



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

Faculté des Sciences et Techniques - UFR Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés
École Doctorale EMMA (Énergétique, Mécanique, MATériaux) - ED 409
Département de Formation Doctorale : Mécanique Énergétique

THÈSE

soutenue publiquement le 9 décembre 2008

présentée pour l'obtention du

Doctorat de l'Université Henri Poincaré – Nancy 1
en Mécanique et Énergétique

par

Laëtitia SOUDRE

Étude numérique et expérimentale du thermoformage d'une plaque de verre

Composition du jury

<i>Président :</i>	P. Lybaert	Professeur, FPMs, Faculté Polytechnique de Mons, Belgique
<i>Rapporteurs :</i>	J.-P. Caltagirone	Professeur, TREFLE Université de Bordeaux 1, CNRS
	D. Locheignies	Professeur, LAMIH, Université de Valenciennes
<i>Examineurs :</i>	B. Tran	Responsable groupe Modélisation des Procédés Industriels, SGR
<i>Directeurs de thèse :</i>	G. Jeandel	Professeur, LEMTA Nancy-Université, CNRS
	Y. Meshaka	Maître de conférences, LSGS Nancy-Université, CNRS
	F. Asllanaj	Chargé de recherches CNRS, LEMTA Nancy-Université, CNRS
<i>Invités :</i>	D. Garcia	Directeur du CERFAV

Faculté des Sciences et Techniques - UFR Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés
École Doctorale EMMA (Énergétique, Mécanique, MATériaux) - ED 409

THÈSE

soutenue publiquement le 9 décembre 2008

présentée pour l'obtention du

**Doctorat de l'Université Henri Poincaré – Nancy 1
en Mécanique et Énergétique**

par

Laëtitia SOUDRE

Étude numérique et expérimentale du thermoformage d'une plaque de verre

Composition du jury

<i>Président :</i>	P. Lybaert	Professeur, FPMs, Faculté Polytechnique de Mons, Belgique
<i>Rapporteurs :</i>	J.-P. Caltagirone	Professeur, TREFLE Université de Bordeaux 1, CNRS
	D. Lohegny	Professeur, LAMIH, Université de Valenciennes
<i>Examineurs :</i>	B. Tran	Responsable groupe Modélisation des Procédés Industriels, SGR
<i>Directeurs de thèse :</i>	G. Jeandel	Professeur, LEMTA Nancy-Université, CNRS
	Y. Meshaka	Maître de conférences, LSGS Nancy-Université, CNRS
	F. Asllanaj	Chargé de recherches CNRS, LEMTA Nancy-Université, CNRS
<i>Invités :</i>	D. Garcia	Directeur du CERFAV

Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée – Faculté des Sciences et Techniques - BP 239 - 54506 Vandœuvre-lès-Nancy

Laboratoire de Science et Génie des Surfaces – École Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux (EEIGM) - BP 630 - 54010 Nancy

Remerciements

Ce travail de recherche a été effectué au sein du Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée (LEMTA - UMR 7563), dans l'équipe de la faculté des sciences et techniques de Nancy, en co-tutelle avec l'équipe matériau basée à l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux (EEIGM) du Laboratoire de Science et Génie des Surfaces (LSGS - UMR 7570). Aussi mes premiers remerciements vont à l'équipe d'encadrement de cette thèse ainsi qu'à la direction des laboratoires d'accueil, des équipes de recherche et de l'EEIGM pour mes conditions de travail excellentes au cours de ces trois ans.

Le professeur Paul Lybaert m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse et je l'en remercie. J'exprime également toute ma gratitude aux professeurs Jean-Paul Caltagirone et Dominique Lochegnies pour avoir porté un regard critique sur mon mémoire en tant que rapporteurs et pour les échanges constructifs qui en sont ressortis. Je suis en particulier très sensible à l'honneur que m'a fait Monsieur Binh Tran d'avoir bien voulu participer à mon jury de thèse et d'avoir examiné mon travail. Je remercie également le directeur du CERFAV pour avoir suivi mes travaux jusqu'à leur présentation avec grand intérêt, ainsi que le personnel du CERFAV qui a pris part à l'étude : Olivier, Christine, Marie-Alice, Philippe et tous les autres.

