement adaptée aux polymères tels que le Polychlorure de Vinyle ou le Polyuréthane thermoplastique, en revanche des matériaux tels que le polyméthacrylate de méthyle se situent à la limite des possibilités de cette méthode. L'étude des matériaux de plus faibles pertes devra être réalisée avec des cavités résonantes.

L'ensemble des résultats expérimentaux est stocké dans une base de données. Les informations seront ensuite automatiquement consultées et intégrées par le logiciel de calcul de la puissance rayonnée.

CHAPITRE 4

Détermination du profil de température au sein
d'un polymère en écoulement dans une filière
d'extrudeuse.

La reconstruction du profil thermique qui se développe lors de l'écoulement d'un polymère nécessite non seulement la caractérisation diélectrique du matériau, mais également la caractérisation des équipements ainsi que la réalisation d'un modèle numérique. Aussi, ce chapitre est consacré à la *caractérisation du radiomètre ODAM TMO 3000* dont nous disposons, à la *définition d'une antenne* adaptée aux polymères et à *l'écriture d'un programme informatique* de reconstruction de profil thermique.

4.1. CARACTERISATION DU RADIOMETRE ODAM TMO 3000.

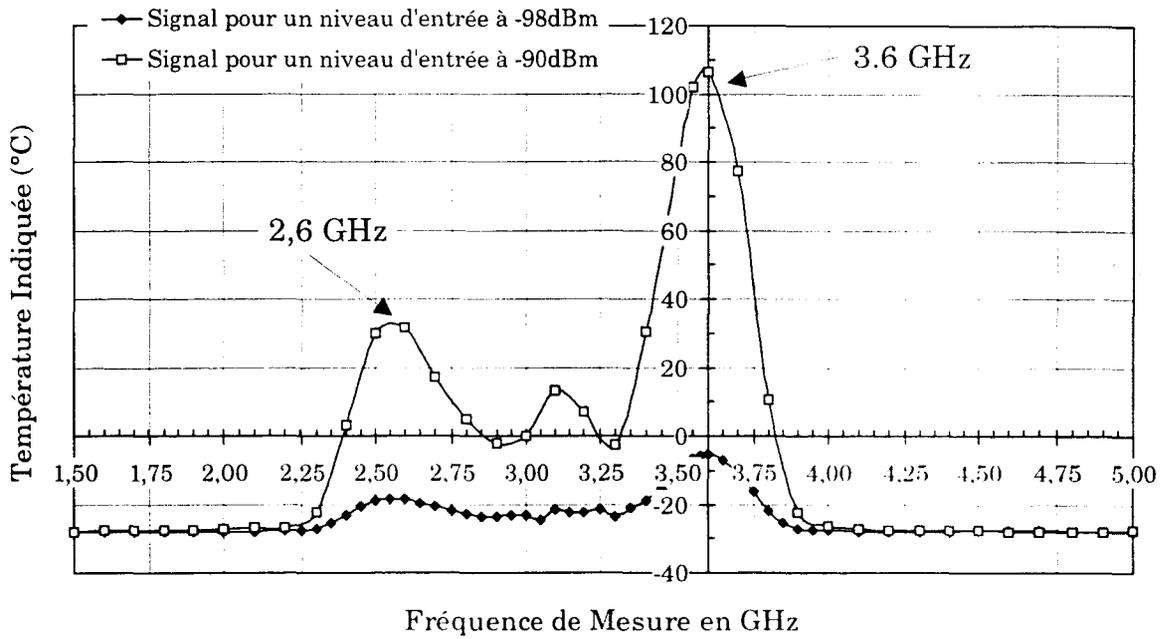
Afin d'utiliser au mieux le radiomètre ODAM TMO 3000 réalisé par la société BRUKER et disponible au laboratoire, il est important de connaître avec précision la fréquence centrale de fonctionnement et la largeur de la bande passante, ces caractéristiques n'étant pas fournies par le constructeur.

La fréquence centrale et la largeur de la bande passante ont été relevées à partir d'un signal injecté à l'entrée du radiomètre. Le signal, émis par un générateur très sensible, est d'une fréquence comprise entre 1.5 GHz et 5 GHz avec un premier niveau de puissance à -98 dBm et un second à -90 dBm.

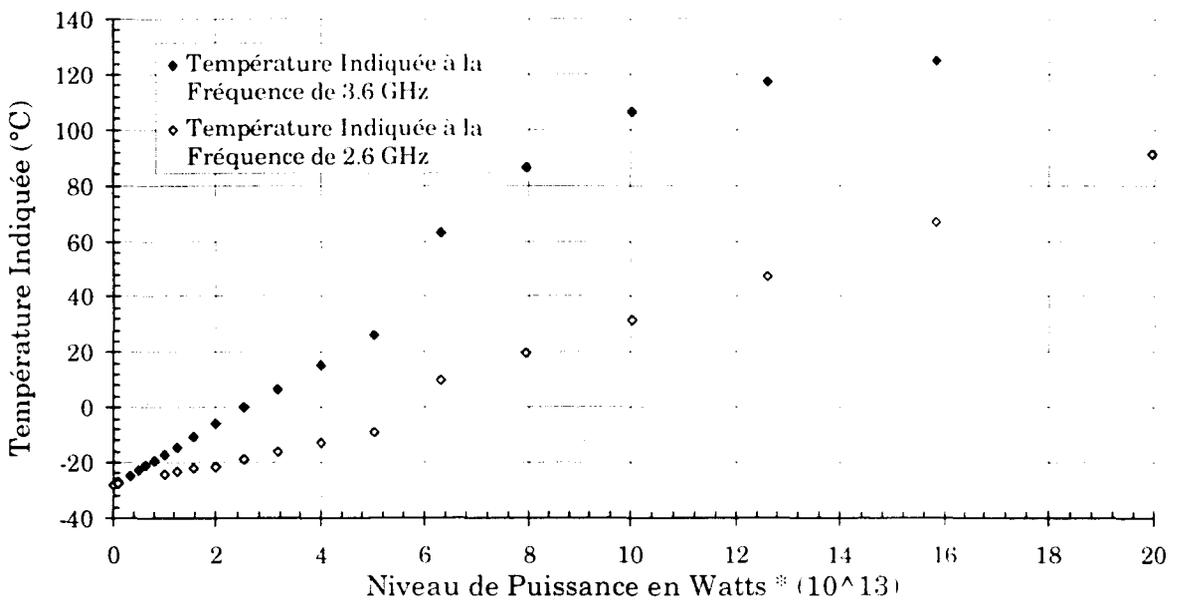
L'examen de la figure [4.1], qui représente l'évolution du signal radiométrique en fonction de la fréquence pour deux niveaux de puissance injectés, montre deux pics à 2,6 GHz et à 3,6 GHz avec une nette prédominance pour ce dernier.

La fréquence du radiomètre pour laquelle la détection est maximale se situe autour de 3,6GHz, c'est donc autour de cette fréquence qu'il apparaît nécessaire de développer une nouvelle antenne.

La largeur de la bande passante est d'environ 400 MHz et comprise entre 3,35 GHz et 3,75 GHz. Le radiomètre maintient un comportement linéaire de 0 Watt jusqu'à $5 \cdot 10^{-13}$ Watt comme indiqué sur la figure [4.2].



Figure[4.1]: Détermination de la fréquence centrale et de la bande passante du radiomètre.



Figure[4.2]: Température indiquée par le radiomètre en fonction de la puissance d'entrée, exprimée en Watts, aux fréquences de 2,6 GHz et 3,6 GHz..

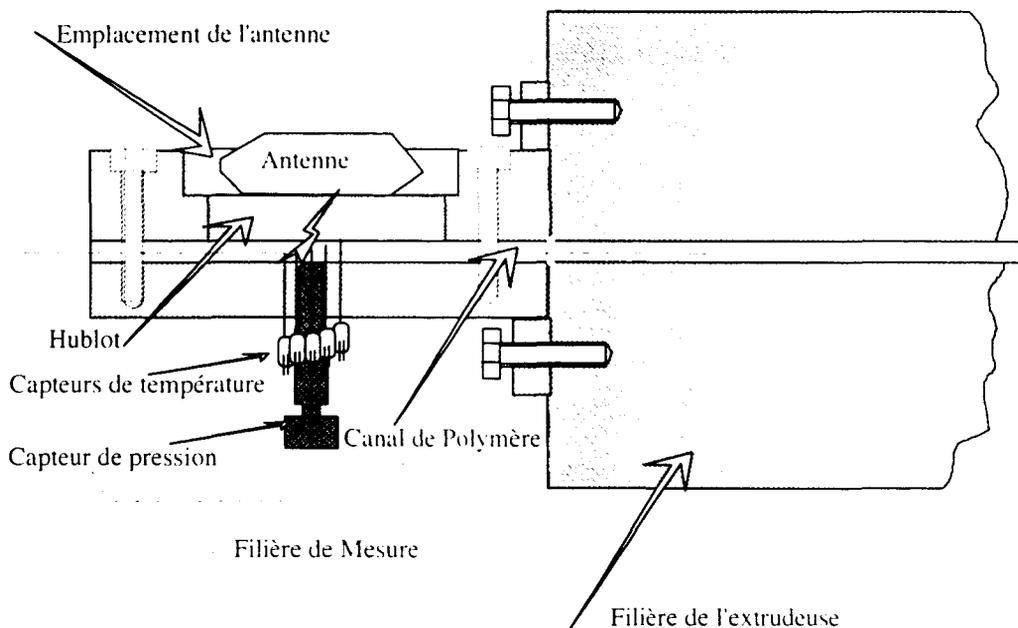
Ces données vont permettre de définir les caractéristiques d'une antenne adaptée aux polymères.

4.2. DEFINITION ET REALISATION D'UN ENSEMBLE FILIERE DE MESURE.

La reconstruction d'un profil thermique est basée sur la réception d'un signal radiométrique émis spontanément par le polymère, déposé dans un canal, ou qui s'écoule dans ce même canal.

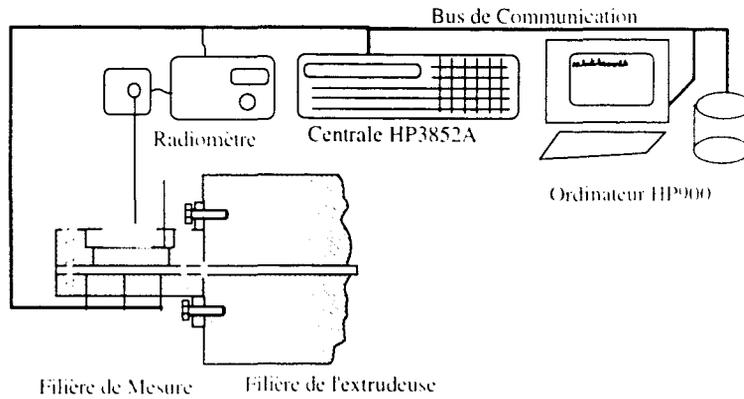
Ce canal est constitué de deux pièces métalliques conçues et usinées pour s'adapter à la filière plate d'une extrudeuse comme il est indiqué sur la figure [4.3]. Il a pour dimensions une largeur de 60 mm, une longueur de 150 mm, une épaisseur variable entre 3 et 5 mm et il est surmonté d'un alésage destiné à recevoir un hublot de transmission du signal radiométrique.

L'outil est thermiquement régulé par un jeu de crayons chauffants associés à un micro-contrôleur. Les profils de température dans l'épaisseur du canal sont mesurés à partir de cinq thermocouples positionnés dans l'épaisseur du canal, la pression hydrostatique est relevée par un capteur.



Figure[4.3]: Schéma de principe du système de mesure montée sur une filière d'extrudeuse.

Tous les points de contrôle de la filière de mesure font l'objet d'un enregistrement sur un ordinateur HP 900 via une centrale d'acquisition HP 3852A (Figure [4.4]). Les informations sont stockées en prévision d'un traitement ultérieur ou pour un calcul de reconstruction en mode temps réel.



Figure[4.4]: Schéma de principe du système d'acquisition des mesures.

4.3. CONCEPTION ET REALISATION D'UNE ANTENNE ADAPTEE AUX POLYMERES

S'agissant d'un élément essentiel du système de reconstruction, une antenne de nouvelle génération, destinée à remplacer avec efficacité celle livrée avec le radiomètre, a été étudiée et réalisée avec l'équipe du Professeur Chivé du département "Circuits et Appicateurs" de l'IEMN à Lille.

Les systèmes transmettant ou recevant une énergie sous la forme de rayonnement nécessitent l'utilisation d'une antenne placée en regard du milieu étudié. Le développement des antennes plaquées a permis de remplacer les applicateurs constitués de tronçons de guides d'ondes chargés de diélectrique.

De nombreux types d'appicateurs en structures plaquées ont été étudiés pour des applications telle que l'hyperthermie, les études ont montré leurs avantages (encombrement réduit, faible poids, faible coût, possibilité d'épouser des géométries diverses...), par rapport aux applicateurs conventionnels comme le guide rectangulaire [Ber 1990],[Mil 1993].

La conception et la réalisation de ces capteurs reposaient, encore récemment, sur une démarche expérimentale associée à l'extension de modèles analytiques existants pour les structures simples. Les nouveaux développements et l'évolution des outils de simulation ont permis de mieux définir les capteurs à structures plaquées.

Les critères nécessaires à l'obtention d'une mesure précise de la température d'un corps émissif par radiométrie dépendent, d'une part du radiomètre, et d'autre part du capteur associé au milieu étudié. Ainsi, le capteur doit il posséder :

- une bande passante d'environ 1 GHz,
- un coefficient de réflexion le plus faible possible pour optimiser la réception du rayonnement étudié.

4.3.1. PRINCIPE

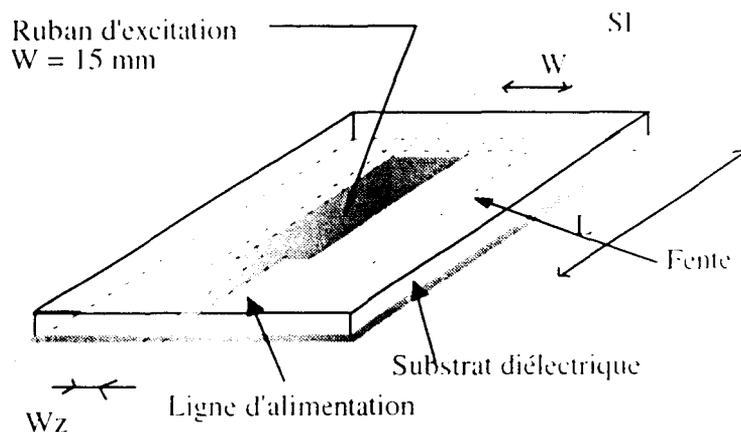
L'appicateur étudié dans ce travail est constitué d'une fente rectangulaire rayonnante ouverte dans le plan de masse d'une ligne micro-ruban élargie telle que schématisée sur la figure [4.5].

La structure d'un applicateur conduit à le considérer comme un dipôle adapté. Sa géométrie correspond à un élément d'impédance caractéristique de 50 Ohms dont la ligne d'alimentation s'élargit dans l'ouverture du plan de masse afin de maintenir une faible variation d'impédance avec le plan d'entrée de l'applicateur.

L'ouverture dans le plan de masse, placée au contact du milieu dissipatif, les signaux électromagnétiques émis par les matériaux en contact. Ces antennes plates sont montées dans des boîtiers métalliques équipés d'un système de refroidissement.

Les propriétés physiques de réception du signal électromagnétique par l'antenne, en provenance du milieu étudié, dépendent à la fois du milieu couplé à l'applicateur, de la permittivité du substrat diélectrique utilisé mais aussi des dimensions géométriques de l'applicateur, qui sont :

- la largeur W du ruban élargi et celle SI de la fente rayonnante qui jouent un rôle sur la profondeur de pénétration,
- la longueur L de la fente rayonnante qui permet d'obtenir la fréquence de résonance,
- la largeur Wz de la ligne micro-ruban d'excitation.

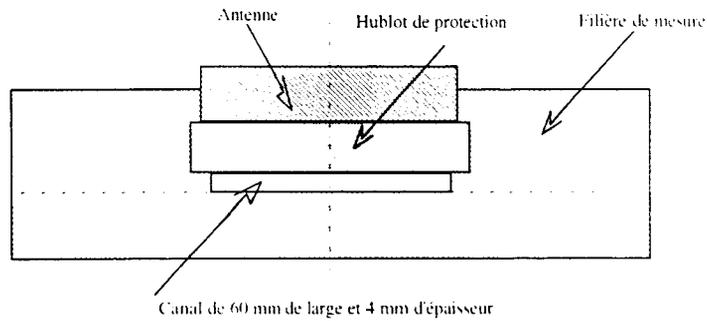


Figure[4.5]: Schéma d'une antenne-capteur de structure plaquée.

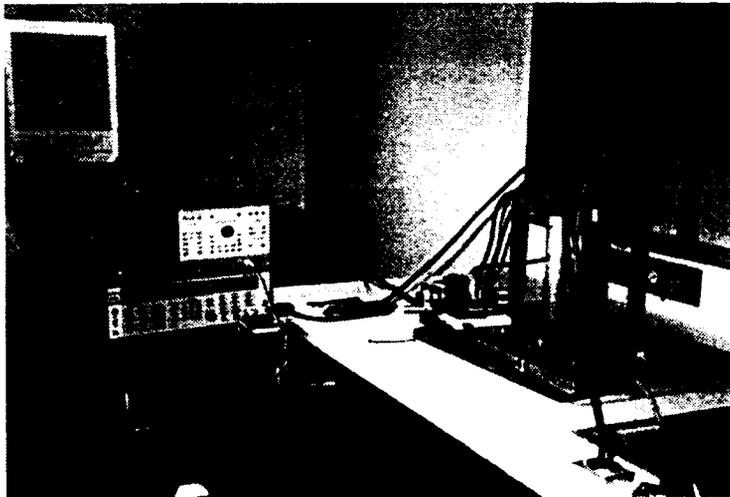
L'optimisation de ces différents paramètres doit permettre de recevoir au moins 90% du signal émis par le milieu étudié.

Les applicateurs calculés à partir de logiciels de simulation sont réalisés puis testés au niveau de leurs caractéristiques hyperfréquences à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel HP 8510 (figure [4.7] et [4.8]).

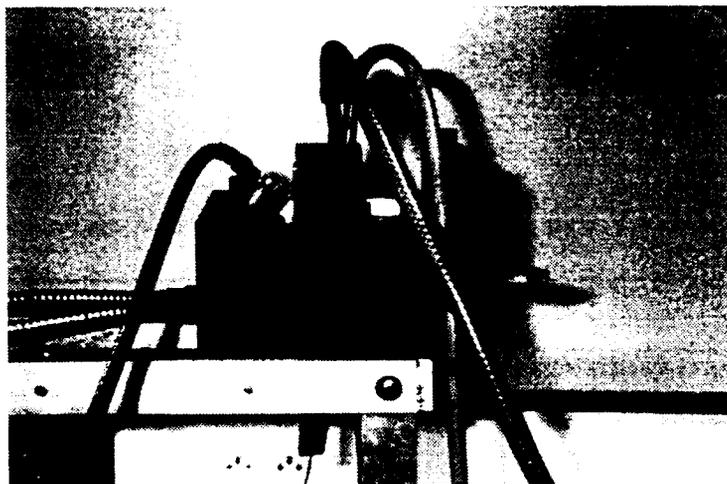
Le coefficient de réflexion en puissance $|S_{11}|$, exprimé en dB aux fréquences de mesure, est relevé et comparé au spectre en fréquence du radiomètre. Les mesures de réflexion se font avec l'applicateur posé à l'interface du milieu à étudier, le dessin de la figure [4.6] permet de rendre compte des différentes stratifications.



Figure[4.6]: Représentation d'une vue en coupe des stratifications dans l'ensemble de mesure.



Figure[4.7]: Photographie représentant le montage instrumental pour la mesure du coefficient de réflexion des antennes.



Figure[4.8]: Photographie représentant la filière de mesure vue de profil.

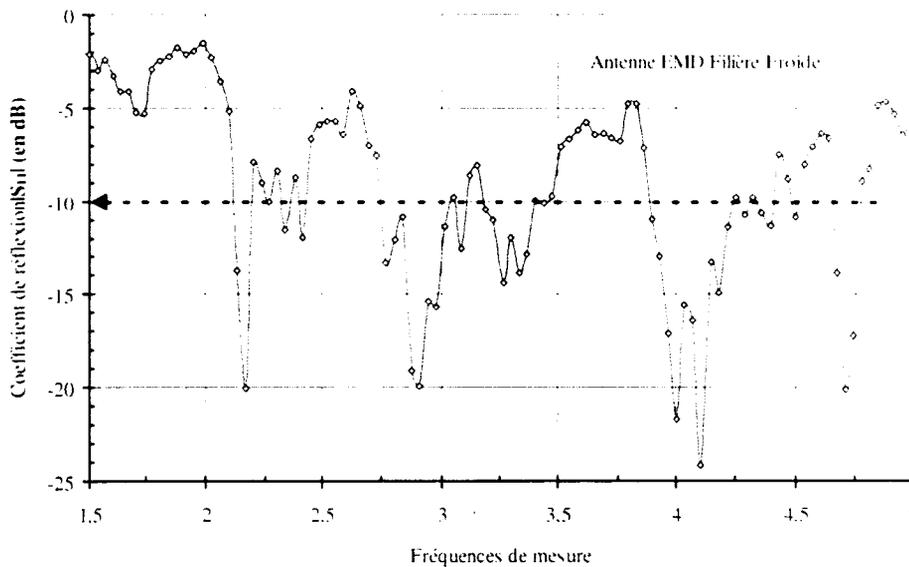
4.3.2. RESULTATS

Avant de définir une nouvelle antenne adaptée aux polymères, l'applicateur (symbolisé EMD-915MHz) disponible et livré avec le radiomètre a été caractérisé.

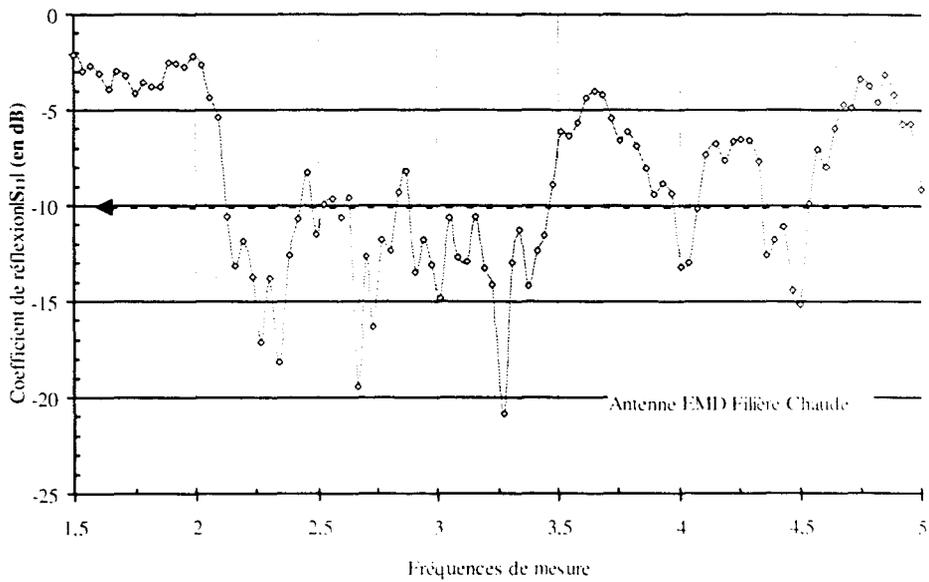
Réalisé sur un substrat Epoxy de permittivité relative $\epsilon_r=4.9$, de type micro-ruban micro-fente à ouverture circulaire d'un diamètre de 5 cm, il est à l'origine conçu pour fonctionner sur des applications d'hyperthermie à la fréquence de 915 MHz.

Des essais ont montré que cet élément captait malgré tout un rayonnement avec un radiomètre centré à 3,6 GHz. Les figures [4.9] et [4.10], qui représentent le spectre de réflexion en fréquence de l'applicateur monté sur la filière à deux températures d'essais, respectivement 20°C et 160°C, avec un échantillon de polyuréthane thermoplastique, dégagent quelques fenêtres de mesure.

On considère que le coefficient de réflexion à l'interface milieu/antenne est négligeable lorsque sa valeur est inférieure à -10 dB. Ces courbes expliquent donc que lors de l'étude de faisabilité, une information radiométrique était captée, ce qui pouvait, à priori paraître étonnant.

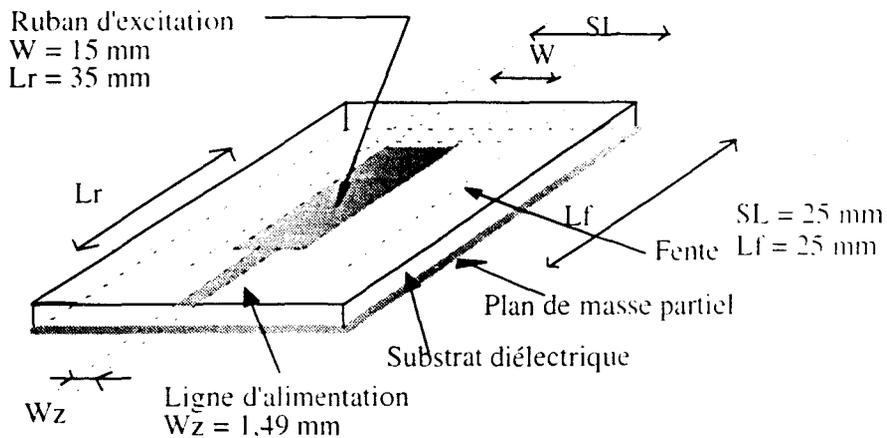


Figure[4.9]: Evolution du coefficient de réflexion de l'antenne EMD aux fréquences comprises entre 1,5 GHz et 5 GHz avec le polyuréthane D392 à la température ambiante.

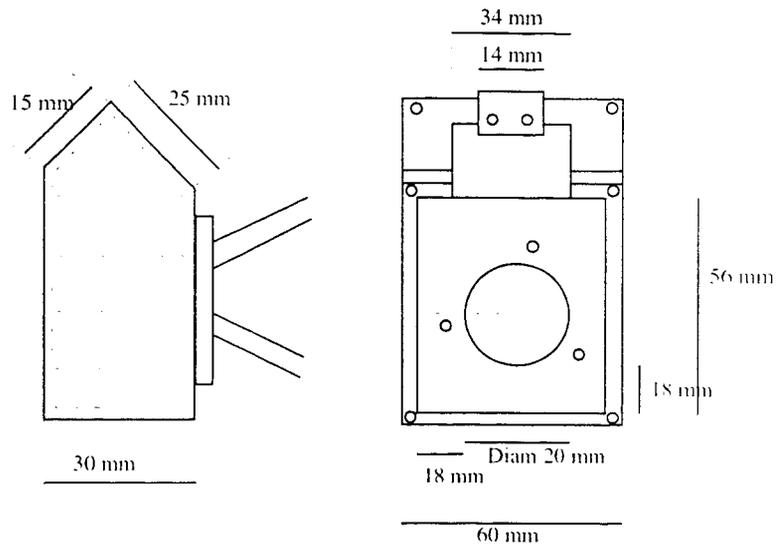


Figure[4.10]: Evolution du coefficient de réflexion de l'antenne EMD aux fréquences comprises entre 1,5 GHz et 5 GHz avec le polyuréthane D392 porté à 160 C.

La nouvelle antenne réalisée, toujours de type micro-ruban micro-fente, présente logiquement un spectre de meilleure qualité. Plusieurs essais ont du être réalisés avant de parvenir à la géométrie finale dessinée sur le schéma de la figure [4.11].

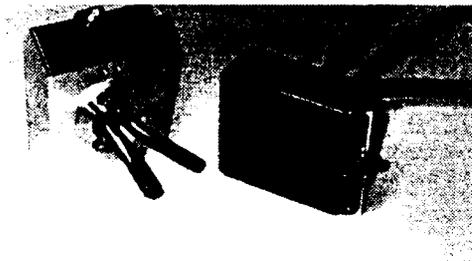


Figure[4.11]: Schéma de l'antenne-captiveur réalisée.



Figure[4.12]: Schéma du boîtier porte-antenne.

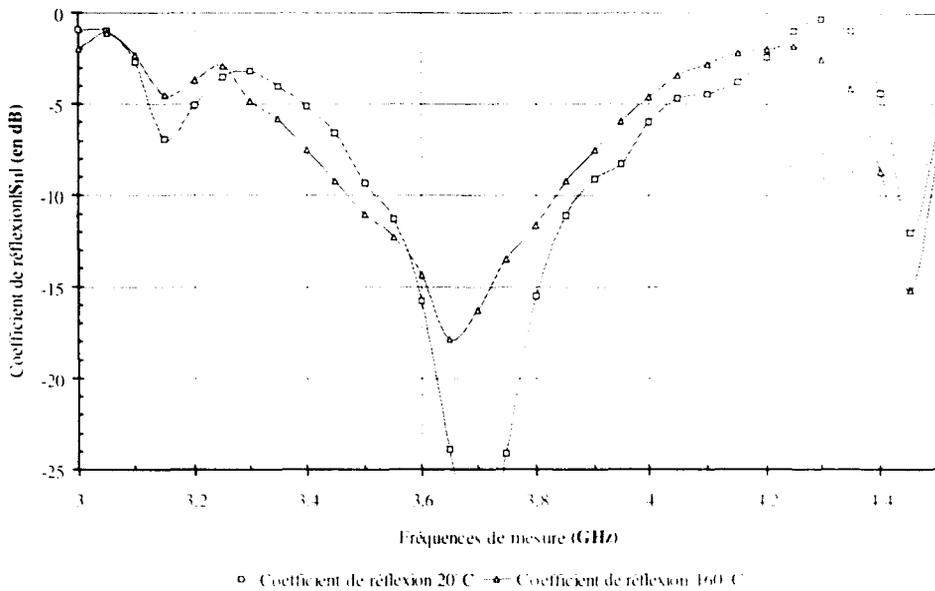
L'antenne, destinée à être montée sur un milieu chaud, nécessite l'utilisation d'un boîtier métallique équipé d'un système de refroidissement par eau, représenté par les figures[4.12] et [4.13], déjà utilisé dans le domaine des applications médicales.



Figure[4.13]: Photographie représentant l'antenne montée dans son boîtier.

L'allure du coefficient de réflexion de l'applicateur correspond exactement à la bande passante du radiomètre, les positionnements radiomètre/antenne en terme de fréquence centrale étant pratiquement identiques.

A la vue du graphique figure [4.14] et pour la bande passante du radiomètre, les phénomènes de réflexion à l'interface antenne / hublot peuvent être considérés comme négligeables.

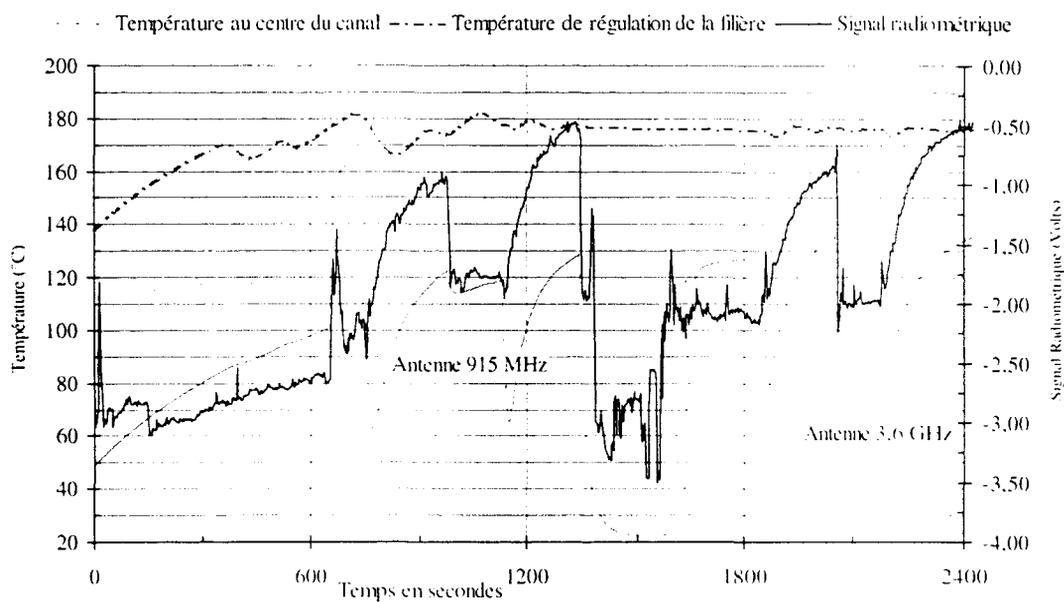


Figure[4.14]: Evolution du coefficient de réflexion de la nouvelle antenne aux fréquences comprises entre 1,5 GHz et 5 GHz avec le polyuréthane porté à 20°C puis 160°C.

Le nouvel applicateur possède une ouverture plus réduite que l'antenne d'origine et garantit une information en provenance d'une zone plus précise. Réalisé sur un substrat en matériau "RT DUROID" de permittivité $\epsilon_r=2,17$ et d'épaisseur 0,5 mm, son ouverture dans le plan de masse est un carré de 2,5 cm de côté dont la surface active est 3 fois plus faible que celle de l'antenne précédemment disponible (EMD 915 MHz $\epsilon_r=4,9$).

L'enregistrement des signaux radiométriques captés successivement par les deux applicateurs connectés au radiomètre donne un niveau de bruit équivalent dans les mêmes conditions, avec un rapport des surfaces actives des antennes égal à trois, (figure [4.15]).

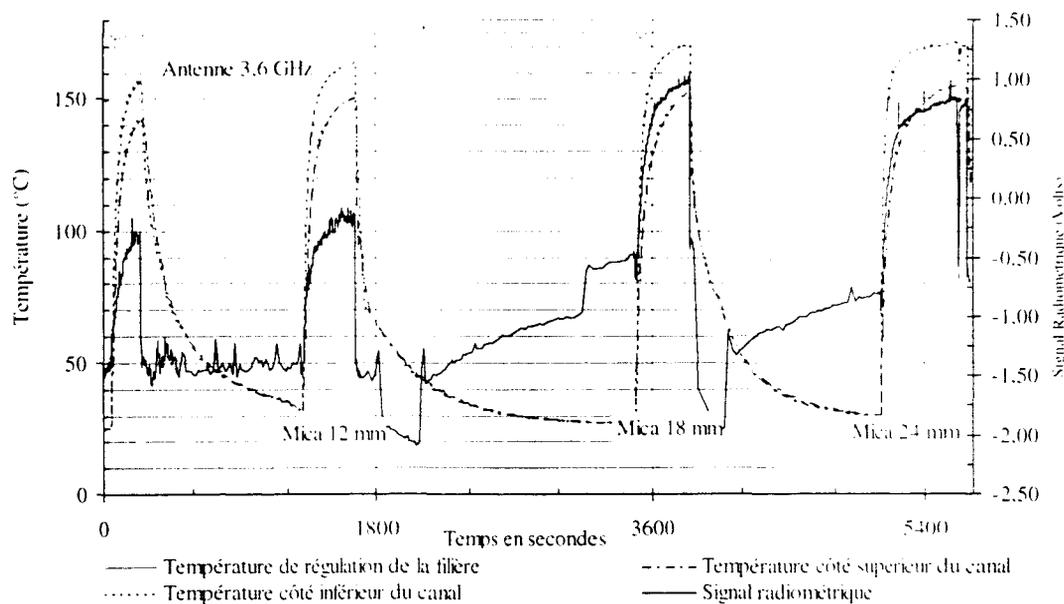
En fait, le même niveau de bruit est atteint pour une surface trois fois plus petite.



Figure[4.15]: Comparaison du signal reçu par les deux antennes (915 MHz et 3,6 GHz) dans les mêmes conditions de mesure.

Le capteur placé dans l'ensemble filière de mesure est thermiquement protégé par un hublot de mica perméable au rayonnement émis par le milieu étudié. Il assure également un rôle d'étanchéité au sein de la partie supérieure du canal de la filière.

L'épaisseur du hublot de Mica est modifiée pour atteindre les valeurs successives de 12, 18 et 24 mm, les résultats de la figure [4.16] montrant que l'antenne reste adaptée.



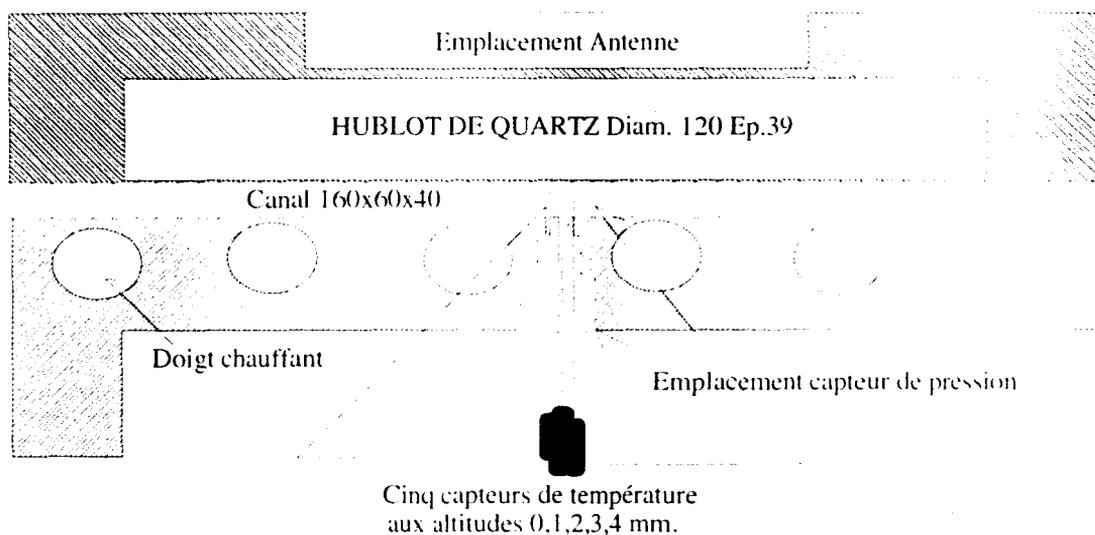
Figure[4.16]: Comparaison du signal reçu par l'antenne 3,6 GHz pour plusieurs épaisseurs de hublot.

Concernant la nature du matériau constitutif du hublot, l'expérience a montré que le mica ne possédait pas une résistance mécanique suffisante et se délaminait sous l'effet conjugué de la pression et de la température du polymère en sortie de l'extrudeuse. Un autre matériau devait donc pallier ces inconvénients en garantissant toutefois une très bonne transparence au rayonnement électromagnétique.

Après avoir testé des céramiques spécialement étudiées pour les micro-ondes, il a semblé préférable d'utiliser du quartz qui associe à sa forte tenue mécanique, une bonne résistance thermique. Ce matériau présente en outre, la caractéristique de posséder une perméabilité exceptionnelle dans la gamme des hyperfréquences et ses caractéristiques diélectriques n'évoluent pas en fonction de la température, au moins jusqu'à 400°C.

Les valeurs retenues pour la permittivité du quartz sont: $\epsilon_r^* = 3,54 - j \cdot 10^{-4}$ ([Réf fabricant : HERAEUS quarzschmelze]).

Une nouvelle filière de mesure, suivant le même principe que la précédente, a donc été conçue et réalisée pour recevoir un hublot de quartz de géométrie cylindrique ($\varnothing 120$ mm épaisseur 39mm).



Figure[4.17]: Vue de profil de la filière montée avec un hublot de quartz.

L'antenne, définie à partir des mesures effectuées avec un hublot de mica, conserve ses propriétés avec le quartz malgré la variation de l'épaisseur qui passe de 12 à 39 mm.

Les différents éléments, antenne, filière de mesure équipée de son hublot, constantes diélectriques des polymères étant respectivement réalisés et déterminés, il convient désormais de vérifier la capacité de la radiométrie micro-ondes sur un procédé industriel tel que l'extrusion.

4.4. MESURE ET VERIFICATION DE LA CAPABILITE DE LA RADIOMETRIE MICRO-ONDES SUR UN PROCEDE INDUSTRIEL TEL QUE L'EXTRUSION DE POLYMERES.

Préalablement à la réalisation d'un système de reconstruction de profil thermique, les points suivants, au nombre de cinq et qui déterminent la capacité d'une méthode de mesure, doivent être contrôlés.

⇒ L'ensemble des expériences se déroulant à des températures de l'ordre de 200°C, domaine de transformation des polymères, il est nécessaire de prévoir un dispositif de refroidissement pour stabiliser la température du substrat de l'antenne et lui permettre de capter le rayonnement.

⇒ La mesure s'effectuant sur des milieux visqueux en écoulement, le signal radiométrique associé doit être indépendant de la pression qui s'exerce dans le canal de la filière (sensibilité à la pression hydrostatique).

⇒ l'impact des perturbations électromagnétiques doit être intégré sur la mesure (sensibilité aux perturbations électromagnétiques).

⇒ La reproductibilité de la mesure doit être montrée.

⇒ La sensibilité de la méthode de mesure doit être évaluée.

Chacun de ces points est étudié au cours d'expériences dont les paramètres font l'objet d'une acquisition informatisée. Ainsi, tout au long des essais, et en vue de traitements ultérieurs, les neuf informations suivantes sont enregistrées :

- le signal radiométrique (en volts),
- la pression dans le canal (en bars),
- la température du substrat de l'antenne,
- la température du connecteur de l'antenne,
- les températures en cinq points de l'épaisseur du canal, en regard de l'antenne et aux altitudes 0, 1, 2, 3 et 4 mm.

Le principe d'une mesure consiste à mémoriser le signal radiométrique émis par le milieu dissipatif, constitué du hublot et du polymère en écoulement, puis capté par l'antenne du radiomètre. Le polymère retenu pour l'ensemble des mesures est le polyuréthane

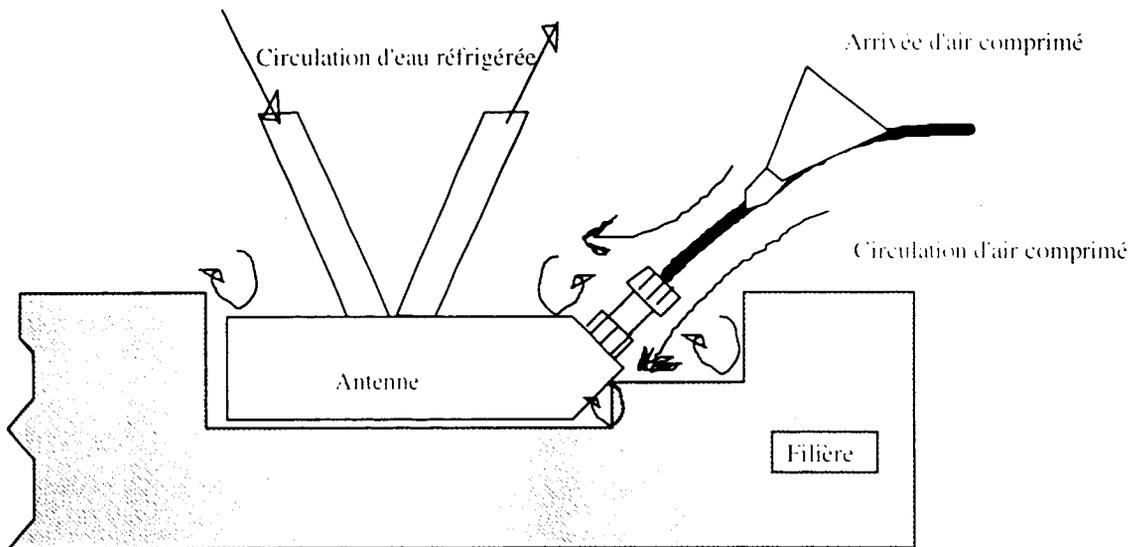
thermoplastique D392 de BAYER, en raison de sa facilité de transformation et de ses pertes diélectriques mises en évidence dans le chapitre 3.

4.4.1. SENSIBILITE A L'ENVIRONNEMENT THERMIQUE

Le refroidissement de la sonde antenne est assuré à l'aide de deux moyens :

- une circulation d'eau, à travers une tubulure disposée dans le boîtier de l'antenne, qui maintient le substrat à une température d'environ 50°C,
- un jet d'air comprimé qui, simultanément, stabilise le connecteur de l'antenne à une température de 30°C, puis refroidit le gap à l'interface antenne/hublot (figure[4.18]).

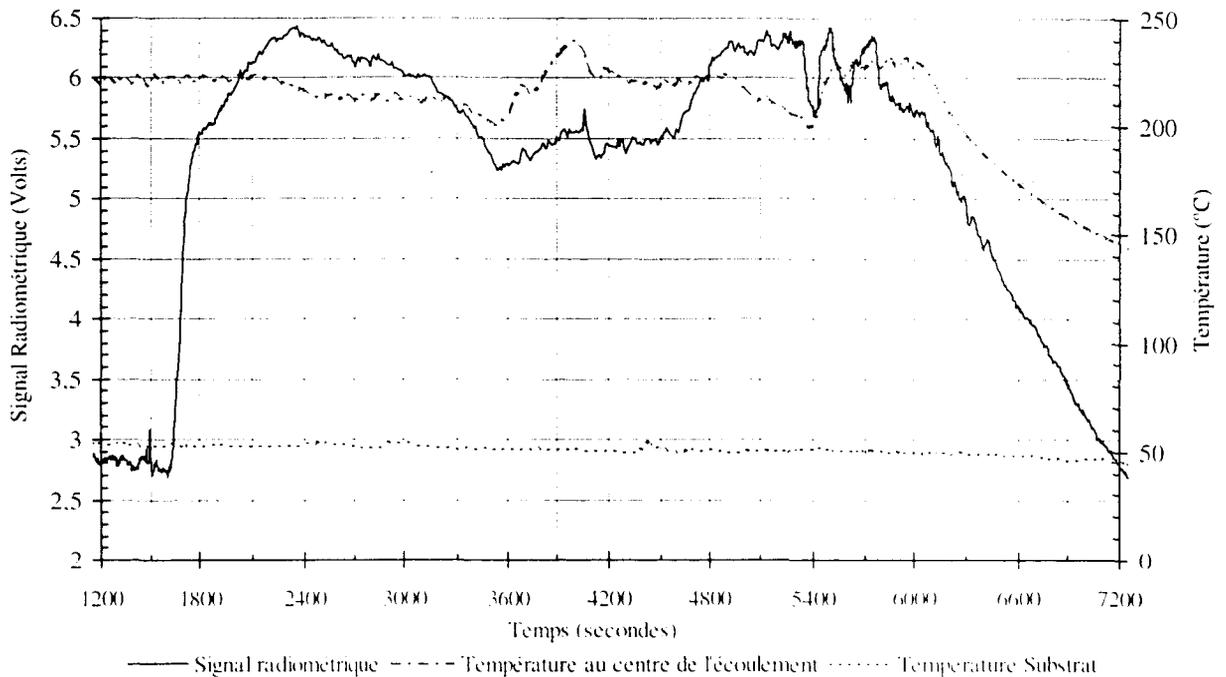
Les différents essais ont montré que ces deux modes de refroidissement permettaient de maintenir un domaine de fonctionnement compatible avec la réception du signal radiométrique émis dans les conditions sévères d'une extrusion de polymères.



Figure[4.18]: Schéma des modes de refroidissement disposés sur l'antenne.

La figure [4.19] ci-après correspond à l'enregistrement du signal radiométrique d'un écoulement de polyuréthane thermoplastique dont la température centrale peut évoluer entre 200°C et 240°C. L'observation de cette courbe permet de conclure que si le système de refroidissement est capable de maintenir la température du connecteur à 30°C et de stabiliser la température du substrat de l'antenne autour de 50°C, le radiomètre n'est sensible qu'aux

variations de la puissance émise par le polymère dans le canal de la filière. Le hublot de quartz joue son rôle de protection thermique pour l'antenne.