Je remercie Yves et Gérard pour leurs rôles d'encadrant de qualité au travers de conseils avisés, de l'intérêt qu'ils n'ont cessé de porter à ce travail, de leur ouverture d'esprit, leur curiosité scientifique... Gérard merci pour votre calme, votre soutien et vos paroles réconfortantes. Les mots me manquent pour exprimer ma reconnaissance à Yves pour sa disponibilité, son investissement dans ce travail et son humour très à propos dans les moments difficiles de doutes. À eux deux, ils ont rendu l'aboutissement de cette thèse possible. Gilles merci pour ton investissement totalement désintéressé, ma thèse t'a pris du temps sans que tu n'apparaisses dans la « team » d'encadrement, pour tout ça et pour ton amitié merci.

Je souhaite également témoigner toute ma sympathie aux membres des équipes avec lesquels j'ai travaillé dans une excellente ambiance tant à la faculté des sciences qu'à l'EEIGM, les personnels techniques, informatiques et administratifs des laboratoires ou de l'école. Un grand merci à toutes ces personnes de l'EEIGM (tous étages confondus) qui m'ont aidé à donner naissance au banc expérimental, qui m'ont dépannée, soutenue, aidée, et qui ont permis des moments de détente et des discussions qui donnent à l'esprit l'occasion de faire une pause pour mieux se remettre au travail. Merci également au CRITT Holo3 pour le support technique, avec une pensée toute particulière pour Vincent que j'ai harcelé pendant de long mois.

Je remercie également les volontaires non-encadrants pour la relecture de ce mémoire, leur patience, leurs conseils précieux : Zoubir, Vincent, Anthony, Sébastien et Gilles.

J'adresse une pensée toute particulière et mes plus humbles remerciements à mes parents pour m'avoir soutenue, donnée les moyens et aimée durant toute ma vie et en particulier pendant ces trois années difficiles. Ils n'ont jamais douté de moi et ça n'a pas de prix.

Un grand merci à Mimi, Aurélie, Christine, Philippe, Loulou, Aude, Anthony et Florianne, Gilles et tous les autres pour leur amitié, leur soutien source de réconfort intarissable.

Sébastien, je crois qu'il n'y a pas de mots pouvant exprimer ma reconnaissance pour ton soutien, ta bonne humeur, ton enthousiasme, ton investissement, pour m'avoir donné ta vision des choses, pour ton aide, pour les heures passées sur ce travail à la maison. Tu m'as inondée d'amour, soutenue, aidée dans les moments difficiles, sache juste que je t'aime.

Enfin, je dédie ce travail à tous : famille et amis ; plus particulièrement à ceux qui ne sont plus là, mais qui auraient été fiers des fruits de mon travail qui n'existerait pas sans le soutien et l'amour de mes proches.

Vandœuvre lès Nancy - le 9 décembre 2008



Laëtitia Soudre

Table des matières

Liste des figures	v
Liste des tableaux	xi
Notations	xiii
Introduction	1
I Théorie et modèles	13
Chapitre 1 — Modèle mécanique	15
1.1 Description générale	15
1.1.1 Conservation de la masse	15
1.1.2 Loi fondamentale de la dynamique	16
1.1.3 Conditions aux limites	16
1.1.4 Résolution mathématique	17
1.2 Lois de comportement mécanique	17
1.2.1 Comportement à basse température (inférieure à 400°C)	17
1.2.2 Comportement à haute température (supérieure à 650°C)	21
1.2.3 Comportement aux températures intermédiaires (comprises entre 400 et 700°C)	22
1.2.4 Modélisation des fonctions noyaux	24
1.2.5 Effet de la température : thermoviscoélasticité	34
1.3 Conclusion	38
Chapitre 2 — Modèle thermique	39
2.1 Généralités	39
2.1.1 Description du transfert de chaleur	39
2.1.2 Vocabulaire et définitions	41
2.2 Équations régissant les transferts thermiques	45
2.2.1 L'Équation de Transfert Radiatif, ETR	45
2.2.2 L'équation de conservation de l'énergie	46
2.2.3 Couplage de la conduction avec le rayonnement	47
2.3 Conditions aux limites	47
2.3.1 Caractéristiques radiatives d'une surface	47
2.3.2 Conditions aux limites radiatives	49
2.3.3 Conditions aux limites thermiques	50
2.4 Conclusion	51