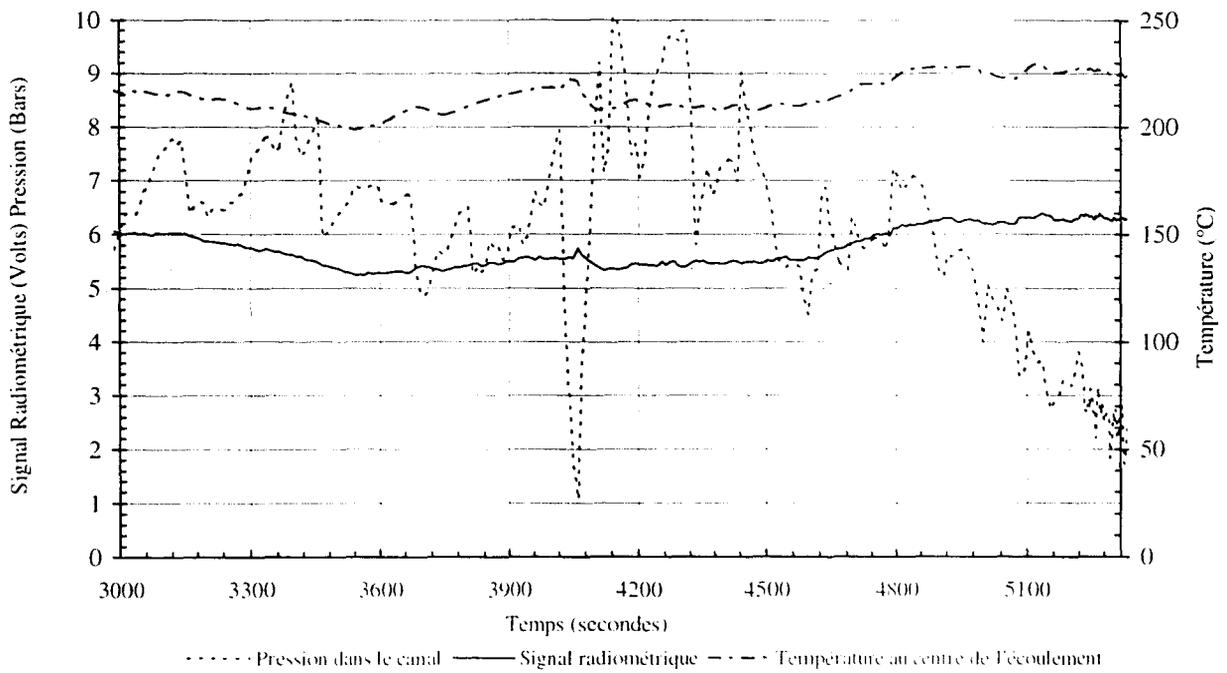
Figure[4.19]: Contrôle de la température de fonctionnement de la sonde antenne.

4.4.2. SENSIBILITE A LA PRESSION HYDROSTATIQUE DANS LE CANAL DE LA FILIERE

Le polymère, dans la filière, se déplace sous l'effet d'un champ de pression dont il est intéressant de connaître l'éventuelle influence sur la puissance électromagnétique due au bruit thermique. L'ensemble filière de mesure est monté sur l'extrudeuse et le polyuréthane s'écoule dans le canal sous différentes conditions de pression. Des actions sur la vitesse de rotation de la vis de l'extrudeuse ou sur la température moyenne de l'écoulement peuvent modifier sensiblement la valeur de la pression hydrostatique.

La figure [4.20] qui représente l'enregistrement du signal radiométrique, de la température moyenne de l'écoulement et le niveau de la pression, montre une forte corrélation entre le signal radiométrique et la température.

Aucune corrélation n'est détectée entre la pression et le signal radiométrique.



Figure[4.20]: Indépendance du signal radiométrique et de la pression hydrostatique dans le canal de la filière.

En théorie, seules des pressions élevées pourraient bloquer la rotation des dipôles au sein de la matière modifiant ainsi la génération de bruit thermique dans les fréquences qui correspondent aux micro-ondes. Ces valeurs, de l'ordre de plusieurs centaines de bars (au moins 500 bars), ne sont pas atteintes dans les procédés de transformation des polymères [Gui 1968].

Dans le cadre de cette recherche, et en général dans la plasturgie, les pressions sont donc tout à fait compatibles avec l'utilisation de la radiométrie micro-ondes.

4.4.3. SENSIBILITE AUX PERTURBATIONS ELECTROMAGNETIQUES

La réception du signal radiométrique dans un environnement industriel tel que celui qui est rencontré dans le cadre de ce travail, est susceptible d'être perturbé suivant deux modes.

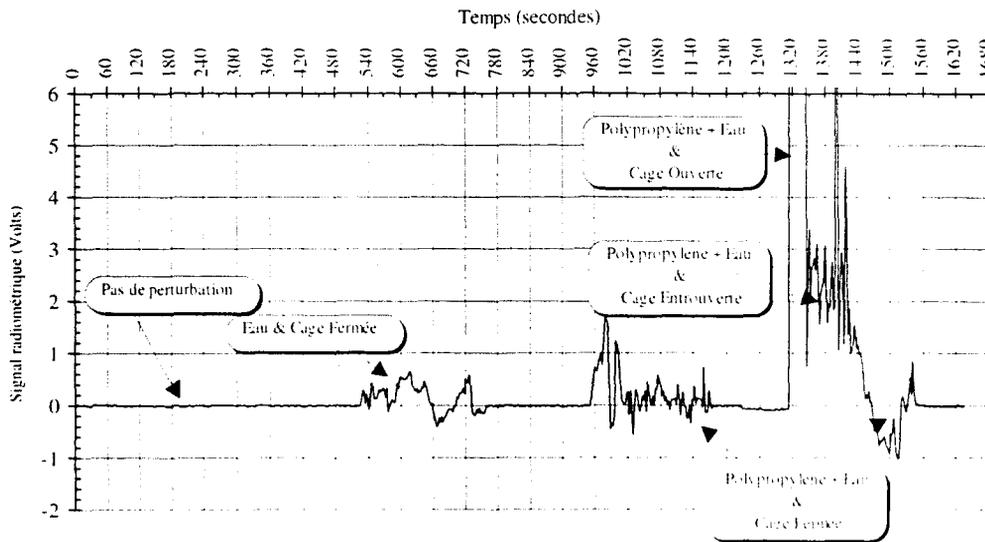
Le premier mode de perturbation correspond au parasitage du signal radiométrique et se traduit par des impulsions de fortes amplitudes et de faibles durées. Ces oscillations sont facilement détectables et ne gênent pas la mesure car il existe des possibilités de filtrage du signal.

En revanche, le deuxième type de perturbation est beaucoup plus problématique et correspond à une modification du niveau de bruit. Concrètement, deux mesures d'un même phénomène, effectuées deux jours différents, peuvent conduire à des signaux radiométriques de valeurs distinctes. La ligne de base sur l'enregistrement du signal radiométrique se déplace suivant le bruitage au moment de la mesure.

Des essais ont montré, que le fonctionnement d'un four à micro-ondes, par exemple, situé à plus de 100m de distance du lieu de la mesure, saturait le radiomètre. En plaçant la sonde antenne dans une cage de Faraday équipée d'une mousse absorbante aux micro-ondes, il devient possible d'atténuer fortement le signal parasite sans pouvoir, toutefois, complètement l'éliminer. Un niveau de bruit ambiant est artificiellement créé et modulé en amplitude en disposant dans l'enceinte du four à micro-ondes divers matériaux dont l'absorption hyperfréquence influence le niveau des fuites électromagnétiques inhérentes à ce type d'appareil.

La figure [4.21] montre l'évolution du signal radiométrique lorsque celui-ci est perturbé. La variation de la puissance reçue peut une fois convertie en tension électrique par le radiomètre, atteindre plusieurs volts par rapport à la très régulière ligne de base.

A ce jour, il n'a pas été possible de mettre au point une parade pour éviter ce phénomène et il a été décidé que dans le cadre de cette recherche le signal radiométrique serait recalé à posteriori, pendant le traitement différé des données acquises.



Figure[4.21]: Mise en évidence de l'influence du niveau de bruit ambiant sur le radiomètre.

(Lorsque l'antenne du radiomètre est dans la cage de Faraday et qu'il n'y a pas de perturbation, le signal radiométrique est stable; en présence de bruit électromagnétique, le signal radiométrique peut être fortement perturbé. La figure montre le retour du signal radiométrique sur sa base à l'arrêt des perturbations.)

4.4.4. REPRODUCTIBILITE

Après avoir observé et pris en compte l'influence des facteurs propres à l'environnement industriel en termes de température et de pression puis de perturbation électromagnétique, il convient d'étudier la reproductibilité des mesures effectuées sur la filière.

Quatre ensembles de mesures ont été réalisés pour évaluer le niveau de reproductibilité de la radiométrie, ils ont été répartis sur un intervalle de temps d'une quarantaine de minutes.

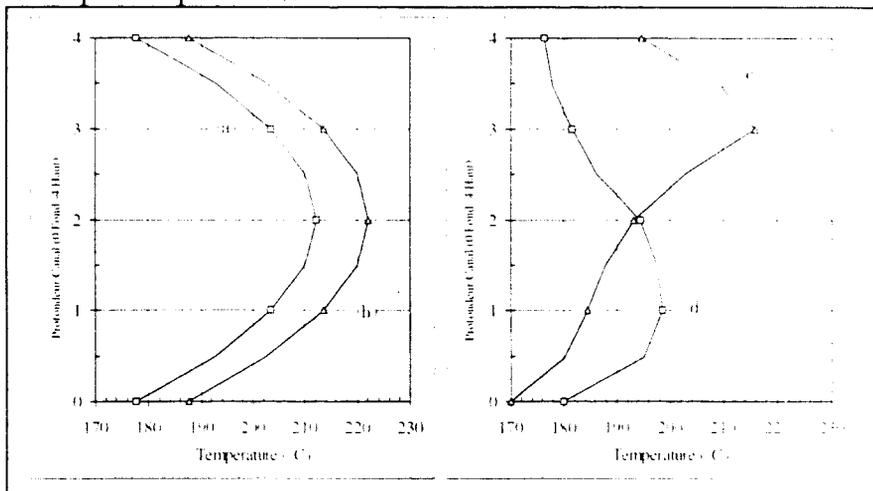
Les allures des profils thermiques étant différents pour ces quatre essais, des critères définissant les types de gradient thermique vont être précisés.

4.4.4.1. Définition des critères de représentation des gradients thermiques.

Le gradient thermique est l'expression mathématique décrivant la distribution du champ de température au sein d'un milieu qui est soumis ou non à des variations thermiques. La description complète d'un profil thermique requiert la connaissance de plusieurs facteurs qui permettent de lever les ambiguïtés possibles quant à l'allure du gradient et de son amplitude.

Ainsi, les différents profils thermiques tracés ci-dessous (Figure[4.22]) ont, par exemple, des points communs :

- ↪ pour les profils (a) et (b) de même allure géométrique, leurs points le plus chaud sont à la même altitude 2 mm,
- ↪ les profils (c) et (d) ont la même allure géométrique, tous les deux sont dissymétriques, avec des températures maximales différentes (dissymétrique haut pour le profil (c) et dissymétrique bas pour le profil (d)).



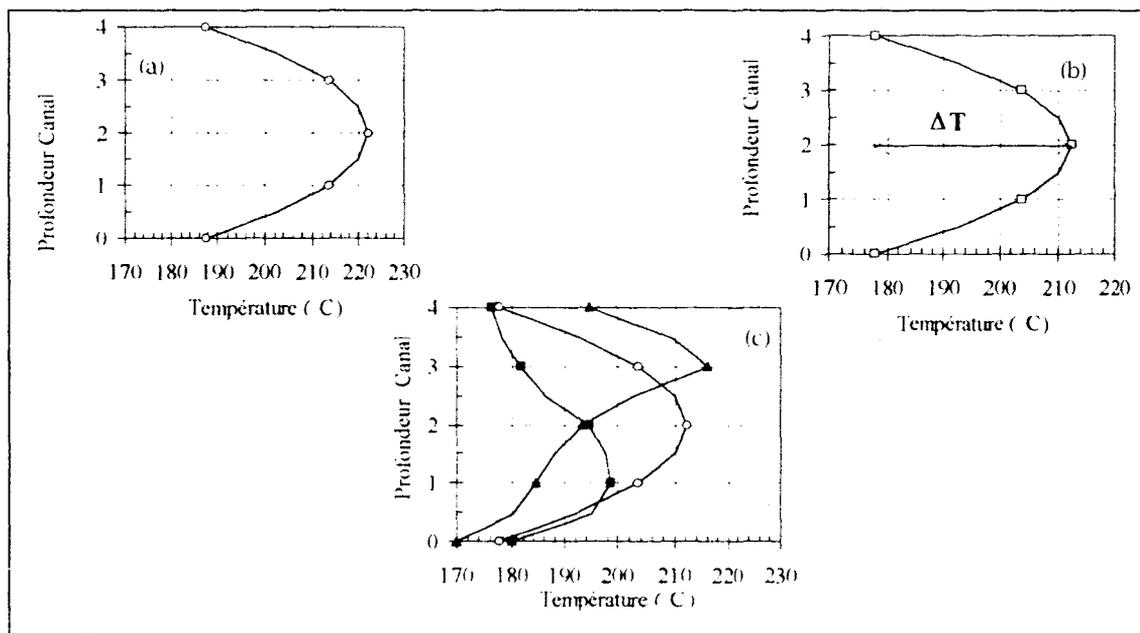
Figure[4.22]: Représentation de profils thermiques d'allures différentes.

L'introduction de trois paramètres permet de préciser et de distinguer les types de profils considérés :

↪ la ligne de base (Figure[4.23-a]) correspond à la verticale qui passe par le point dont la température est la plus faible sur l'ensemble du profil thermique,

↪ l'écart maximal ΔT (Figure[4.23-b]) correspond à la différence de température entre le point le plus chaud et le point le plus froid,

↪ une information géométrique qui peut prendre trois valeurs suivant que le profil thermique est symétrique (SY) par rapport au centre de l'écoulement, dissymétrique haut (DH) ou dissymétrique bas (DB) en fonction de la position du point le plus chaud (Figure[4.23-c]).

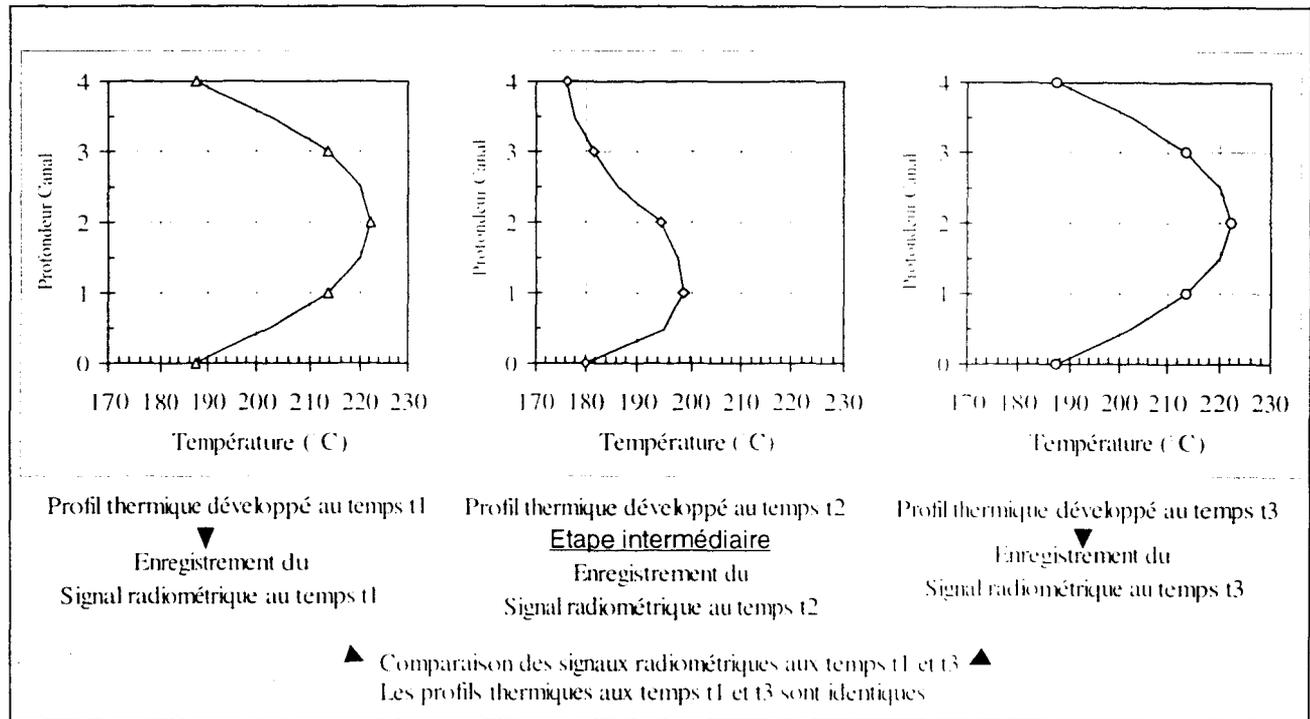


Figure[4.23]: Nomenclature des profils thermiques basée sur l'aspect géométrique.

4.4.4.2. essai de reproductibilité.

Un essai de reproductibilité se déroule en trois phases correspondant à trois situations thermiques successives et repérées dans le temps aux instants t1, t2 et t3. Le signal radiométrique associé au profil thermique développé dans le canal de la filière est mémorisé et comparé à celui du temps t3.

La situation présente au temps t2, est destinée à modifier momentanément les conditions thermiques au sein du canal d'écoulement, c'est donc une étape intermédiaire. Le principe de la comparaison est représenté sur la figure [4.24].



Figure[4.24]: Représentation du principe de l'évaluation de la reproductibilité.

premier essai

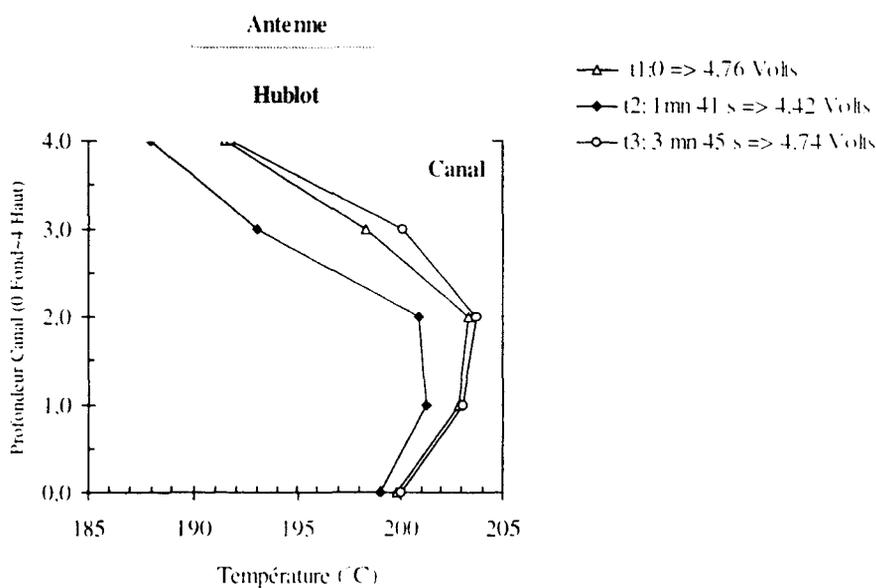
Le profil thermique du premier essai est du type dissymétrique bas (Figure[4.25]), le tableau [4.2] synthétise l'ensemble des paramètres relevés au cours de l'acquisition.

Temps	T° 0 mm (°C)	T° 1 mm (°C)	T° 2 mm (°C)	T° 3 mm (°C)	T° 4 mm (°C)	Signal radio-métrique Volts	Erreur relative
t1=0	200	203	204	198	196	4.76	
t2= 1'41"	199	201,5	201	193	187	4.42	
t3=3'45"	200	203	204	200	196	4.74	<0.5%

Tableau[4.1] Relevés des cinq points de température dans le canal avec les signaux radiométrique associés lors d'une mesure de reproductibilité sur un profil de type dissymétrique bas.

Les lignes de base des profils thermiques aux temps t1 et t3 sont toutes deux situées à 196°C, l'écart maximal de température ΔT est de 8°C. Les variations dans le temps des trois profils sont représentées par la figure [4.25]. L'écart entre les valeurs radiométriques aux temps t1 et t3 n'est que de 0,02 Volt, soit moins de 0,5% d'erreur relative.

Le signal radiométrique associé au temps t2 chute à 4,42 Volts pendant la phase de refroidissement de la matière, à l'arrêt de la vis d'entraînement de l'extrudeuse.



Figure[4.25]: Profils développés pour le premier essai de reproductibilité.

deuxième essai

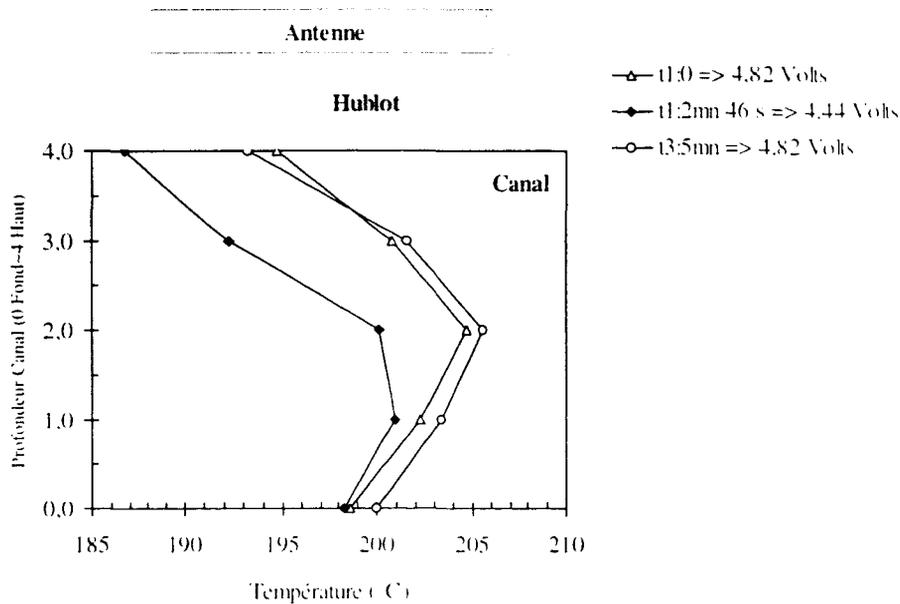
Les profils thermiques de cet essai peuvent être qualifiés du type dissymétrique bas (Figure[4.26]). Les lignes de base des profils thermiques, aux temps t1 et t2, sont respectivement situées à 195°C et 194°C.

L'écart maximal de température ΔT est de 6°C, les points les plus chauds sont toutefois placés au centre de l'écoulement à l'altitude 2 mm.

Temps	T° 0 mm (°C)	T° 1 mm (°C)	T° 2 mm (°C)	T° 3 mm (°C)	T° 4 mm (°C)	Signal radio- métrique(Volts)	Erreur relative
t1=0	198,5	202,3	204,7	200,8	194,7	4,82	
t2= 2'46"	198,3	201	200,1	192,3	186,7	4,44	
t3= 5'	200	203,3	205,6	201,5	193,2	4,82	0%

Tableau.[4.2] Relevés des cinq points de température dans le canal avec les signaux radiométrique associés lors d'une mesure de reproductibilité sur un profil de type dissymétrique bas.

Les valeurs des signaux radiométriques aux temps t1 et t3 sont identiques, les deux profils thermiques sont superposables. La valeur du signal radiométrique au temps t2 est de 4,4 Volts traduisant ainsi une chute sensible de la température dans le canal de la filière. Cette évolution est bien visible sur la figure [4.26].



Figure[4.26]: Profils développés pour le deuxième essai de reproductibilité.

troisième essai

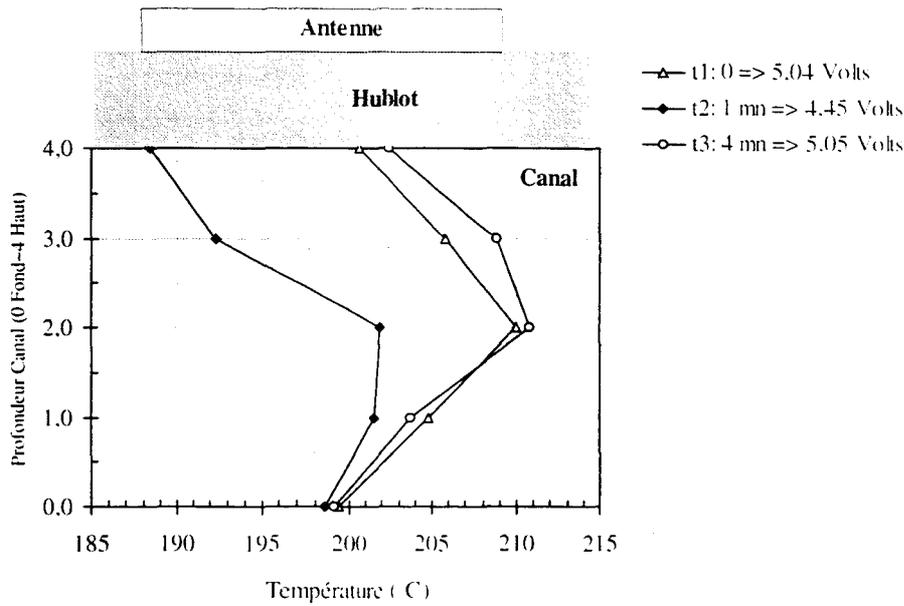
L'allure du profil thermique établi est du type symétrique, en effet, les températures des points situés aux altitudes 0 et 4 mm sont de même valeur avec une ligne de base passant à 200°C. Le point le plus chaud est situé au centre du canal (Figure[4.27]).

Le profil intermédiaire, au temps t2, accuse un net refroidissement, reflété tant par l'ensemble des thermocouples que par la valeur du signal radiométrique.

L'écart de valeur des signaux radiométriques au temps t1 et t3 est de 0.01 Volt pour une amplitude initiale de 5.04 Volts.

Temps	T° 0 mm (°C)	T° 1 mm (°C)	T° 2 mm (°C)	T° 3 mm (°C)	T° 4 mm (°C)	Signal radio- métrique Volts	Erreur relative
t1= 0	199,4	204,9	210	205,8	200,6	5,04	
t2= 1'	198,6	201,6	201,9	192,3	188,4	4,44	
t3= 4'	199,1	203,8	210,8	208,8	202,4	5,05	0,2%

Tableau[4.3] Relevés des cinq points de température dans le canal avec les signaux radiométrique associés lors d'une mesure de reproductibilité sur un profil de type symétrique.



Figure[4.27]: Profils développés pour le troisième essai de reproductibilité.

quatrième essai

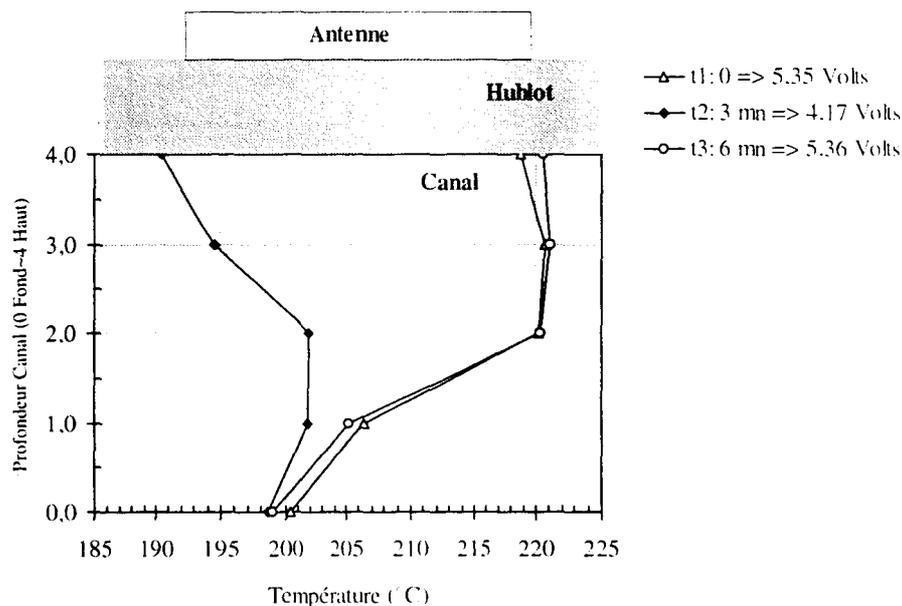
Dans cet essai, le profil thermique est du type dissymétrique haut, avec des lignes de base situées aux temps t1 et t3 aux températures respectives de 200° C et 199° C.

La chute de température créée par le refroidissement de la matière et mesurée au temps t2 est de 30°C, le point situé à l'altitude 3 mm passe de 220/219°C à 190° C en trois minutes. Le signal radiométrique chute alors à un minimum de 4,17 Volts, soit, 1,15 Volts de différence avec les valeurs des temps t1 et t3.

La variation du signal radiométrique entre ces temps extrêmes n'est que de 0,01 Volt pour une valeur initiale de 5,35 Volts.

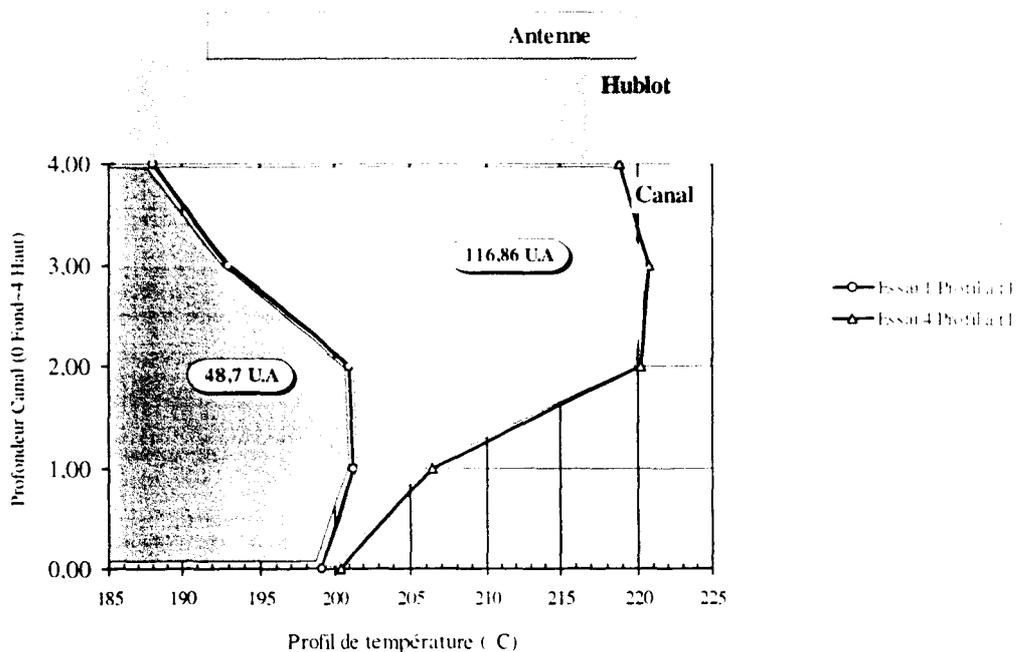
Temps	T° 0 mm (°C)	T° 1 mm (°C)	T° 2 mm (°C)	T° 3 mm (°C)	T° 4 mm (°C)	Signal radiométrique Volts	Erreur relative
t1= 0	200,3	206,4	220,2	220,7	218,8	5,35	
t2= 3'	198,6	201,8	201,9	194,5	190,5	4,16	
t3= 6'	198,9	205,2	220,4	221,1	220,5	5,36	0,2%

Tableau[4.4] Relevés des cinq points de température dans le canal avec les signaux radiométrique associés lors d'une mesure de reproductibilité sur un profil de type dissymétrique haut.



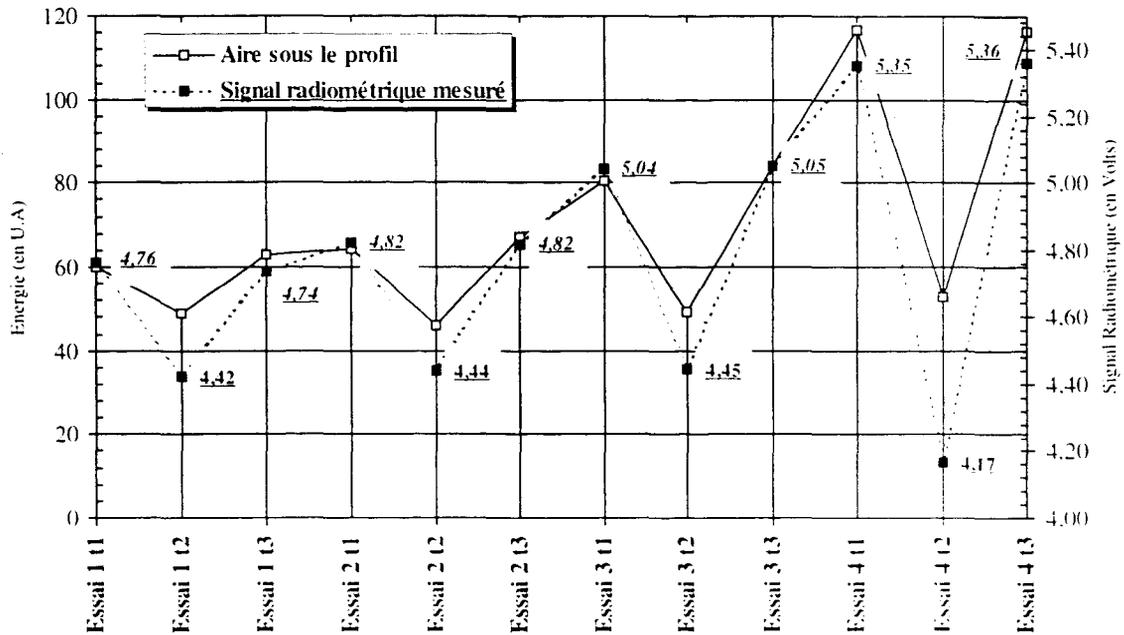
Figure[4.28]: Profils développés pour le quatrième essai de reproductibilité.

Pour chaque essai, l'énergie contenue dans l'écoulement peut se représenter par l'aire de la surface comprise entre une ligne de base située à 185°C et la courbe du profil thermique (figure [4.29]). Les variations d'énergie sont suivies par le radiomètre car le signal radiométrique croît de façon significative, passant de 4,76 Volts au temps t1 du premier essai, à 5,35 Volts au temps t1 du quatrième essai.



Figure[4.29]: Représentation de l'énergie contenue sous l'enveloppe de deux profils.

La figure [4.30] représente, pour les quatre ensembles de mesures qui viennent d'être décrites, d'une part l'aire comprise (en Unités Arbitraires U.A.) entre la droite à 185° C et chaque profil thermique puis d'autre part, les valeurs des signaux radiométriques associés.



Figure[4.30]: Corrélation entre l'énergie sous le profil et le signal radiométrique.

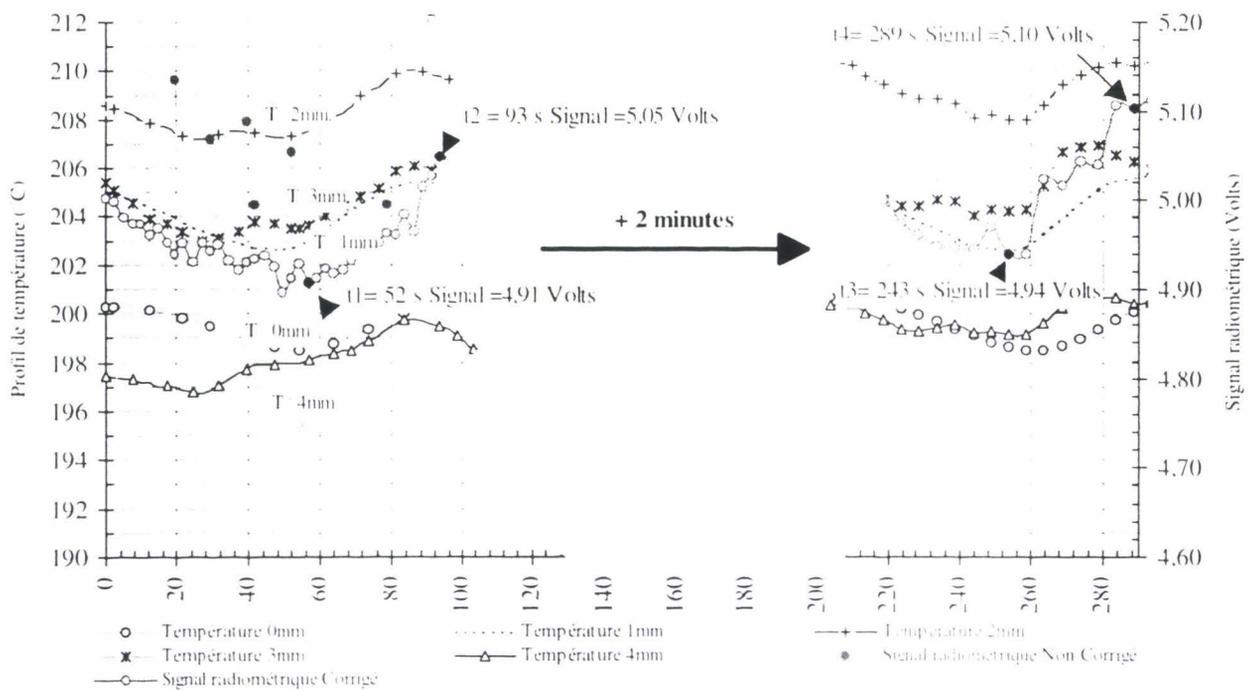
La reproductibilité a pu être vérifiée et quantifiée (typiquement inférieure à 1% d'erreur relative) sur les trois types de profils thermiques de référence, dissymétrique bas (deux profils), symétrique (un profil), dissymétrique haut (un profil).

4.4.5. SENSIBILITE A UNE VARIATION THERMIQUE

La reproductibilité de la méthode de mesure ayant été démontrée, il est important d'évaluer le niveau de sensibilité du système radiométrique micro-ondes développé.

L'observation du signal radiométrique (Figure[4.31]), révèle son aptitude à suivre de très faibles variations de température au sein de l'écoulement. Les informations sur la température sont enregistrées aux cinq altitudes de référence dans l'épaisseur du canal de la filière (0, 1, 2, 3 et 4 mm).

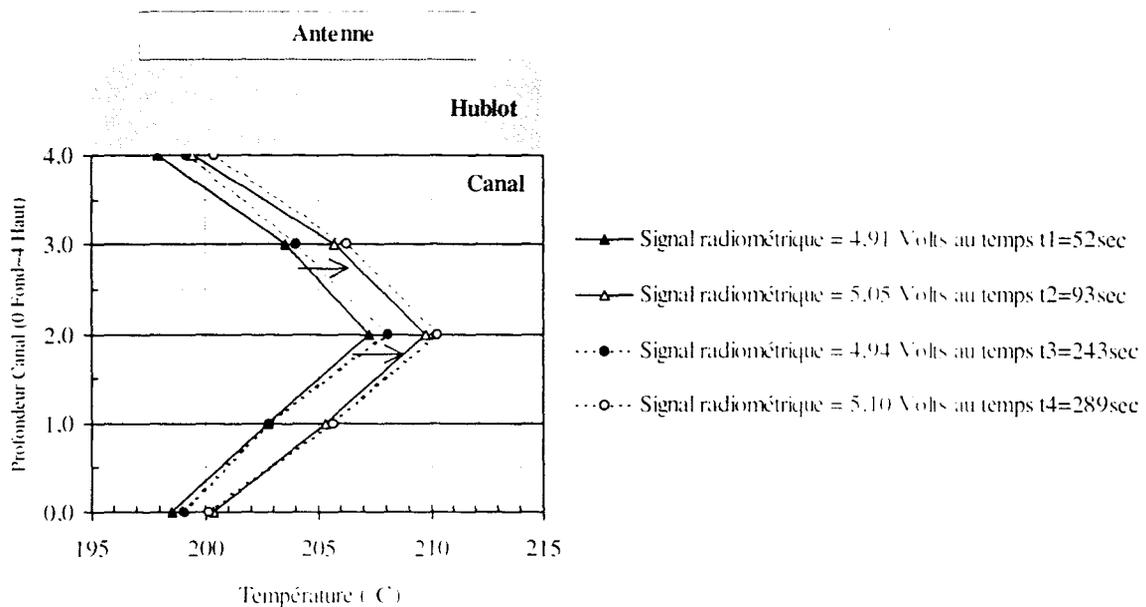
Le signal radiométrique est tracé à l'aide de deux courbes, la première (●) correspond au signal radiométrique brut contenant des parasites liés à l'environnement le jour de l'expérience. La deuxième (○) courbe représente le signal radiométrique après la correction qui consiste à ramener la perturbation sur la ligne de base du signal.



Figure[4.31-a]: Evolution des profils de type symétrique développés au cours du temps pendant l'évaluation de la sensibilité.

La figure [4.31-b] permet de représenter sous une autre forme les évolutions du profil de température dans le canal aux temps t1, t2, t3 et t4 visibles sur la partie gauche de la figure [4.31-a] pour les temps t1 et t2 et sur la partie droite pour les temps t3 et t4. Le profil thermique entre les temps t1=52 s et t2=93 s, augmente en amplitude en prenant +3°C à l'altitude 2 mm, cette variation génère dans le laps de temps une élévation de +0.14 Volt sur

la valeur du signal radiométrique. La sensibilité du système radiométrique est donc de 50 mV/°C pour le profil thermique considéré et sa variation.



Figure[4.31-b]: Représentation de l'évolution des deux paires de profils utilisés pour l'évaluation de la sensibilité.

4.4.6. CONCLUSION QUANT A LA DISPERSION MAXIMALE DES SIGNAUX RADIOMETRIQUES.

Les mesures réalisées ont montré que des températures stabilisées à 50°C pour le substrat de l'antenne et à 30°C pour le connecteur, associées avec l'indépendance de la pression hydrostatique sur la mesure radiométrique, rendait la radiométrie micro-ondes compatible avec un usage sur le procédé d'extrusion.

La sensibilité du radiomètre est de 50 mV/°C avec un niveau de reproductibilité tel que les variations ne dépassent pas 1% d'erreur sur le signal enregistré. Le radiomètre est capable de voir des variations d'amplitude de 3°C sur le point le plus chaud d'un profil de type symétrique dont la température moyenne est supérieure à 200°C.

Ces résultats sont intéressants puisqu'ils valident la stabilité et la précision pour une situation thermique correspondant à un profil thermique donné dans le canal de la filière.

Le seul paramètre dont l'influence n'est pas directement contrôlable correspond à l'influence des perturbations électromagnétiques apportées par le milieu extérieur.

4.5. DEVELOPPEMENT D'UN LOGICIEL DE CALCUL DE PUISSANCE RAYONNEE

Au vu des résultats obtenus pendant l'étude de la capabilité de la radiométrie micro-ondes, la reconstruction des profils thermiques au sein du canal de la filière plate aurait pu éventuellement se concevoir comme un système permettant de mémoriser un très grand nombre de situations thermiques avec leurs signaux radiométriques associés.

La détermination du profil inconnu aurait été alors basée sur la consultation de la mémoire du système à partir d'un signal radiométrique mesuré. Pour prendre une image simpliste, un thermocouple ne fonctionne pas autrement puisqu'à une tension générée à la soudure des deux métaux constitutifs est associée une température tabulée pour chaque type de thermocouple.

Ce principe présente l'inconvénient d'avoir à mémoriser de multiples conditions de transformation du polymère pour être utilisable. A chaque changement de paramètre de l'ensemble polymère, filière de mesure, radiomètre et antenne, il aurait été nécessaire de reconstruire la mémoire du système.

Il semble plus judicieux de développer une méthode fondée sur le calcul d'une température radiométrique équivalente à partir d'un profil thermique estimé.

L'algorithme du calcul tient compte des multiples paramètres liés à la géométrie du montage, au choix et au nombre des fréquences de travail du radiomètre ainsi qu'à la constitution des différents matériaux (hublot, antenne).

Aussi, un programme informatique peut être construit de façon évolutive pour tenir compte d'éventuelles améliorations sur la technique de mesure adoptée.

Les systèmes informatiques de reconstruction de gradients thermiques sont aujourd'hui utilisés dans le domaine médical de la radiothérapie micro-ondes.

Les modèles informatisés permettent de contrôler et de réguler la quantité d'énergie émise par un générateur hyperfréquence pour détruire les tumeurs cancéreuses situées à quelques millimètres de profondeur, sous l'épiderme.

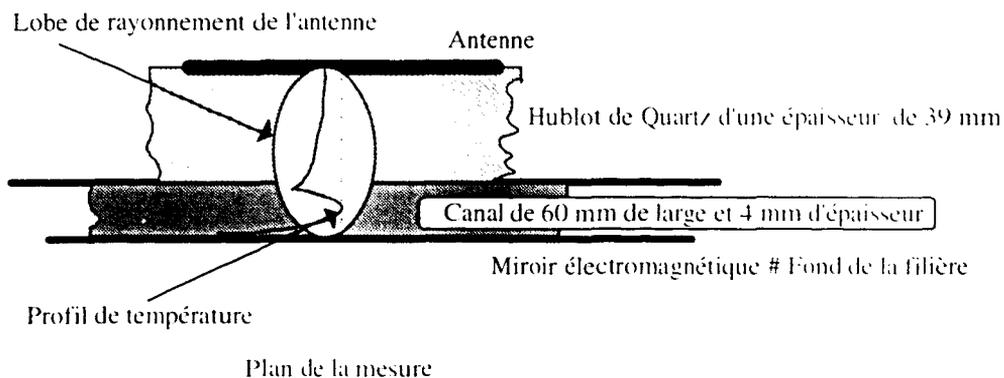
Le milieu considéré est à fortes pertes diélectriques car les tissus sont composés d'une grande proportion d'eau. L'idée est donc de développer un système comparable pour analyser le signal radiométrique en provenance d'un écoulement de polymères et en tirer une information

qualitative et quantitative sur l'importance et la nature d'un gradient thermique générateur du rayonnement.

Sur la base de travaux déjà validés dans le domaine médical, un logiciel a été développé avec l'équipe du Professeur Chivé.

4.5.1. MODELISATION

La modélisation repose sur le couplage électromagnétique entre l'antenne du radiomètre et le milieu étudié, c'est à dire, le système antenne/hublot de quartz / polymère / miroir acier de la filière comme l'indique le schéma de la figure [4.32].



Figure[4.32]: Schéma du milieu stratifié situé sous l'antenne.

Le modèle informatique est basé sur la résolution de l'équation de Helmholtz, il est unidimensionnel et fournit des informations sur le profil thermique situé sur l'axe antenne/hublot/polymère.

L'épaisseur du milieu qui, situé sous l'antenne, contribue à fournir un signal radiométrique capté par l'antenne est découpée en tranches infinitésimales, couches élémentaires qui ne participent pas avec le même poids à la constitution du signal recueilli. En effet, cette contribution dépend de la température, de la nature des pertes diélectriques et de la position en profondeur.

Le coefficient $C(z)$, coefficient de couplage antenne/milieu dissipatif est calculé, en injectant sur le champ électrique complexe $E^*(z)$, des conditions aux limites connues lors de la résolution de l'équation de Helmholtz [Eq.4.1].

$$\frac{\partial^2 E^*(z)}{\partial z^2} + \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot \epsilon^*(z) \cdot E^*(z) = 0 \quad \begin{matrix} \omega = 2 \cdot \pi \cdot f \\ \epsilon^*(z) = \epsilon'(z) - j \cdot \epsilon''(z) \end{matrix} \quad [4.1]$$

Les conditions aux limites sont définies à deux altitudes et sur la valeur du champ électrique complexe $E^*(z)$ où :

- sur le substrat de l'antenne, $E^*(z=0)=1,0$ Volt,
- sur le fond de la filière métallique, (miroir électromagnétique), $E^*(z=h=39+4 \text{ mm})=0,0$ Volt.