Chapitre 3 — Paramètres de modélisation : détermination expérimentale et données bibliographiques	53
3.1 Composition chimique du verre étudié	54
3.1.1 Bibliographie sur du verre silico-sodo-calcique	54
3.1.2 Résultats des essais sur la microsonde de Castaing	54
3.2 Paramètres d'élasticité : module d'Young et coefficient de Poisson	56
3.2.1 Influence de la température	56
3.2.2 Détermination expérimentale	56
3.3 Coefficients de dilatation	58
3.3.1 Détermination expérimentale	58
3.3.2 Données bibliographiques	63
3.4 Coefficient de chaleur massique - capacité calorifique	63
3.5 Conductivité thermique	64
3.6 Viscosité	65
3.6.1 Influence de la température	65
3.6.2 Détermination expérimentale	66
3.6.3 Valeurs bibliographiques à disposition	66
3.7 Coefficients du modèle viscoélastique	68
3.8 Coefficients du modèle de Narayanaswamy	68
3.9 Masse volumique	70
3.9.1 Données à notre disposition	70
3.9.2 Détermination expérimentale	70
3.10 Propriétés optiques	70
 II Simulation numérique	 73
Introduction	75
 Chapitre 4 — Développement numérique mécanique	 77
4.1 Étude isotherme	78
4.1.1 Présentation du cas traité	78
4.1.2 Résultats	80
4.2 Étude thermomécanique : couplage de la mécanique avec la conduction	82
4.2.1 Présentation du cas traité	82
4.2.2 Résultats	85
4.3 Conclusion	89
 Chapitre 5 — Développement numérique thermique	 91
5.1 Présentation des outils numériques	91
5.1.1 Le code radiatif RAD2D	91
5.1.2 Le module thermique de MSC MARC©	93
5.1.3 Implémentation du code radiatif RAD2D au sein de MSC MARC©	93
5.2 Validation numérique au travers de quelques cas tests	94
5.2.1 Application à un milieu gris bordé par des frontières opaques à réflexions diffuses	94
5.2.2 Application au verre : étude des fours verriers	97
5.2.3 Application à une plaque de thermoformage	101
5.3 Conclusion	106

III Étude expérimentale et comparaison avec les résultats numériques	107
Introduction	109
Chapitre 6 — Dispositifs et techniques de mesure	111
6.1 Le four	111
6.2 Systèmes et techniques de mesures existants	111
6.2.1 Objectifs et contraintes	111
6.2.2 Caractérisation thermique	112
6.2.3 Caractérisation mécanique	113
6.3 Méthodes de mesures employées	114
6.3.1 Système de mesure de température sans contact	114
6.3.2 Mesure du déplacement transverse	118
6.3.3 Mesure de déplacement 3D	122
6.4 Conclusion	122
Chapitre 7 — Description du banc expérimental	123
7.1 Four modifié	123
7.2 Hublots et fenêtres de mesure	125
7.3 Support des instruments	127
7.3.1 Mire de calibrage et support	129
7.3.2 Mise en place de la mesure de déplacement transverse	131
7.4 Étalonnage du système de mesure du déplacement transverse en fonction de la température	132
7.5 Mesure de température	134
7.5.1 Montage expérimental	134
7.5.2 Stabilisation en température	134
7.5.3 Correction d'uniformité	135
7.5.4 Étalonnage	136
7.6 Conclusion	137
Chapitre 8 — Caractérisation du four	139
8.1 Caractérisation en température du four	139
8.1.1 Cartographie horizontale de température	139
8.1.2 Température sur une ligne verticale centrale	144
8.2 Évaluation du rayonnement provenant des résistances	146
8.2.1 Mesure de flux	146
8.2.2 Spectrométrie	148
8.3 Conclusion	151
Chapitre 9 — Résultats expérimentaux	153
9.1 Cas étudié	153
9.2 Présentation des résultats	154
9.3 Conclusion	161
Conclusion et perspectives	163
Références	165