La résolution de cette équation mène à la détermination d'un champ électrique complexe $E^*(z)$ dans le plan d'investigation, qui rentre dans l'expression du coefficient de couplage $C(z)$ (en m^{-1}).

Le coefficient de couplage $C(z)$ qui indique la contribution au signal radiométrique capté pour chaque couche élémentaire située à une profondeur z s'exprime sous la forme :

$$C(z) = \frac{1}{2} \cdot \omega \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot \epsilon''(z) \cdot \|E^*(z)\|^2 \quad (\text{m}^{-1}) \quad [4.2]$$

La puissance théorique élémentaire captée provenant de chaque couche d'épaisseur dz est :

$$dP_c = C(z) \cdot T(z) \cdot \Delta f \cdot k_b \cdot dz \quad [4.3]$$

La puissance captée théorique par l'antenne correspond à l'intégration de l'équation [4.3] sur toute l'épaisseur z située en regard de l'antenne.

$$P_{\text{captée théorique}} = \int_0^z dP_c = \int_0^z C(z) \cdot T(z) \cdot \Delta f \cdot k_b \cdot dz \quad (\text{Watt}) \quad [4.4]$$

4.5.2. ALGORITHME DU LOGICIEL DE CALCUL DE LA PUISSANCE RAYONNEE

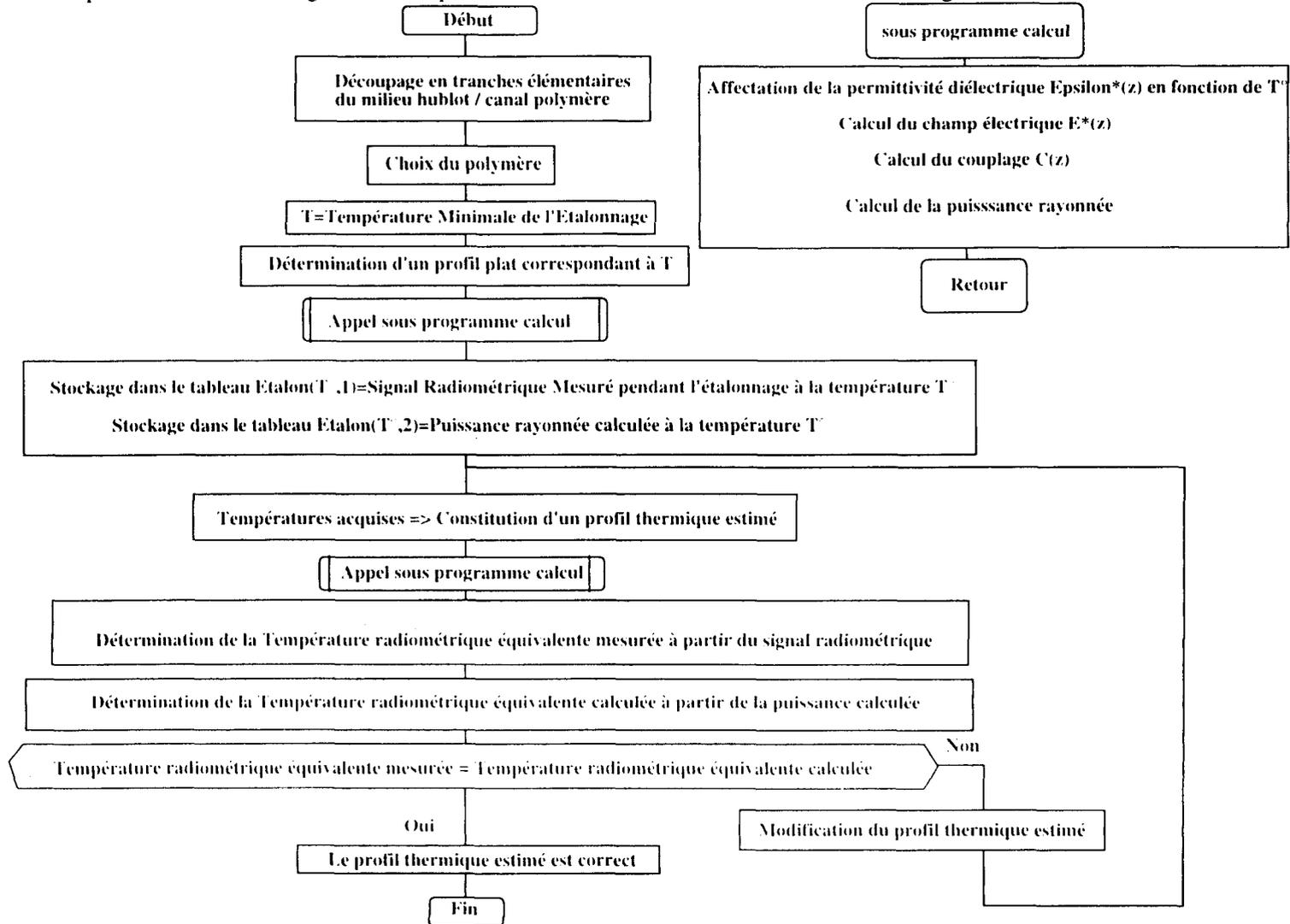
L'algorithmique du logiciel est basée sur l'association tripartite d'une résolution par différences finies de l'équation d'Helmholtz, d'un système d'étalonnage et d'une mesure des conditions thermiques aux limites sur le champ expérimental.

La comparaison entre le calcul de la puissance rayonnée et la valeur de la mesure expérimentale pour un profil thermique donné se déroule en suivant l'algorithme ci-après:

- étalonnage du radiomètre sur une gamme de température pour un polymère donné,
- calcul des éléments de couplage antenne milieu pour chacune des températures d'étalonnage,
- acquisition des paramètres liés au profil thermique existant au sein des polymères (thermocouples),
- élaboration d'un profil thermique à partir d'une loi approchée déduite des cinq points de température expérimentaux,
- calcul de la puissance théorique due à la contribution des couches élémentaires,
- conversion de la puissance théorique en température radiométrique équivalente calculée,
- comparaison entre les températures radiométriques équivalentes calculée et mesurée,
- modification du profil supposé s'il n'y a pas accord entre le calcul et la mesure.

La modification du profil supposé, s'effectue dans une phase de test et de façon manuelle en modifiant les valeurs des températures des points de mesures situés dans le canal. Il devient ainsi possible de tester différentes enveloppes de profil aussi bien en allure qu'en amplitude. Le maximum de température peut ainsi se décaler à différentes altitudes ce qui permet de calculer plusieurs températures radiométriques équivalentes.

L'organigramme ci-après se déduit de l'algorithme et permet de définir les différents éléments du logiciel de calcul.



Organigramme du logiciel de calcul de la puissance rayonnée.

4.5.3. DISCRETISATION DU SYSTEME D'EQUATIONS

Le milieu d'épaisseur z est découpé en tranches élémentaires d'épaisseur dz , chacune d'entre elles étant affectée d'un indice (i).

L'équation d'Helmholtz est donc réécrite en chaque noeud sous une forme discrétisée. Les conditions aux limites sont ici d'ordre électromagnétique et posées de telles façons qu'en surface de l'antenne la valeur du champ électrique soit de 1 Volt et, qu'au fond du canal qui correspond à un miroir, celle-ci soit nulle.

Ainsi, en considérant l'épaisseur totale h , en regard :

$$E^*(z=0)=1,0 \text{ et } E^*(z=h)=0,0 \quad [4.5]$$

L'équation [Eq.4.1] discrétisée s'écrit :

$$\frac{E^*_{(i+1)} - 2.E^*_i + E^*_{(i-1)}}{\Delta z^2} + \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_i - j \cdot \epsilon''_i) \cdot E^*_i(z) = 0 \quad [4.6]$$

$i=1 \quad E_{i-1}=E_0=1 \text{ et } i=n \quad E_n=0$

En choisissant, par exemple, un maillage de 8 points les équations [4.6] s'écrivent :

$$\begin{aligned} i=1 \quad & E^*_2 - 2.E^*_1 + E^*_0 = -\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_1 - j \cdot \epsilon''_1) \cdot E^*_1 \quad [4.7] \\ & (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_1 - j \cdot \epsilon''_1) - 2) \cdot E^*_1 + E^*_2 = -E^*_0 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} i=2 \quad & E^*_3 - 2.E^*_2 + E^*_1 = -\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_2 - j \cdot \epsilon''_2) \cdot E^*_2 \\ & (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_2 - j \cdot \epsilon''_2) - 2) \cdot E^*_2 + E^*_3 = -E^*_1 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} i=3 \quad & E^*_4 - 2.E^*_3 + E^*_2 = -\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_3 - j \cdot \epsilon''_3) \cdot E^*_3 \\ & (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_3 - j \cdot \epsilon''_3) - 2) \cdot E^*_3 + E^*_4 = -E^*_2 \end{aligned}$$

} $2 \leq i \leq n-2$

$$i=4 \quad (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_4 - j \cdot \epsilon''_4) - 2) \cdot E^*_4 + E^*_5 = -E^*_3$$

$$i=5 \quad (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_5 - j \cdot \epsilon''_5) - 2) \cdot E^*_5 + E^*_6 = -E^*_4$$

$$i=6 \quad (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_6 - j \cdot \epsilon''_6) - 2) \cdot E^*_6 + E^*_7 = -E^*_5$$

$$i=7 \quad (-\Delta z^2 \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_7 - j \cdot \epsilon''_7) - 2) \cdot E^*_7 + (E^*_8=0) = -E^*_6$$

Le système matriciel représentant la discrétisation utilisée pour la résolution s'écrit:

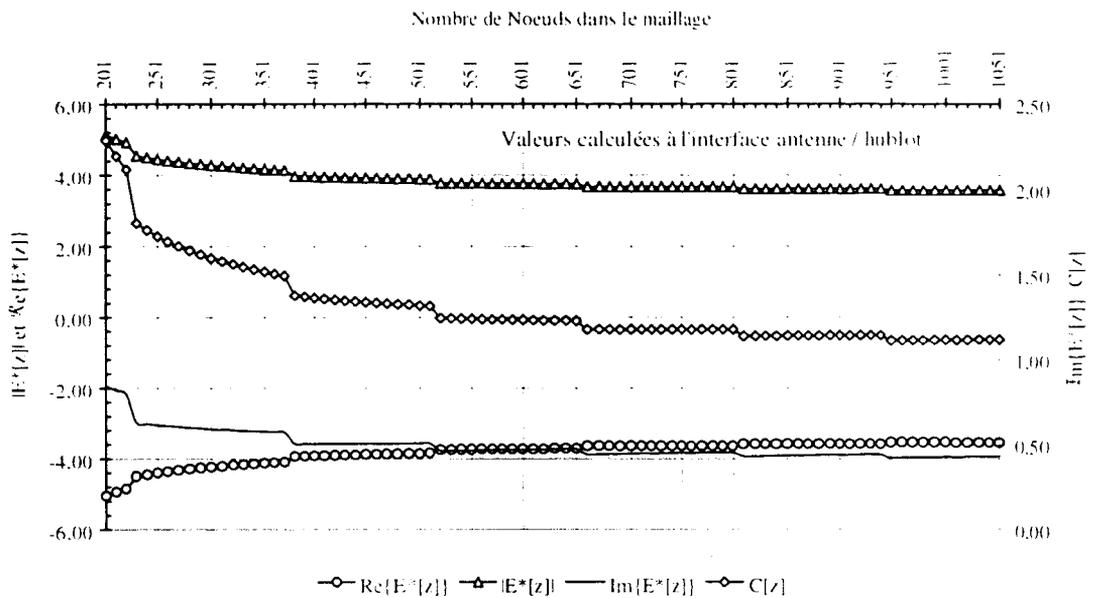
avec :

$$K_i^* = \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\epsilon'_i - j \cdot \epsilon''_i) - 2 \quad [4.8]$$

$$\begin{bmatrix} K_1^* & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & K_2^* & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & K_3^* & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & K_4^* & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & K_5^* & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & K_6^* & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & K_7^* \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_1^* \\ E_2^* \\ E_3^* \\ E_4^* \\ E_5^* \\ E_6^* \\ E_7^* \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -E_0^* \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad [4.9]$$

La résolution de ce système d'équations est basée sur la méthode de Choleski, stable et adaptée, à ce type de matrice [Nou 1989].

La quantité de noeuds pour le maillage est choisie sur la base d'essais qui montrent une stabilisation de la valeur du champ électrique $E^*(z)$ lorsque les calculs sont réalisés avec 1051 noeuds régulièrement répartis sur une profondeur réelle de 43 mm (39+4).



Figure[4.33]: Convergence du module, de la partie réelle puis imaginaire du champ électrique et du coefficient de couplage en fonction du nombre de noeuds à l'interface hublot / polymère.

Le terme ϵ^*_i représentant la permittivité complexe d'une couche élémentaire est une expression thermodépendante. L'algorithme du logiciel affecte une valeur à cette variable à

partir d'une base de données préalablement remplie grâce à la phase de caractérisation des polymères (Chap. 3).

Du fait de la thermodépendance et donc de la variabilité du terme ϵ^* ; la résolution analytique d'un tel système n'est pas directement envisageable.

4.5.4. ETUDE COMPARATIVE DE LA RESOLUTION DE L'EQUATION D'HELMHOLTZ

Pour valider le code du logiciel développé au niveau de la résolution de l'équation de Helmholtz, les résultats de la simulation et du logiciel "MATHEMATICA" ont été comparés. "MATHEMATICA" est un outil qui permet de réaliser des calculs sous une forme analytique ou numérique.

La thermodépendance de la permittivité diélectrique des polymères ne pouvant pas être intégré par le logiciel "MATHEMATICA", le matériau sera donc fictivement remplacé par un volume identique de quartz.

Le milieu étudié pour la comparaison sera donc constitué d'un hublot de quartz de 39mm associé à un canal de 4mm d'épaisseur contenant du quartz uniformément porté à la température de 145°C.

"MATHEMATICA" résout l'équation d'Helmholtz, et détermine l'évolution du champ électrique $E^*(z)$ dans l'épaisseur des 43 mm en regard de l'antenne. Après avoir calculé le coefficient de couplage $C(z)$, il détermine finalement la puissance rayonnée par le canal de 4mm contenant du quartz à 145°C.

Puissance calculée	MATHEMATICA	LOGICIEL DEVELOPPE
QUARTZ à 145°C	1,58825 10 ⁻¹⁷ W	1,58810.10 ⁻¹⁷ W

Tableau[4.5]: Comparaison entre les deux modes de calcul pour les conditions définies précédemment.

La validation du code de calcul ayant été effectuée, le logiciel doit être étalonné.

4.5.5. ETALONNAGE

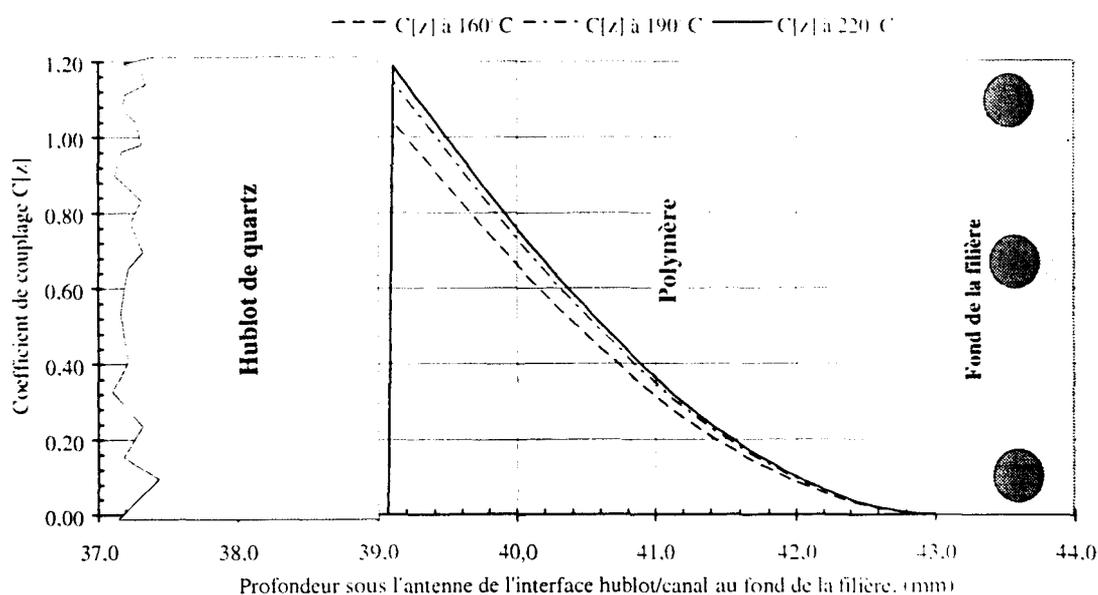
Le principe de l'étalonnage consiste à enregistrer la puissance électromagnétique, rayonnée et convertie en tension continue par le radiomètre. La puissance est émise par le polymère dont la température dans le canal de la filière est homogène et connue dans toute l'épaisseur.

Les différentes températures radiométriques équivalentes mesurées, associées au signal radiométrique correspondant, sont enregistrées dans un fichier lors de l'acquisition. Ce dernier est repris par le logiciel de calcul de la puissance rayonnée pour démarrer la phase d'étalonnage.

Le coefficient de couplage Antenne / Milieu pour chacune des couches élémentaires est calculé sur toute la plage de température de l'étalonnage. Le résultat est stocké dans un tableau indexé en température et en numéro de couche correspondant à une profondeur donnée. L'approximation de considérer, dans l'étalonnage et par ailleurs, dans tous les calculs, comme nulle la variation de la permittivité diélectrique du hublot est réaliste puisque celui-ci est constitué de quartz.

A chaque appel du processus de calcul d'un coefficient de couplage, pendant l'étalonnage, la valeur de la puissance théorique calculée à partir de l'équation [Eq.4.4] est sauvegardée dans un tableau. Ce tableau, indexé par la température d'étalonnage peut renvoyer, suivant les appels, une tension mesurée et fournie par le radiomètre (étalonnage) ou la puissance théorique calculée par le logiciel.

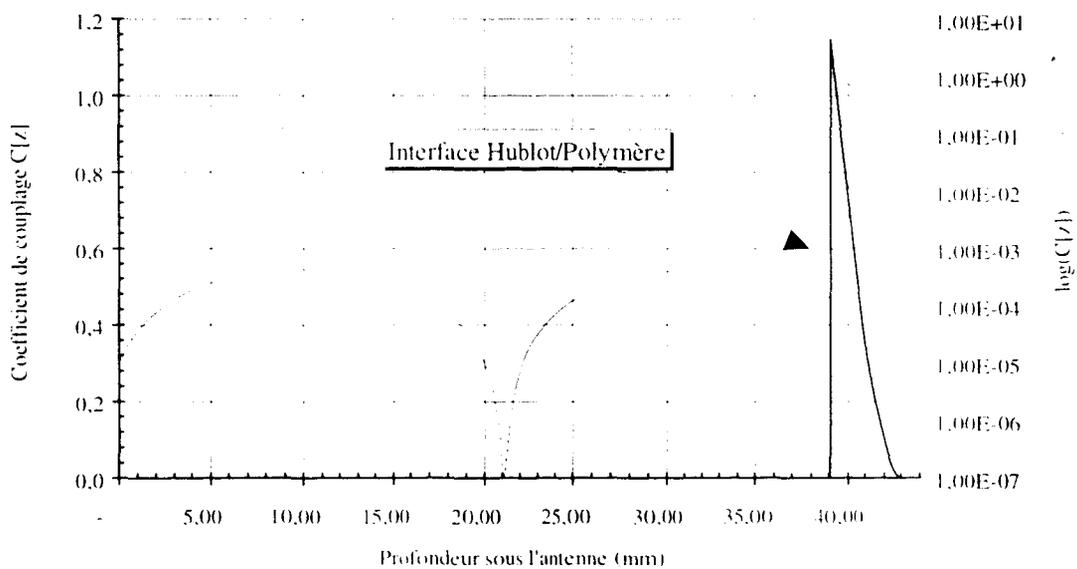
Ces informations seront réutilisées par la suite lors de la reconstruction des profils thermiques.



Figure[4.34]: Représentation du coefficient de couplage $C(z)$ à trois températures distinctes.

La figure [4.34] décrit bien l'évolution du coefficient de couplage $C(z)$ de l'antenne à trois températures différentes (160°C, 190°C, 220°C). La température modifie les caractéristiques diélectriques du polymère qui interviennent dans l'expression du coefficient de couplage ([Eq.4.2]).

Sur la figure [4.35], le coefficient $C(z)$ est tracé sur deux axes pour mettre en évidence la variation d'amplitude qui existe entre le couplage dans le hublot de quartz et dans le canal de la filière qui contient le polymère (polyuréthane). Cet écart est dû au contraste des caractéristiques diélectriques des deux matériaux.

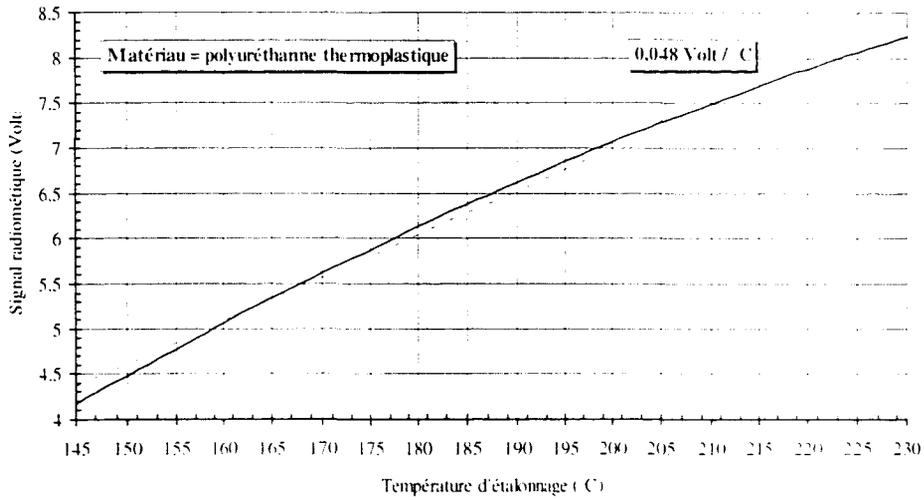


Figure[4.35]: Représentation du coefficient de couplage $C(z)$ à 190 °C.

Dans l'épaisseur de 4mm du canal de la filière, l'atténuation du couplage est forcément très rapide puisque le miroir électromagnétique impose à sa paroi un champ électrique nul [$E^*(z=43\text{mm})=0$].

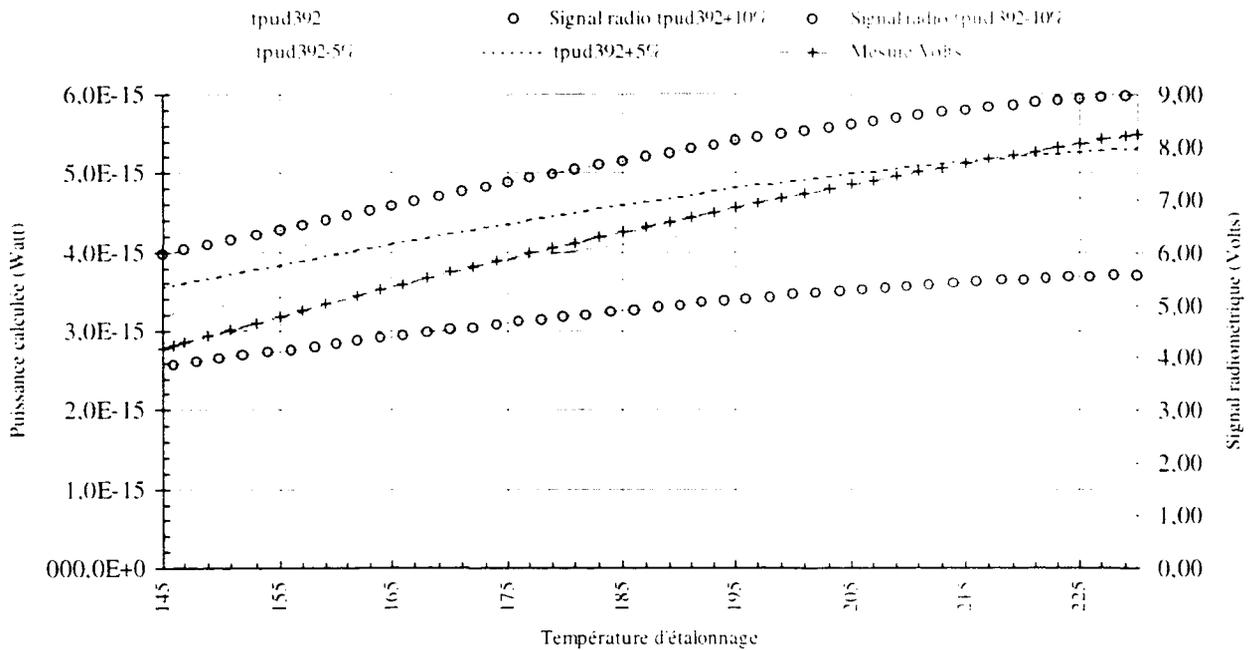
L'impact de l'allure du couplage $C(z)$ est très important car il néglige fortement les contributions des couches situées dans le fond du canal.

Le tracé de la tension mesurée pendant l'étalonnage, avec un polyuréthane entre 145°C et 230°C est représenté sur la figure [4.36]. C'est l'évolution significative du signal radiométrique (0,048 Volt/°C à rapprocher de la sensibilité déterminée au §4.4.5) qui, lorsque le polymère est porté de 145°C à 230°C, laisse augurer des possibilités pour remonter à des gradients thermiques, même de faible amplitude, au sein des polymères.



Figure[4.36]: Etalonnage du radiomètre effectué sur le polyuréthane.

Le programme de reconstruction lors de la phase d'étalonnage calcule un signal radiométrique théorique correspondant au bruit thermique émis par le milieu. En modifiant la température d'étalonnage et en faisant le calcul à chaque fois on peut tracer l'évolution du signal correspondant à la puissance émise dans la bande hyperfréquence à 3.6 GHz (Figure [4.36]).



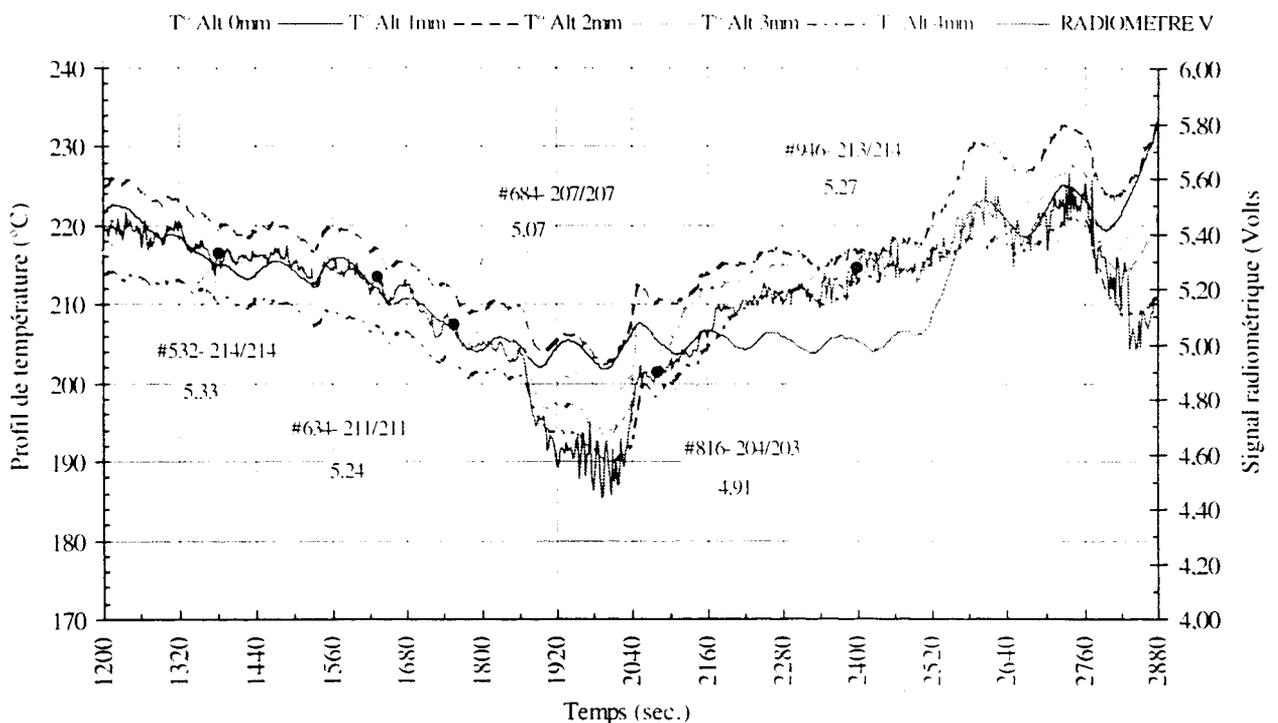
Figure[4.37]: Tracé de la puissance et du signal radiométrique en fonction de la température d'étalonnage. (tracés pour des variations de $\pm 5\%$ et $\pm 10\%$ autour des caractéristiques diélectriques ϵ_r^* mesurées du polyuréthane).

La courbe [4.37] montre que le signal radiométrique est au plus près de la puissance calculée avec les caractéristiques diélectriques du polyuréthane jusqu'à 205°C. Ensuite, il semble que la puissance calculée avec une erreur de +5% prenne le relais, ce qui aurait tendance à montrer que les mesures des caractéristiques diélectriques du polymère aux hautes températures (>200°C) en sous estimeraient la valeur réelle.

4.5.6. L'OFFSET RADIOMETRIQUE

Le niveau de brouillage électromagnétique n'étant pas connu le jour de la mesure, le signal radiométrique capté peut être sensiblement différent d'un jour à l'autre, et ce, pour des conditions expérimentales identiques. La correction de cette perturbation est effectuée en validant une option dans le logiciel qui recale la base du signal enregistré en ajustant un offset sur le signal radiométrique.

Lors du traitement des données, à posteriori et en vue de reconstruire des profils thermiques, un offset est déterminé à partir de plusieurs points d'acquisition. Concrètement, la recherche du bon offset est réalisée en faisant coïncider un profil expérimental avec le calcul théorique qui lui, est basé sur un étalonnage (Figure[4.38]). L'offset testé est alors vérifié et validé sur plusieurs acquisitions successives.



Figure[4.38]: Détermination d'un offset sur la base de plusieurs acquisitions.

L'offset correspond à la tension supplémentaire qu'il faut rajouter pour que les températures radiométriques équivalentes calculées et mesurées, respectivement à partir du profil thermique et du signal radiométrique soient de même valeur.

Généralement, l'offset est stable sur tout le fichier d'acquisition, ce qui s'explique par la nature même du brouillage, en effet celui-ci modifie le niveau de la ligne de base du signal radiométrique.

Exemple de calcul d'un offset

En considérant, les conditions expérimentales issues de trois profils enregistrés lors de la même campagne de mesures, les informations suivantes sont relevées :

	Enregistrement #532	Enregistrement #684	Enregistrement #816
Temps (s)	1382	1758	2082
T° 0 mm (°C)	211	202	201
T° 1 mm (°C)	215	206	205
T° 2 mm (°C)	220	211	211
T° 3 mm (°C)	215	208	204
T° 4 mm (°C)	210	203	199
Signal radiométrique (Volts)	5,33	5,07	4,91
Offset (Volts)	2,33	2,33	2,33
Signal radiométrique total (Volts)	7,66	7,40	7,24
Température radiométrique équivalente calculée	214	207	203
Température radiométrique équivalente mesurée	<u>214</u>	<u>207</u>	<u>204</u>

Tableau 4.6] Validation d'un offset radiométrique sur trois profils différents.

Le fait de rajouter +2.33 Volts sur les signaux radiométriques, permet de recalibrer les valeurs enregistrées, mais ne change en rien les écarts de tension générés par les modifications des conditions thermiques dans l'écoulement.

4.6. CALCULS DE SIGNAUX RADIOMETRIQUES SUR PLUSIEURS PROFILS

Les différents profils thermiques développés au sein du polymère qui s'écoule dans le canal de la filière génèrent sur le signal radiométrique des variations d'amplitude.

Le principe du module informatique de calcul de la puissance rayonnée consiste donc à créer artificiellement un gradient thermique dont l'amplitude, la forme et le signal radiométrique correspondant seront précisément connus. La reconstruction d'un profil thermique est atteinte lorsque les températures radiométriques équivalentes mesurée et théorique, respectivement déterminée lors d'une mesure et calculée par le logiciel avec les mêmes conditions, sont de valeurs égales.

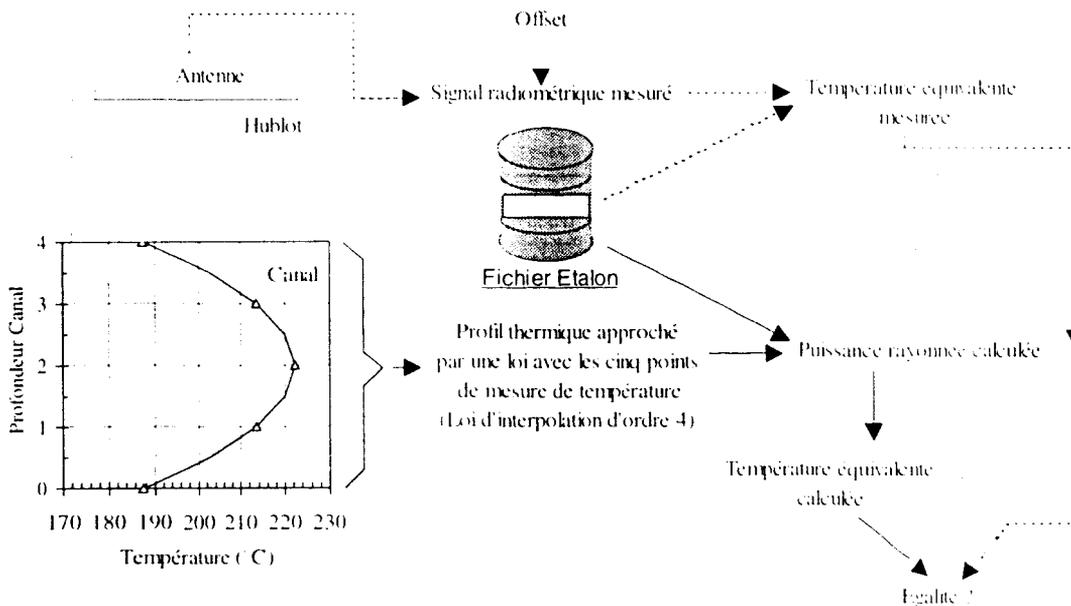


Figure 4.39: Représentation symbolique de la détermination des températures équivalentes mesurée et calculée.

Du fait même de la méthode utilisée, il est possible qu'un faisceau de profils satisfasse les conditions d'égalité sur les températures équivalentes.

Effectivement, en raison de la forme du coefficient de couplage antenne milieu dissipatif, deux couches distinctes portées à la même température ne contribuent pas avec la même intensité au signal radiométrique.

Le radiomètre ODAM 3000 travaillant sur une fréquence (3.6 GHz), il n'est pas envisageable de reconstruire un profil thermique si le type de son allure (courbe avec un maximum, symétrique ou dissymétrique haut et bas) n'est pas au moins estimé.

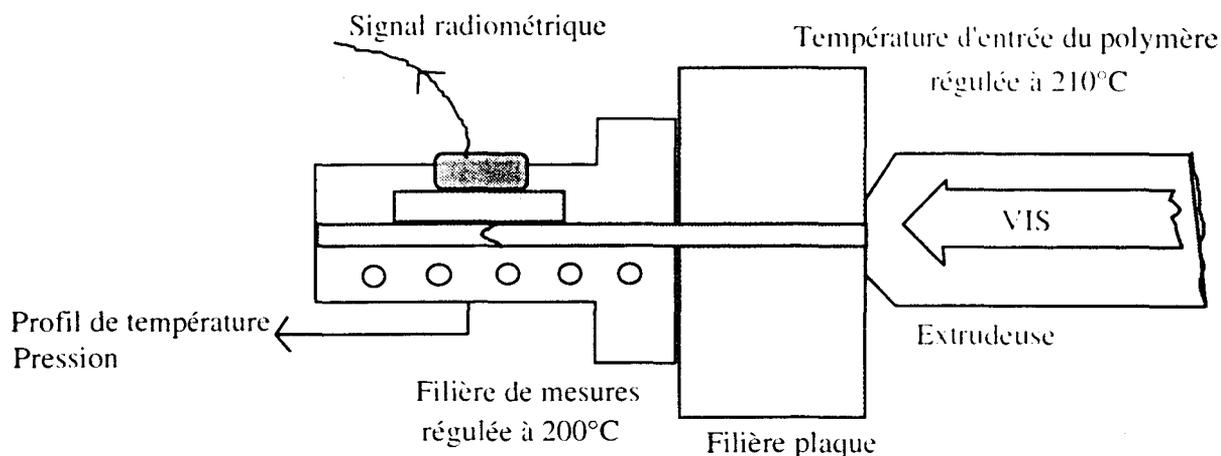
Seul un système radiométrique multi-fréquentiel ou à corrélation permettrait de s'affranchir de cette information.

4.6.1. ENCADREMENT DE PROFILS REELS PAR DES PROFILS VIRTUELS A PARTIR DES TEMPERATURES RADIOMETRIQUES EQUIVALENTES.

4.6.1.1. Profils de type "symétrique"

En faisant s'écouler le polyuréthane dont la température moyenne est plus élevée que celle de la filière, il se développe dans le canal un gradient de température d'allure symétrique.

Dans l'exemple suivant, le polymère est porté à la température de 210°C à l'aide de l'extrudeuse, il est ensuite poussé dans le canal de la filière, elle-même réglée à 200°C sur ses deux faces supérieures et inférieures (Figure[4.40]).



Figure[4.40]: Schéma décrivant le principe utilisé pour créer artificiellement des gradients thermiques.

En conservant les deux conditions aux limites que sont respectivement les températures à l'altitude 0 mm et à l'altitude 4mm dans le canal de la filière et. en modifiant les trois températures intermédiaires (1. 2. 3 mm), le logiciel construit :

- premièrement, un profil thermique à partir des cinq données de température et s'en sert pour déterminer une température radiométrique équivalente calculée.

- deuxièmement, il consulte le fichier d'étalonnage pour retrouver la température radiométrique équivalente mesurée à partir du signal radiométrique qui peut éventuellement être corrigé d'un offset (Figure[4.40]).

La loi d'interpolation qui permet de construire le profil thermique estimé est une loi du quatrième ordre qui passe par les cinq points faisant l'objet d'une acquisition. En aucun cas la courbe résultante ne possède plus d'un maximum.

Le tableau [4.7] permet de comparer les différentes températures radiométrique équivalentes calculées par le logiciel pour un profil symétrique réel bien défini puis pour plusieurs profils virtuels dont seules les conditions aux limites sont conservées.

Le signal radiométrique mesuré sur le profil réel puis compensé avec l'offset est:

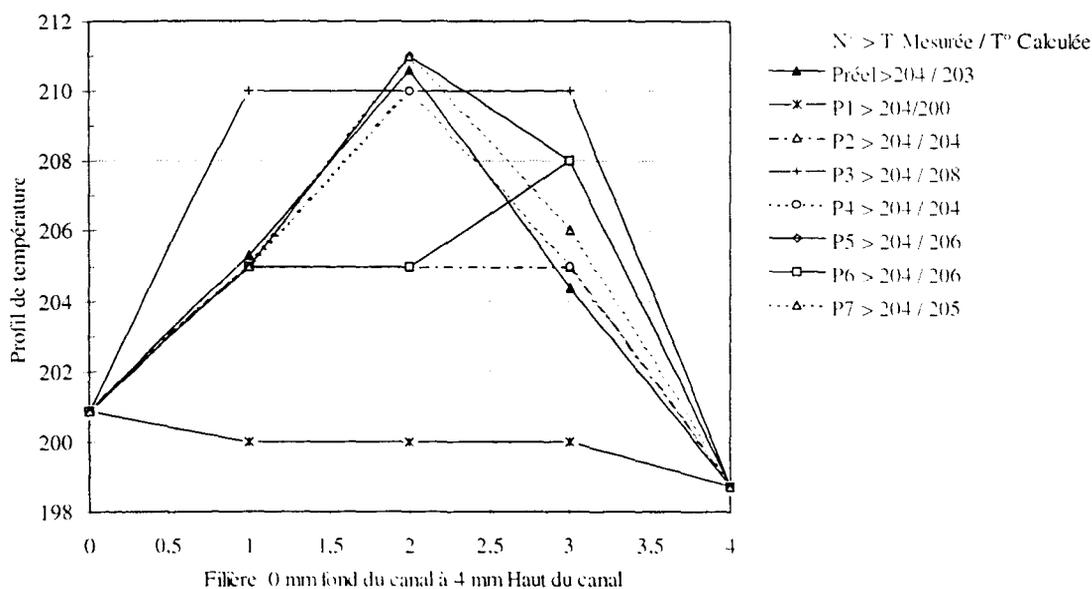
$$\text{Signal radiométrique complet} = \text{Signal radiométrique} + \text{Offset} = 4,91 + 2,33 = 7,24 \text{ Volts}$$

La température équivalente mesurée, déterminée à partir du signal radiométrique complet et de l'étalonnage est: Température équivalente mesurée = 204 C

	Profil réel	Profil 1	Profil 2	Profil 3	Profil 4	Profil 5	Profil 6	Profil 7	Profil 8
T° 0 mm (°C)	201	201	201	201	201	201	201	201	201
T° 1 mm (°C)	205	200	205	210	205	205	205	205	205
T° 2 mm (°C)	211	200	205	210	210	211	205	211	211
T° 3 mm (°C)	204	200	205	210	205	208	208	206	205
T° 4 mm (°C)	199	199	199	199	199	199	199	199	199
Température équivalente calculée	203	200	204	208	204	206	206	205	204

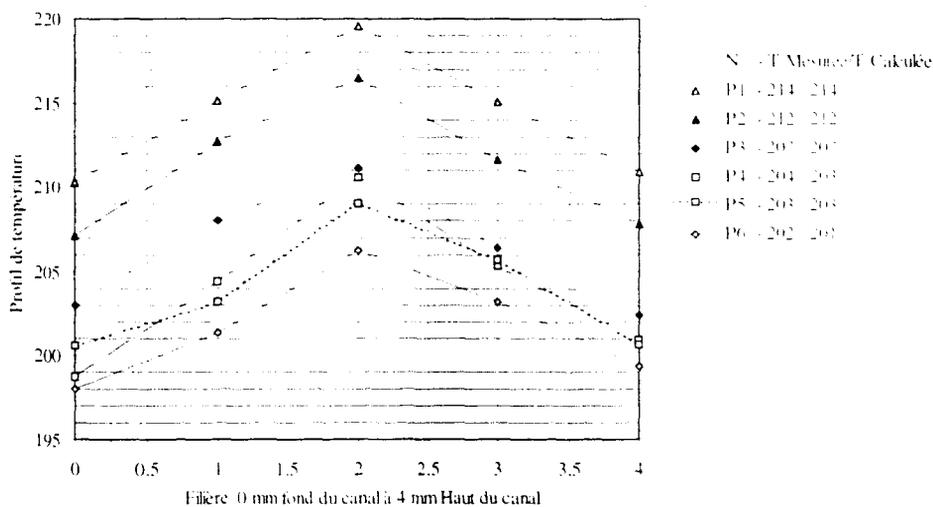
Tableau[4.7] Tableau récapitulatif des données liées aux profils réel et virtuels.

L'étude du tableau [4.7] et de la figure [4.41] montre que le profil réel est obligatoirement compris, avec les conditions aux limites imposées entre les profils virtuels N°2 et N°4 (Les profils sont représentés à partir des cinq températures fournies au logiciel pour reconstruire un profil estimé). Il est ainsi montré l'intérêt de connaître l'allure du profil inconnu afin de discriminer les différentes solutions et de retenir la seule correcte.



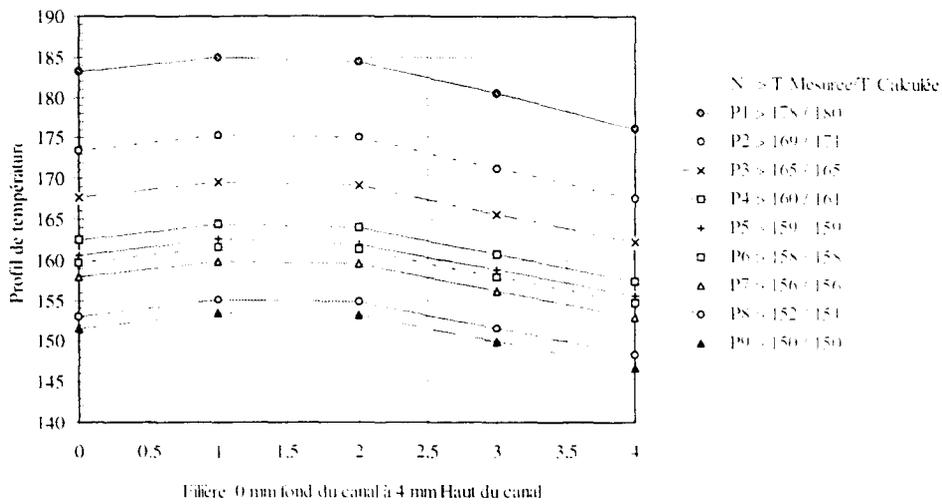
Figure[4.41]: Représentation des profils réels et virtuels testés.

Ci-dessous, la figure [4.42] représente une collection de profils expérimentaux de types symétriques dont les températures maximales sont de valeurs croissantes. Les températures radiométriques équivalentes mesurées et calculées sont très proches et montrent ainsi la précision du modèle informatique de calcul de la puissance rayonnée. Typiquement, l'erreur entre les deux températures est inférieure à 1%.

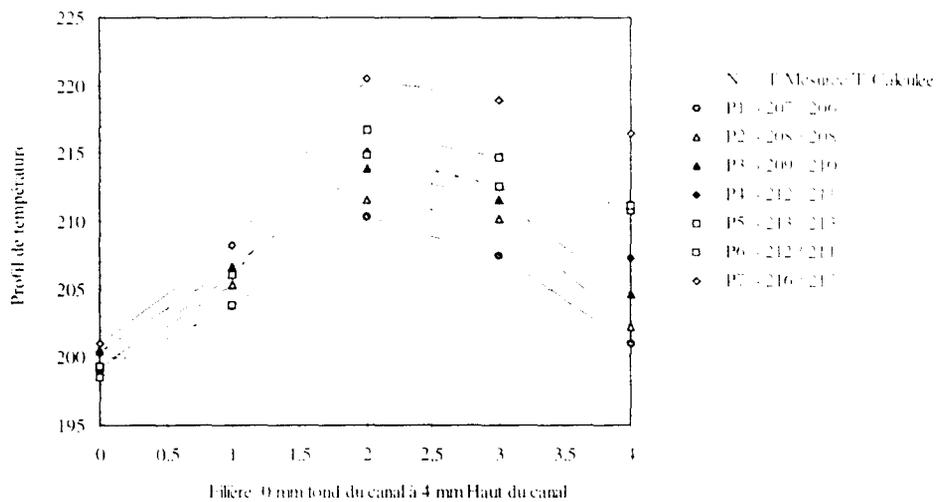


Figure[4.43]: Représentation d'une collection de profils d'allure symétrique.

Dans le même esprit, les calculs réalisés à partir de profils dissymétriques bas et haut, respectivement Figure[4.43] et Figure[4.44], indiquent également le très faible écart entre les températures radiométriques mesurées et calculées.



Figure[4.43]: Représentation d'une collection de profils d'allure dissymétrique bas.



Figure[4.44]: Représentation d'une collection de profils d'allure dissymétrique haut.

Le développement d'un logiciel de calcul de la température radiométrique équivalente permet d'encadrer finement un profil réel entre plusieurs profils virtuels. Le radiomètre ODAM 3000 n'étant pas utilisable en mode multi-fréquentiel, la reconstruction de gradients thermiques ne peut se concevoir sans disposer d'une information sur l'allure géométrique du profil inconnu.