Annexes	172
Chapitre A — Etablissement de l'ETR	173
Chapitre B — Etablissement de l'équation de conservation de l'énergie	177
Chapitre C — Données du fabricant	179
Chapitre D — Résolution de l'ETR par la méthode des volumes finis	181
D.1 L'Equation du Transfert Radiatif en milieu gris	181
D.2 Discrétisation angulaire	182
D.3 Discrétisation spatiale	183
D.4 Résolution de l'ETR	185
D.4.1 Principe de la méthode numérique	185
D.4.2 Relations de fermeture	187
D.4.3 Résolution du système d'équations	189
D.5 Problème thermique adimensionné	190
D.5.1 Equation de la chaleur adimensionnée	190
D.5.2 ETR adimensionnée	191
Chapitre E — Propriétés optiques du verre	193
E.1 Montage expérimental	193
E.2 Mesures en réflexion	195
E.3 Mesures et détermination d'émissivité	196
E.3.1 Mode opératoire	196
E.3.2 Détermination de la température de l'échantillon	198
E.3.3 Calcul de l'émissivité	199
E.4 Calcul des indices optiques	199
E.4.1 Indices optiques	199
E.4.2 Relation de Kramers-Krönig	201
Chapitre F — Filtres optiques	203

Liste des figures

1	Schéma simplifié de trois cas classiques en thermoformage : sur moule concave, par pesanteur et sur moule convexe (Beveridge <i>et al.</i> , 2005)	3
2	Exemples de pièces thermoformées	4
3	Courbe de viscosité d'un verre silico-sodocalcique en fonction de la température, Zarzycki (1982)	5
4	Schéma du cycle thermique de consigne du régulateur	7
5	Schéma simplifié des problèmes fréquemment rencontrés en thermoformage d'après Lindenlaub (1982).	8
1.1	Schéma d'un essai de traction uniaxiale - propriétés élastiques	18
1.2	Paramètres d'élasticité en fonction de la température pour un verre Saint-Gobain silico-sodo-calcique, obtenues expérimentalement par méthode de Brillouin à hautes fréquences (Van Iseghem, 2000)	20
1.3	Représentation analogique d'un solide hookéen ou élastique parfait	24
1.4	Représentation analogique d'un fluide newtonien encore appelé solide visqueux	24
1.5	Évolution schématique du module de cisaillement en fluage et relaxation, d'après Duffrene (1994)	25
1.6	Évolution schématique du module de pression hydrostatique en fluage et relaxation (Duffrene, 1994)	26
1.7	Schéma analogique du modèle de Maxwell	27
1.8	Modèle de Maxwell : modules de fluage et de relaxation normalisés	28
1.9	Schéma analogique du modèle de Kelvin-Voigt	28
1.10	Modèle de Kelvin-Voigt : modules de fluage et de relaxation normalisés	29
1.11	Schémas analogiques des modèles de Zener et Poynting-Thomson	29
1.12	Modèle de Zener : modules de fluage et de relaxation normalisés	30
1.13	Schéma analogique de Maxwell double	31
1.14	Schéma analogique de Burger	31
1.15	Modèle de Burger : modules de fluage et de relaxation normalisés	32
1.16	Schéma d'un modèle de Maxwell généralisé	33
1.17	Schéma d'un Burger généralisé	33
1.18	Représentation de modules de relaxation normalisés à différentes températures en fonction du temps, d'après Kurkjian (1963)	34
1.19	Représentation de modules de relaxation normalisés après application de la fonction décalage ϕ à la température de référence de 473°C en fonction du temps réduit ξ	35
1.20	Représentation du module de cisaillement du verre au cours du temps obtenue pour un essai de fluage à différentes températures	36
1.21	Courbe représentative de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la structure du verre - représentation du volume spécifique en fonction de la température, d'après Guillemet et Barton (2005)	37