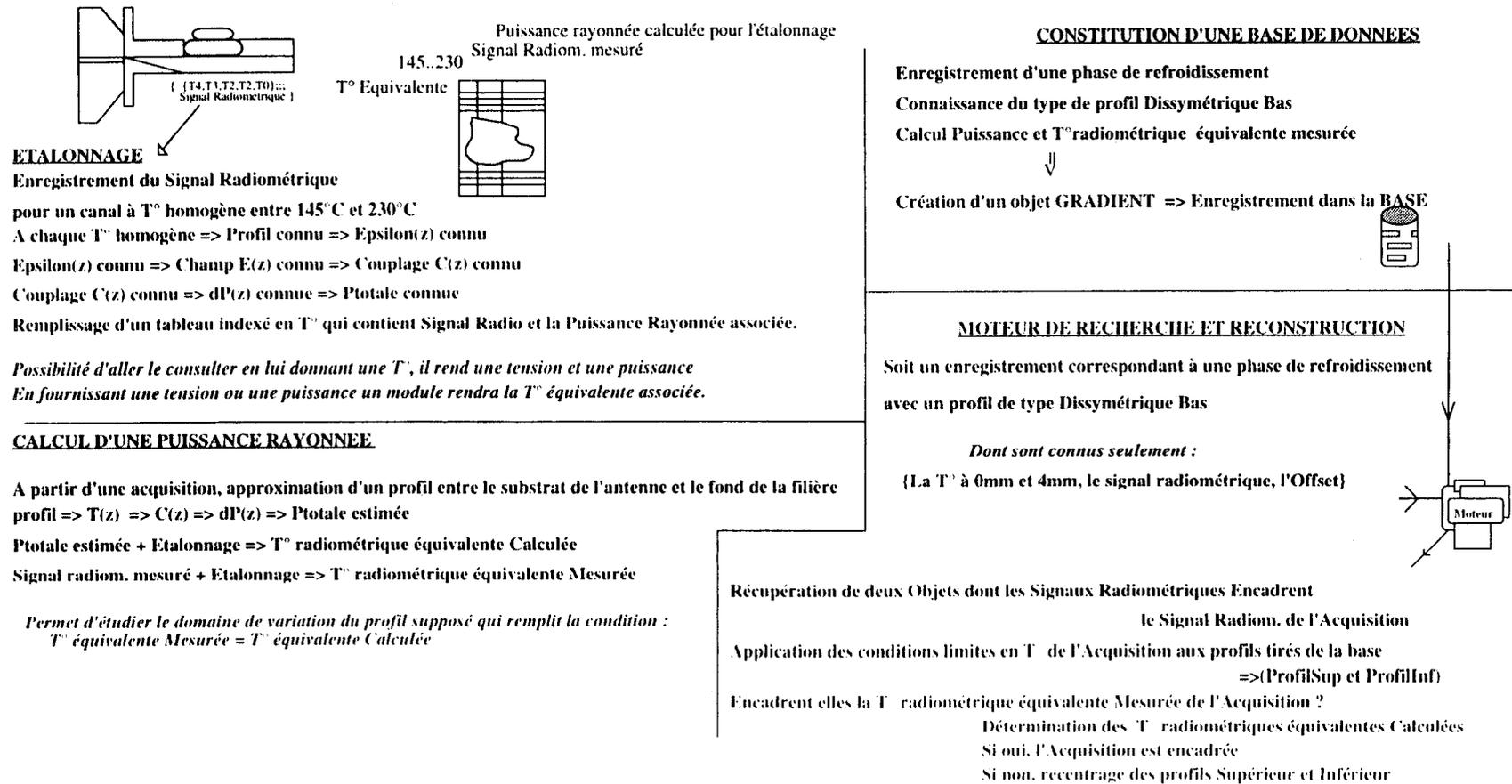
Le principe du logiciel de reconstruction de profils thermiques présenté ci-dessous intègre donc ces deux remarques essentielles.

4.7. DEVELOPPEMENT D'UN LOGICIEL DE RECONSTRUCTION DE PROFILS THERMIQUES.

Le logiciel de reconstruction de profils thermiques repose sur l'association de plusieurs éléments, d'une part des modules informatisés et d'autre part des données issues de l'acquisition de situations thermiques ayant fait l'objet d'acquisitions au sein du canal de la filière.

Le schéma de principe (figure [4.45]) montre les interconnexions des différents sous-ensembles constitutifs du système de reconstruction.

Les deux entités "BASE DE DONNEES" et "MOTEUR DE RECHERCHE" vont être décrites afin d'en établir la logique de fonctionnement dans l'ensemble des modules.



Figure[4.45]: Organisation générale des différents modules du système de reconstruction des gradients thermiques.

4.7.1. MODULE DE STOCKAGE DE PROFILS DE REFERENCE

Une base de données a été développée pour mémoriser un ensemble de données organisées sous la forme d'éléments informatiques représentant chacun :

- un profil thermique défini à partir des températures mesurées sur la filière instrumentée,
- un codage sur la nature géométrique du profil thermique (Symétrique. Dissymétrique) sachant qu'il s'agira toujours d'un profil présentant un seul maximum,
- la puissance et la température radiométrique équivalente déterminées par le logiciel de calcul de la puissance rayonnée,
- le signal radiométrique mesuré et associé au profil thermique considéré.

Profil.Allure={SY, DB, DH}
Profil.TempératureAltitude0mm={ 145..230}
Profil.TempératureAltitude1mm={ 145..230}
Profil.TempératureAltitude2mm={ 145..230}
Profil.TempératureAltitude3mm={ 145..230}
Profil.TempératureAltitude4mm={ 145..230}
Profil.Puissance={0..6.10⁻¹⁵}
Profil.TempératureRadiométriqueÉquivalenteCalculée==={ 145..230}
Profil.SignalRadiométrique={4..8 Volts}

Figure[4.46] Représentation d'un objet contenu dans la base de données "PROFIL".

Les profils thermiques stockés dans cette base de données, de type dissymétrique bas, sont représentés sur la figure [4.47]. L'écart maximale ΔT est compris entre 9°C et 6°C. La géométrie de ces profils de température correspond au refroidissement du polymère dans le canal de la filière.

La base de données "PROFIL" contient donc une collection de profils thermiques réels et mesurés in-situ pouvant être rappelés à volonté. Ainsi à la consultation de ces informations, il est possible de connaître le signal radiométrique mesuré associé à un profil thermique. La puissance rayonnée et la température radiométrique équivalente calculées par le logiciel ad-hoc sont immédiatement disponibles.

Un "moteur de recherche" utilisera cette base de données pour reconstituer le profil thermique inconnu.

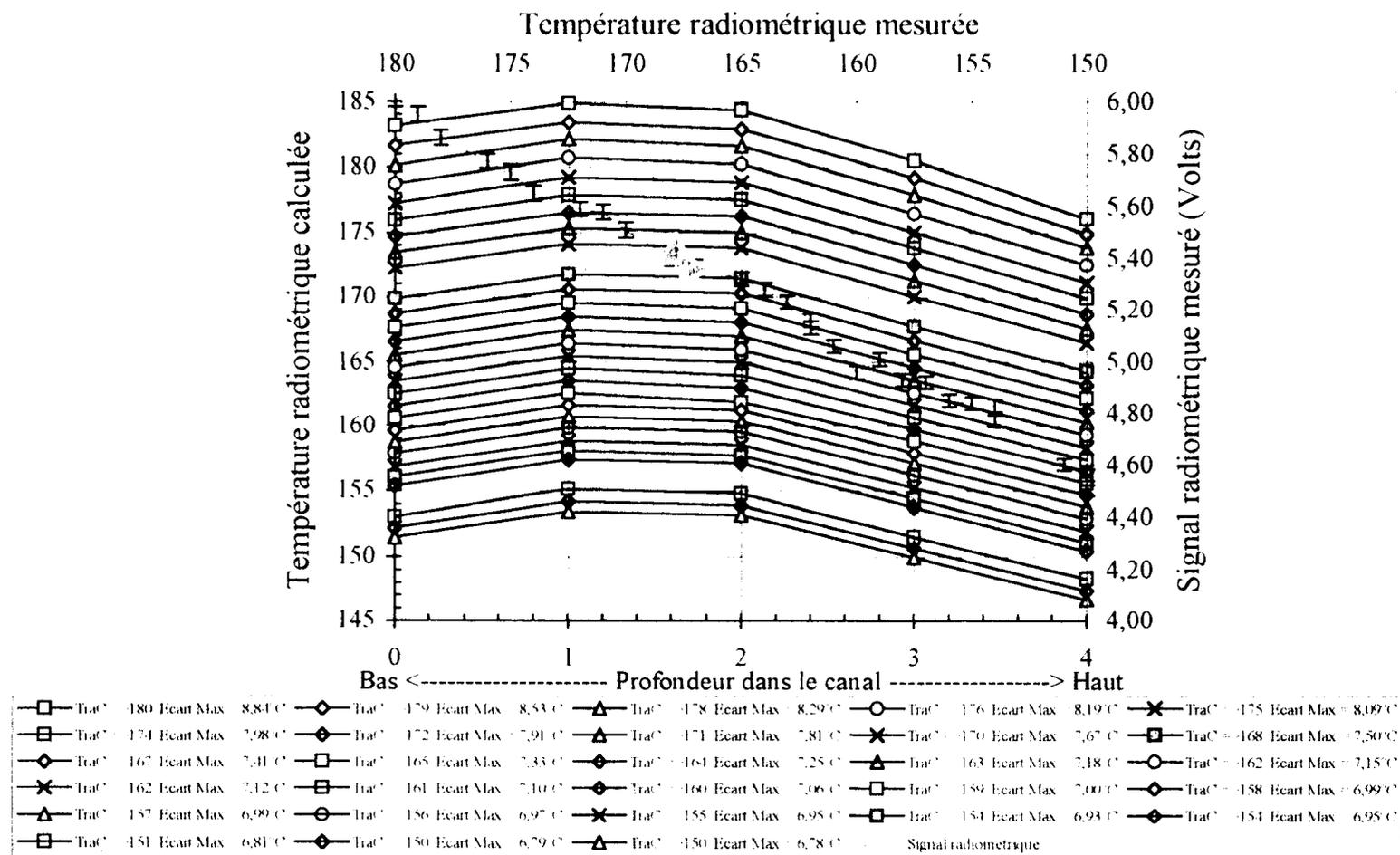


Figure 4.47: Représentation des différents profils thermiques correspondant à une phase de refroidissement du polymère dans la filière et stockés dans la base de données. Les valeurs des signaux radiométriques associés sont tracées avec une barre d'erreur à $\pm 5\%$.

4.7.2. MOTEUR DE RECHERCHE DANS LA BASE DE DONNEES "PROFIL".

L'utilisation de la base de données "PROFIL" s'effectue par l'intermédiaire d'un moteur de recherche dont les entrées sont constituées du code géométrique, des conditions aux limites en température du profil inconnu (Température aux altitudes 0 et 4 mm) ainsi que du signal radiométrique mesuré au même instant.

A partir de cet ensemble d'informations, le moteur de recherche consulte la base "PROFIL" pour en extraire deux enregistrements correspondant à deux gradients thermiques dont les signaux radiométriques respectifs encadrent celui du profil inconnu (ProfilInc).

En sortie de la base de données, le module dispose donc de deux objets "gradient" intitulés, EnregInf et EnregSup. En écriture informatique, cela peut se traduire par l'expression suivante:

$$EnregInf.SignalRadiométrique \leq ProfilInc.SignalRadiométrique \leq EnregSup.SignalRadiométrique \quad [4.10]$$

En greffant aux profils extraits de la base, les conditions aux limites du profil inconnu, on construit deux nouvelles entités, ProfilSup et ProfilInf (Figure[4.48]).

<p> ProfilInf.TempératureAltitude0mm = ProfilInc.TempératureAltitude0mm ProfilInf.TempératureAltitude1mm = EnregInf.TempératureAltitude1mm ProfilInf.TempératureAltitude2mm = EnregInf.TempératureAltitude2mm ProfilInf.TempératureAltitude3mm = EnregInf.TempératureAltitude3mm ProfilInf.TempératureAltitude4mm = ProfilInc.TempératureAltitude4mm </p> <p style="text-align: center;">et</p> <p> ProfilSup.TempératureAltitude0mm = ProfilInc.TempératureAltitude0mm ProfilSup.TempératureAltitude1mm = EnregSup.TempératureAltitude1mm ProfilSup.TempératureAltitude2mm = EnregSup.TempératureAltitude2mm ProfilSup.TempératureAltitude3mm = EnregSup.TempératureAltitude3mm ProfilSup.TempératureAltitude4mm = ProfilInc.TempératureAltitude4mm </p>

Figure[4.48] Constitution des profils ProfilInf et ProfilSup.

Pour chacun de ces deux objets, le moteur de recherche appellera le module de calcul de puissance rayonnée et de température radiométrique équivalente.

Désormais, le programme de reconstruction dispose de deux températures radiométriques équivalentes calculées et peut effectuer le test de convergence suivant:

$$\text{ProfilInf.TempératureRadiométriqueEquivalenteCalculée} \leq \text{ProfilInc.TempératureRadiométriqueEquivalenteCalculée} \pm 1$$

ou

$$\text{ProfilInc.TempératureRadiométriqueEquivalenteCalculée} \pm 1 \leq \text{ProfilSup.TempératureRadiométriqueEquivalenteCalculée}$$

[4.11]

Si la réponse à ce test logique s'avère positive, l'algorithme du programme considère que les deux profils thermiques définis par ProfilInf et ProfilSup encadrent le profil inconnu (± 1 sur la température radiométrique équivalente mesurée).

En cas de réponse négative, l'algorithme entreprend une série de tests afin de décider du choix à opérer sur la modification des trois températures centrales (1, 2 et 3 mm) des deux profils ProfilInf et ProfilSup. Enfin, après le calcul des températures radiométriques équivalentes associées, un nouveau test de convergence est réalisé.

Le principe et l'organisation du logiciel de reconstruction de profils thermiques a été testé et validé sur la dynamique du refroidissement d'un polymère disposé dans le canal de la filière.

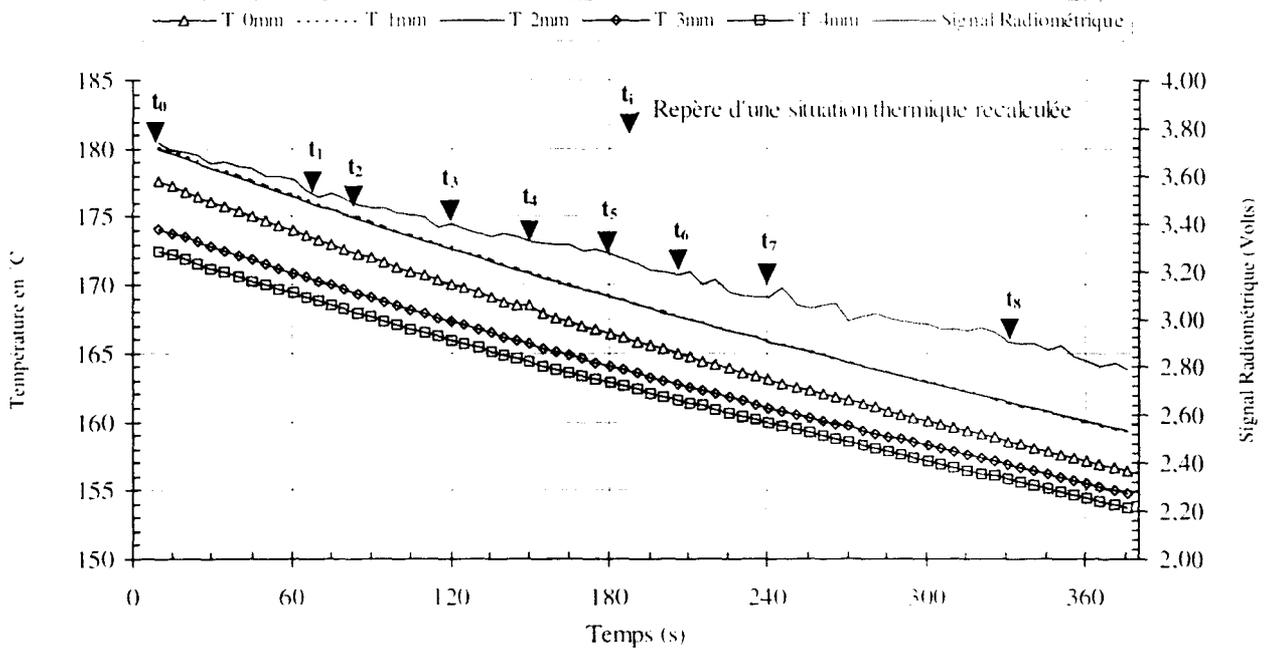
L'étude d'un refroidissement a été préférée à celle d'une montée en température car expérimentalement, les problèmes rencontrés sont moins complexes à résoudre. Néanmoins, la compréhension du phénomène de refroidissement dans les outillages est de première importance puisqu'il intervient systématiquement dans les procédés de transformation comme l'injection.

4.8. VALIDATION DU LOGICIEL DE RECONSTRUCTION

La base de données "PROFIL" a été chargée à partir de mesures réalisées sur des profils thermiques de type dissymétrique bas, et ce, pour des températures radiométriques équivalentes mesurées évoluant de 180°C à 150°C.

La validation du modèle global a consisté à simuler deux phases de refroidissement dont les caractéristiques ont été préalablement enregistrées, donc connues, et permettant ainsi une comparaison.

L'évolution dans le temps des températures au sein de la filière est représentée sur la figure [4.49].



Figure[4.49]: Enregistrement des différentes situations thermiques au cours du refroidissement

La simulation de la dynamique de refroidissement est effectuée sur un intervalle de temps de six minutes et vingt secondes.

La qualité de la reconstruction est évaluée à l'aide de neuf graphiques en couleurs tracés sur les planches 4.1 et 4.2.

Chacun de ces graphiques reprend les informations suivantes :

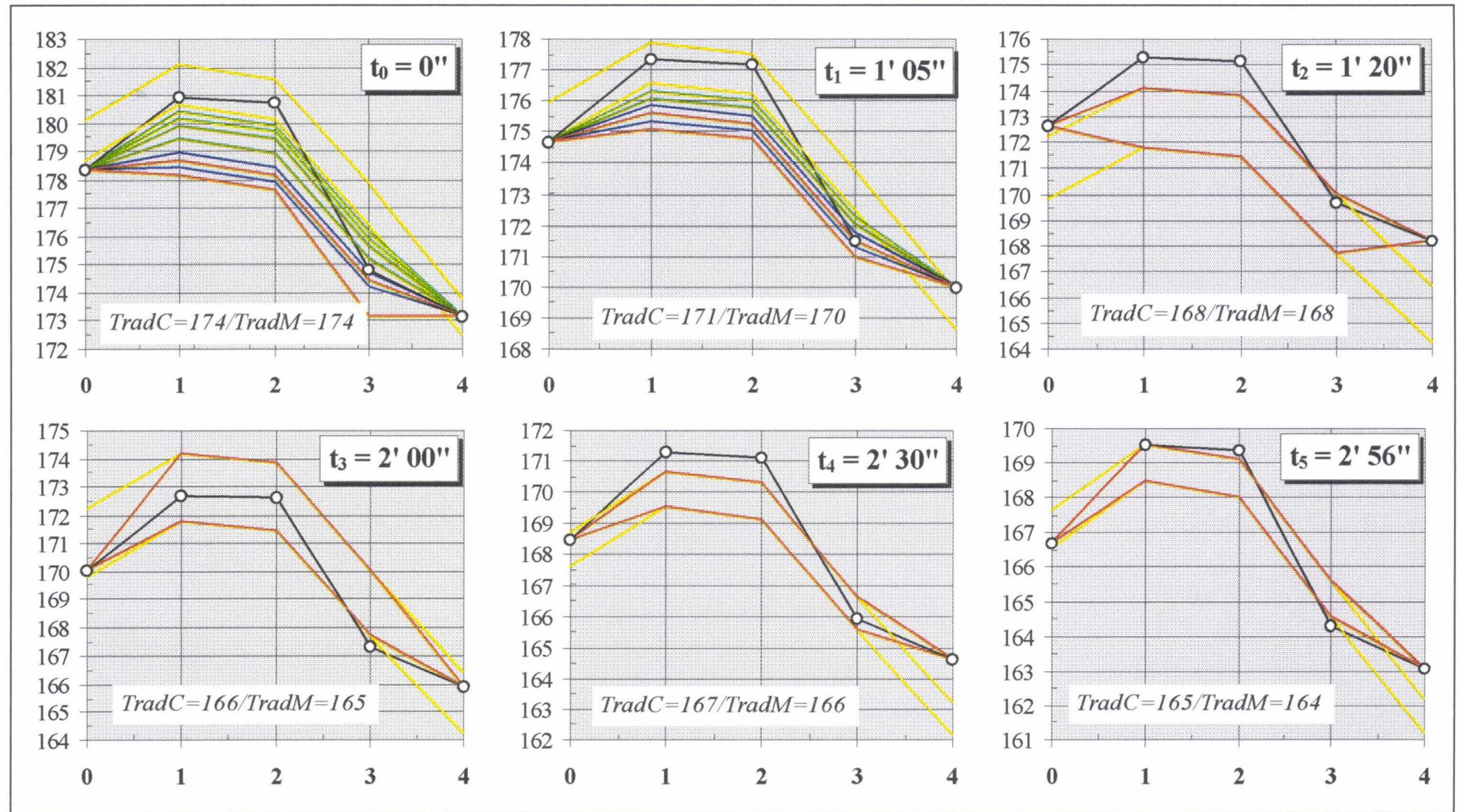
- le top horloge correspondant à l'acquisition,
- le profil réel mesuré à l'aide des cinq thermocouples (-o-),
- la température radiométrique équivalente mesurée, TradM,
- la température radiométrique équivalente calculée, TradC,
- les profils EnregInf et EnregSup extraits de la base de données "PROFIL".
- les profils ProfilInf et ProfilSup successivement construits par le moteur de recherche pendant la phase de convergence. Les profils qui encadrent, au sens de l'algorithme, le profil inconnu sont tracés en rouge.

Les résultats montrent que les solutions de l'algorithme sont très proches des points de mesure de température à l'altitude 3 mm.

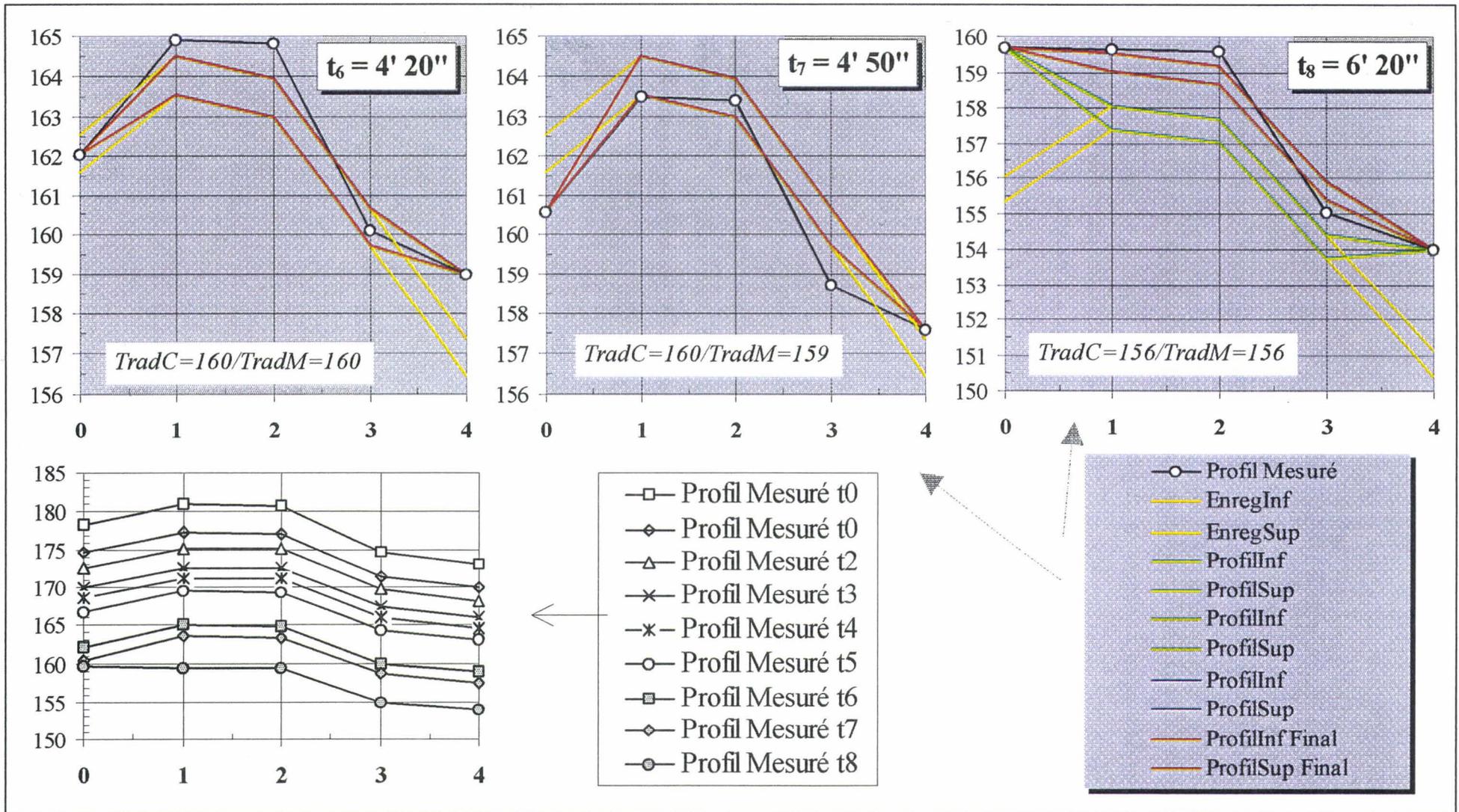
Cette observation s'explique par le fort taux de couplage antenne / milieu dissipatif qui existe dans la zone de l'interface hublot / polymère.

L'expérience montre que la précision des profils d'encadrement est une fonction croissante de l'enrichissement de la base de données "PROFIL".

L'encadrement de la solution est généralement obtenu au bout de 3 ou 4 itérations qui représentent un temps de calcul effectif de 5 à 6 secondes compatible avec une reconstruction en temps réel des phénomènes thermiques.



Planche[4.1]: Représentation de l'évolution au cours du temps de la dynamique de refroidissement mesurée et calculée.



Planche[4.2]: Représentation de l'évolution au cours du temps de la dynamique de refroidissement mesurée et calculée.

4.9. CONCLUSION

Les résultats obtenus avec le système informatisé de reconstruction de profil thermique démontrent les possibilités de la radiométrie micro-ondes dans les champs d'application que constituent les procédés de transformation des polymères et, en particulier celui de l'extrusion.

La reproductibilité et la sensibilité de la méthode ont été mesurées et contrôlées sur plusieurs cas représentant différentes situations thermiques.

S'agissant du domaine particulièrement sévère qu'est l'extrusion, l'influence de la température et de la pression ont été pris en compte en développant un système de contrôle de la température de l'antenne du radiomètre.

Les différents modules constitutifs de l'ensemble de reconstruction des profils thermiques au sein d'un écoulement de polymères ont été développés et testés dans de multiples configurations.

La reconstruction des gradients thermiques, in fine le but de ce travail, n'a été validé que sur des profils dont les allures étaient du type dissymétrique bas et pour des températures radiométriques équivalentes évoluant entre 180°C et 150°C. Toutefois, ces températures sont réalistes et sont fréquemment rencontrées dans le cadre des procédés de transformation du polyuréthane thermoplastique. La situation de validation correspond à la thermique du refroidissement d'un moule et plus particulièrement aux 75% du temps restant avant l'éjection de la pièce.

Les résultats obtenus sont encourageants pour l'étude des profils d'allure symétrique ou dissymétrique haut. Des améliorations pourraient être obtenues en adoptant un système informatique de reconstruction bidimensionnelle et un radiomètre à plusieurs fréquences de travail.

CHAPITRE 5

Conclusion générale.

5. Conclusion générale.

La maîtrise des procédés de transformation des polymères passe par la connaissance de la thermique associée. La technique permettant de mesurer un profil thermique au sein des outillages utilisés dans la plasturgie n'existe pas et la vérification des cartographies thermiques calculées par les modèles numériques d'écoulement de polymères n'est toujours pas possible.

L'étude bibliographique a montré qu'il n'existait pas de technique adaptée à la mesure de gradient de température et applicable aux procédés de transformation des polymères. Néanmoins, dans d'autres domaines tels que l'hyperthermie médicale ou bien encore l'industrie du textile, la radiométrie micro-ondes a apporté des réponses à ce type de problème. Il a donc été décidé d'investir cette nouvelle voie en commençant par une étude de faisabilité de la radiométrie micro-ondes appliquée aux polymères.

Les expériences développées dans cette première phase ont révélé l'aptitude des polymères polaires à émettre un signal électromagnétique dû au bruit thermique et détectable par un radiomètre dont la fréquence de travail est située dans la gamme des hyperfréquences. La polymérisation d'une résine phénolique est suivie par l'analyse du signal radiométrique généré pendant l'exothermie lors de la réaction chimique. Par ailleurs, il fut montré la possibilité d'utiliser le radiomètre en tant que contrasteur diélectrique.

A partir de ces résultats, un travail de fond en quatre étapes a été engagé pour mettre au point un système de reconstruction de profils thermiques au sein d'un écoulement de polymères.

Le rayonnement d'origine thermique émis par les matériaux et capté par un radiomètre est proportionnel à la température des matériaux et dépend fortement des caractéristiques diélectriques. Ces données n'étant pas ou peu décrites par la littérature spécialisée, le développement d'une méthode de mesure des caractéristiques diélectriques complexes des polymères à des températures comprises entre 20°C et 200°C et sur une bande de fréquences comprises entre 1 GHz et 8 GHz a donc été réalisé.

La méthode retenue est basée sur le principe d'une cellule coaxiale au standard APC7, équipée d'une régulation et d'une protection thermique. L'ensemble des résultats issus de cette campagne a permis de constituer une base de données des mesures portant sur plusieurs polymères commerciaux.

La radiométrie implique la définition d'une antenne capteur, objet de la deuxième étape. Celle-ci, réalisée en technologie dite d'antenne micro-ruban micro-fente, est centrée à 3.6 GHz, et adaptée aux matériaux à faibles pertes diélectriques tels que les polymères. Elle peut être disposée sur une filière plate d'extrudeuse industrielle. Ce travail a nécessité la conception d'un outillage équipé d'un canal d'écoulement thermiquement régulé et d'un hublot de quartz perméable au rayonnement électromagnétique pour les mesures radiométriques. La filière est instrumentée avec un ensemble de capteurs de température qui permet la mesure du profil thermique réellement développé dans l'épaisseur du canal [4 mm].

Une étude de la capabilité du système radiométrique développé a été entreprise pour évaluer le fonctionnement de l'antenne, la sensibilité de la mesure à l'effet de la pression hydrostatique dans le canal, le niveau de reproductibilité (mieux que 1% d'erreur relative) et la sensibilité de la méthode de mesure à des variations thermiques (mise en évidence de l'augmentation globale de l'amplitude de 3°C sur des profils thermiques dans l'écoulement dont la température moyenne se situe à 200°C).

Le développement d'un logiciel basé sur la résolution de l'équation de Helmholtz (en monodimensionnel) et tenant compte de la thermodépendance des caractéristiques diélectriques des polymères permet de déterminer pour un profil thermique donné, d'une part, une température radiométrique équivalente mesurée à partir du signal radiométrique associé et d'autre part, une température radiométrique équivalente calculée. Le code de calcul s'appuie sur l'utilisation conjointe d'un étalonnage, effectué entre 145°C et 230°C, et la détermination du couplage entre l'antenne et le milieu émissif.

La reconstruction de profils thermiques à partir des conditions aux limites que sont les informations de température des points situés de part et d'autre de l'épaisseur de l'écoulement de polymère associées au signal radiométrique recueilli a nécessité la constitution d'une base de données de référence d'éléments de type "gradient thermique".

La collecte des informations est tirée de mesures effectuées sur un canal en phase de refroidissement. Un moteur de recherche consulte la base de données avec pour entrées les conditions aux limites connues en températures aux lieux précités associées au signal radiométrique mesuré.

L'algorithme du code de calcul détermine après extraction dans la base "PROFIL" et par constructions successives deux profils qui encadrent assez finement le profil dont on cherche à connaître les températures en chaque point du maillage dans l'épaisseur du canal. Les profils ayant servis à la validation étaient d'allure géométrique connue (Dissymétrique Bas) et ne présentaient qu'un maximum.

Le logiciel de reconstruction a pu être validé sur un procédé industriel, en étudiant la dynamique de refroidissement d'un canal contenant un polyuréthane thermoplastique dont la température moyenne évolue entre 180°C et 145°C.

L'amélioration du dispositif et de la technique décrits dans ce travail passeront par l'utilisation des radiomètres de nouvelle génération récemment développés et permettant de travailler à plusieurs fréquences avec un zéro automatique. Les nouveaux radiomètres qui comportent deux températures internes de références présentent de grands avantages en termes de temps de calibration et d'indépendance du coefficient de réflexion à l'interface antenne/milieu [Dub 1996]. Ils devront être associés à des logiciels de reconstruction bidimensionnelle ou tridimensionnelle pour déterminer complètement les champs de températures dans le polymère.

Il est envisageable de considérer la possibilité de coupler le logiciel de calcul des températures radiométriques équivalentes avec la résolution de l'équation de la chaleur dans le milieu considéré dans l'optique d'améliorer l'algorithme de recherche du profil thermique inconnu.

Bibliographie

Agassant J.F., P. Avenas, J.Ph Sergent,La mise en forme des matières plastiques. Approche thermomécanique 2ème édition,Tec&Doc Lavoisier 1986.

Assice A., A. Priou,Contrôle non destructif par hyperfréquences.ONERA Cert DERMO Rapport 5/1333 MO Avril 1985.

Aussudre S., A.Priou,H.Jullien, M. Delmotte,Emploi des ondes électromagnétiques dans les techniques de réalisation de matériaux composites,La recherche aérospatiale année 1988 N°5 (Sept. Oct.) p 1-13.

Bellarbi L., A. Mamouni, J.C. van de Velde, Y. Leroy,Accurate localisation of thermal gradients in lossy materials by correlation microwave thermography.Electronics letters 10 may 1984 Vol 20 N°10 pp 430-431.

Bera J.,Contribution à la modélisation numérique et à la caractérisation expérimentale de structures plaquées rayonnantes de type patch par l'approche dans le domaine spectral,Thèse USTL Nov. 1990.

Bocquet B.,Contribution à l'exploitation de la radiométrie microonde.Thèse USTL Janvier 1989.

Bocquet B., Van de Velde J.C., Mamouni A., Leroy Y, Giaux G., Delannoy J, Delvalée D.,Microwave radiometric imaging at 3GHz for the exploration of breast tumors. IEEE Transactions Microwave theory and techniques, Vol 38, pp 791-793, 1990.

Bonte J.J.,Contribution à la caractérisation électromagnétique de nouveaux matériaux dans une large bande de fréquences.,Thèse USTL Juin 1990.

Boughriet A.,Caractérisation électromagnétique de matériaux solides et liquides dans la bande de fréquences 8.2-18 GHz en structure guide d'ondes rectangulaire..USTL Lille10/1992.

Byron R.B., W.E. Stewart, E.N. Lightfoot,Transport phenomena.Wiley international édition, 1959

Calamia M., E. Butta, V. Frosini,Use of the dielectrometer for the determination of the complex dielectric constant in the microwave region in organic high polymers at various temperatures..Journal of applied polymer science Vol 10 pp 1067-1088 (1966).

Camart J.C.,Contribution au développement de système d'hyperthermie interstitielle microonde contrôlée par radiométrie microonde: étude et réalisation d'antennes miniatures-application à la dosimétrie thermique.,USTL janvier 1993.

Camart J.C., Fabre, B. Prevost, M. Chivé,Hyperthermie interstitielle microonde contrôlée par radiomètre microonde multifréquence : reconstruction des champs de température. réseau d'antennes à phase variable..Innov. Techn. Biol. Med. Vol 13, n°5 1992.

Chen M., EJ. Siochi, TC. Ward, JE. Mc Grath,Basic ideas of microwave processing of polymers,Polymer engineering an science, mid september 1993 Vol 33 N° 17, pp 1110-1121.

Chen M., EJ. Siochi, TC. Ward, JE. Mc Grath, The dielectric behavior of glassy amorphous polymers at 2,45 GHz, Polymer engineering and science, mid september 1993 Vol 33 N°17, pp 1092-11109.

Chivé M., Use of microwave for hyperthermia monitoring and as basis for thermal dosimetry, Methods of hyperthermia control Reprint 1990 vol 3, pp 113-125.

Coelho R., B. Aladenize. Les diélectriques. Propriétés diélectriques des matériaux isolants. Traité des nouvelles technologies. HERMES 1993.

Cole RH, Berberian JG, Mashimo s., Chryssikos G., Burns A., Time domain reflection methods for dielectric measurements to 10GHz.. Jnal of applied Physics 1989 Vol 66 N° 2 pp 793-802.

Constant E., J. Vindevoghel, P.A. Rolland, Y. Leroy, M. Chivé. Les capteurs hyperfréquences, L'Onde Electrique Mars-avril 1994 Vol 74 N°2, pp 36-42.

Delmotte M., Elaboration sous microondes et caractérisation mécanique de matériaux composites à matrice organique., Bilan 1989-1991 CNRS (PIRSEM) ADEME EDF PSA RNU'R.

Dubois J.C., Propriétés diélectriques. Techniques de l'Ingénieur. A3140.

Dubois L., Contribution à l'étude des applicateurs en structure plaquée utilisée en hyperthermie microonde. détermination du diagramme de rayonnement en champ proche. thèse USTL Fév. 1991.

Dubois L., Bera J., Pribetich J., Chivé M., Theoretical and experimental determination of the power deposition on a microstrip-microslot applicator for biomedical applications. M.O.T.L., vol 4, N°4, Mar 1991.

Dubois L., Pribetich J., Fabre J.J., Chivé M. and Moschetto. Non invasive microwave multifrequency radiometry used in microwave hyperthermia for bidimensional reconstruction of temperature patterns, Int. J. Hyperthermia, vol 9, N°3, pp 415-431. 1993.

Dubois L., Sozanski J.P., Tessier V., Camard J.C., Fabre J.J., Pribetich J., Chivé M., Temperature Control and Thermal Dosimetry by Microwave Radiometry in Hyperthermia. IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol 44, N°10, pp 1755-1761, October 1996.

Enel L., Conception et exploitation de radiomètres microondes multisondes. Contribution à l'étude de faisabilité d'un scanner par TMO, thèse USTL Juillet 1985.

Enel L., J.C. van de Velde, A. Mamouni, M. Robillard, Thermographe microonde multisonde fonctionnant à deux fréquences. Innov. Tech. Biol. Medi. Vol. 6 N° 5 1985 pp 660-666.

Fabre J.J., Méthodes de calcul de signaux thermiques et possibilité de nouvelles utilisations de la thermographie microonde., Thèse USTL Sept. 1982.

- Frosini V., E. Butta, M. Calamia,** Dielectric behavior of some polar high polymers at ultra high frequencies (microwaves), *Journal of applied polymer science* Vol 11 pp 527-551 1967.
- Ganchev S.I., S. Bakhiari,** A novel numerical technique for dielectric measurement of generally lossy dielectrics, *IEEE Transactions on instrumentation and measurement* vol 41 n°3 june 1992 pp 361-365.
- Gardiol Fred,** *Hyperfréquences*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes 1984.
- Ghodgaonkar D.K., V.V. Varadan, V.K. Varadan,** Free-space measurement of complex permittivity and complex permeability of magnetic materials at microwave frequencies., *IEEE Transactions on instrumentation and measurement*, vol 39 n° 2 april 1990 pp 387-394.
- Ghodgaonkar D.K., V.V. Varadan, V.K. Varadan,** Free-space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies., *IEEE Transactions on instrumentation and measurement* vol 37 n°3 june 1989.
- Guiroy G.,** Propriétés diélectriques des polymères à l'état solide Thèse 1968 PARIS CNAM.
- Hajji N., J.E. Spruiell,** Radiation pyrometry on semi transparent sheets. I: Gray media, *Polymer engineering and science*, january 1994 vol 34 N°2 pp 116-121.
- Hajji N., J.E. Spruiell,** Radiation pyrometry on semi transparent sheets. II: Media with wavelength dependent absorption coefficient., *Polymer engineering and science*, january 1994, Vol 34 N°2 pp 122-127.
- Hajji N., J.E. Spruiell,** Radiometric temperature measurements on a sheet with a thermal gradient across its thickness., *ANTEC '92* p2576-2579.
- Isayev A.I., *Modeling of Polymer Processing Recent Developpement*. Hanser Publisher, 1991.
- Jinder Jo, Hawley MC, Finzel Mc, Asmussen Jr,** Microwave heating and dielectric diagnosis technique in a single-mode resonant cavity., *Review of scientific instruments* 1989 Vol 60 N°1 pp 96-103.
- Kroschiwtz J.I.** Encyclopedia Reprint Series .Electrical and electronic properties of polymers: a state-of-the-art compendium. *Electrical and electronic properties of polymers* John Wiley & Sons, 1989.
- Lafranche E.,** Influence du couplage des orientations et des contraintes internes sur la stabilité dimensionnelle des pièces injectées. Thèse USTL 1996.
- Lauer P.,** Radiométrie microonde par corrélation appliquée à la thermométrie de quadripôle dissipatifs, Thèse USTL Sept. 1988.
- Legrand C.,** Mesures automatiques des permittivités de matériaux isotropes ou anisotropes dans la gamme des microondes., DEA USTL Juillet 1982.

Legrand C., Mesures automatiques de permittivités, application à la caractérisation diélectrique de substances mésomorphes., Thèse USTL Juillet 1984.

Leroy Y., Radiométrie et Thermographie micro-ondes, Techniques de l'Ingénieur. R3030.

Leroy Y., A. Mamouni, J.C. van de Velde, B. Bocquet, B. Dujardin. Microwave radiometry for non-invasive thermometry. *Automedica* 1987 Vol 8 pp 181-202.

Leroy Y., J.C. van de Velde, A. Maouni, J.F. Rochas, B. Meyer. Thermométrie de matériaux en nappe par radiométrie microonde. *L'Onde Electrique* Janvier 1987 Vol 67 N° 1 pp 66-71.

Leroy Y., A. Mamouni, J.C. Van de Velde, M. Robillard, L. Enel. Applications de la radiométrie micro-onde au génie biomédical. *L'Onde Electrique* Janvier Février 1985 Vol 65 N° 1 pp 9-15.

Livi, G. Levita, P.A. Rolla. Dielectric behavior at microwave frequencies of an epoxy resin during. *Journal of applied polymer science* Vol. 50 1583-1590 (1993).

Losson J.M., *Japan Plastics*, 22-88 (1974).

Mamouni A., L. Bellarbi, J.C. van de Velde, Amélioration de l'analyse thermographique par radiométrie-microonde à corrélation. *Innov. Tech. Biol. Med.* Vol. 6 N° 2, 1985 pp 206-216.

Mamouni A., Y. Leroy, B. Bocquet, J.C. van de Velde, Computation of near-field microwave radiometric signals: definition and experimental verification. *IEEE Transactions on microwave theory and techniques* Vol 30 N° 1, January 1991 pp 124-132.

Mamouni A., Y. Leroy, J.C. van de Velde, L. Bellarbi, Principe de la thermographie microonde par corrélation. *Revue de physique appliquée* Vol 19 (1984) pp 265-275.

Mamouni A., J.C. Van De Velde, B. Bocquet, Y. Leroy, J.C. Sainson. Radiométrie micro-onde. Imagerie et capteurs. *L'Onde Electrique* Juillet aout 1990 pp 24-28.

Martinson T., T Sphicopoulos, F. Gardiol. Non destructive measurement of materials using a waveguide-fed series slot array. *IEEE Transaction on instrumentations and measurement* Vol IM-34 N° 3 September 1985 pp 422-426.

Mehri F., Etude d'une méthode de mesure de la conductivité complexe en microondes de films minces supraconducteurs à haute température critique. Thèse, USTL Lille 1994.

Miane J.L., M. Ech-Chaoui. Mesure de permittivités par un capteur coaxial (100 MHz-3 GHz) : étalonnage et précision. Etude d'un capteur diélectrique coaxial. *Revue des Composites et des matériaux avancés* Volume N° 2 1992 pp 115-127.

Milord B., Contribution à l'étude de l'antenne ligne à fente. *L'Onde électrique* janvier-février 1993 Vol 73 N° 1 p 53-58.

- Mizushino S., Abe K., Ohba H., Kondoh K.,** Multifrequency radiometry for medical applications, Int. Symp. Antennas and Propagation, Sept. 24-27 1996 Chiba, Japan.
- Ni E.,** An uncertainty analysis for the measurement of intrinsic properties of materials by the combined transmission-reflection method, IEEE Transactions on instrumentation and measurement, vol 41, n°4, aug.1992 pp 495-499.
- Nougier J.P.,** Méthodes de calcul numérique 3ème édition, MASSON 1989.
- Obendrauf W., Kukla C., Langecker R., Leoben/Austria,** Quick Measurement of Temperature with IR Sensors, Kunststoffe German Plastics '93 (1993) 12 pp 971-974.
- Outifa L.,** Contribution au génie de l'élaboration par micro-ondes de matériaux composites à matrice polymère de dimension supérieures à la longueur d'ondes., Th Univ. P.&M. Curie 1992.
- Pittman J.F., Sander R.,** Thermal effect in Extrusion: Slit Dies, Int. Polymer Processing, Vol 9-4, p326-345, 1994.
- Rao N.,** Elements of engineering electromagnetics. Fourth edition, Prentice Hall, 1989.
- Robillard M.,** Contribution à l'étude des sondes et à la reconnaissance d'objet thermique par thermographie microonde, thèse USTL nov. 1981.
- Roussy,** comité français de l'électricité, Microondes et hautes fréquences Vol I, CFE Congrès international Nice 8-10 octobre 1991.
- Saavedra V., M. Lesca, R. Bagnaud,** Mesures hyperfréquences large-bande de matériaux à hautes température, Journées d'études de caractérisation microonde des matériaux Arcachon Oct. 1992 pp 1-4.
- Sabouroux P., Parneix JP,** Modélisation et caractérisation de matériaux absorbants dans le domaine des hyperfréquences., 1992-06 Thèse Université de Bordeaux 1.
- Saed M.A., S.M. Riad, A.E. Riad,** Wide-Band Measurement of the complex permittivity of dielectric materials using a wide-band cavity, IEEE Transaction on instrumentation and measurement vol 38 n°2 April 1989.
- Silinski B., C. Kuzmycz, A. Gourdenne,** Synthesis under microwaves (2.45 GHz) of polyurethane polymers-I, European polymer journal Vol 23 pp 273-277 1987.
- Thuéry J.,** Les micro-ondes et leurs effets sur la matière., Tec&Doc Lavoisier ISBN 2-85206-544-4, 1989.
- Vanloot D.,** Contribution à l'étude et à la réalisation d'un dispositif de traitement du signal optimum pour des systèmes radiométriques: Application au radiomètre de zéro automatique, Thèse de Docteur Ingénieur, Lille, Mai 1987.

Von **Hippel** A.R.,Molecular Science and Molecular Engineering,Chapman & Hall, Ltd., London 1970.

Van de **Velde** J.C., D. Matton, Y. Leroy, A. Mamouni,Short range telemetric sensors using microwave correlators,15ème European Microwave Conference Paris September 1985 pp 376-381.

Van **Krevelen** D.W.,Properties of polymers. Their estimation and correlation with chemical structure.,ELSEVIER.1989.

Vergnes B., Modélisation de l'écoulement d'un polymère dans une filière de câblerie. Thèse Dr. Ing. ENSMP 11/1979.

Winter H.H., Polymer Engineering and Science, Vol 15, 84-89, 1975.