2.1	Évolution de la luminance du corps noir en fonction de la longueur d'onde et de la température du corps	40
2.2	Bilan de flux pour un milieu semi-transparent	42
2.3	Définition d'un angle solide	43
2.4	Définition de la luminance monochromatique	44
2.5	Variation de la luminance à travers un cylindre	45
2.6	Bilan de luminance pour une interface semi-transparente	48
3.1	Caractérisation des propriétés élastiques par ultrasons	57
3.2	Deux exemples de signal mesuré	58
3.3	Schéma de principe de mesure de dilatométrie	59
3.4	Le dispositif de dilatométrie de l'EEIGM	60
3.5	Résultats de nos essais de dilatométrie sur un verre ayant subi différents recuits	61
3.6	Résultats sur un verre recuit (24h à 470°C)	62
3.7	Courbes du coefficient de chaleur massique c_p en fonction de la température tracées à partir des résultats bibliographiques	64
3.8	Courbes de la conductivité thermique k_{cond} en fonction de la température tracées à partir des résultats bibliographiques	65
3.9	Influence de la composition chimique du verre sur la courbe viscosité-température d'après Scholze (1980)	66
3.10	Courbes traçant le logarithme de la viscosité η en fonction de la température tracées à partir des résultats bibliographiques	67
3.11	Coefficient d'absorption spectral des verres clair et vert	71
3.12	Courbes caractéristiques de l'émissivité en fonction de la température et de la longueur d'onde pour un verre silico-sodo-calcique blanc « float », utilisées en thermoformage	72
3.13	Géométrie du problème	75
3.14	Schéma du cycle de thermoformage imposé au four pour cette étude	76
4.1	Maillage utilisé pour la simulation du thermoformage	78
4.2	Chargement thermique imposé avec indication des temps d'observations	79
4.3	Visualisation de la déformation de la structure complète aux instants d'observation, les positions sont données en mètre	81
4.4	Visualisation du nœud étudié sur la structure maillée	82
4.5	Comparaison de la structure déformée obtenus avec quatre des modèles viscoélastique et rigide-plastique sur 6 temps caractéristiques, les positions sont données en mètre	83
4.6	Comparaison du déplacement vertical de P en fonction du temps pour tous les modèles sur 12000s	84
4.7	Déplacement du nœud P en fonction du temps pour les modèles V1 et R1 sur la durée complète du procédé	84
4.8	Schéma comparant la déformation théorique des modèles R1 et V1	85
4.9	Températures mesurées sur les faces inférieure et supérieure et dans l'air suite au chargement de la figure 3.14	86
4.10	Visualisation de la déformation de la structure complète aux instants d'observation, les positions sont données en mètre	87
4.11	Comparaison du déplacement vertical du nœud P en fonction du temps pour modèle V5 avec et sans conduction	87
4.12	Comparaison de la structure déformée du modèle V5 avec et sans couplage conducto-mécanique sur 6 temps caractéristiques, les positions sont données en mètre	88
5.1	Organigramme descriptif du code radiatif	92

5.2	Organigramme descriptif du couplage thermique sous MSC MARC©	94
5.3	Présentation du cas traité	95
5.4	Évolution de la température le long de la ligne centrale (en $x=0,5$) à différents instants pour $N=0,01$	96
5.5	Conditions aux limites radiatives et thermiques dans un four verrier - extrait de Berour (2005)	97
5.6	Comparaison des flux radiatifs à différents instants	99
5.7	Comparaison des flux totaux à différents instants	100
5.8	Comparaison des températures sur la ligne médiane à différents instants	100
5.9	Caractéristiques de la plaque de verre de 6mm utilisée pour le thermoformage en conduction-rayonnement sans déformation mécanique	101
5.10	Température de gaz chaud imposé au verre	102
5.12	Profils de température sur une ligne verticale (médiane ou face latérale) à différents incréments	102
5.11	Champ de température dans le verre à différents instants	103
5.13	Profil du flux conductif le long de la médiane à différents incréments	104
5.14	Evaluation de la part radiative	105
6.1	Quelques fours classiques de thermoformage	112
6.2	Comparaison du signal caméra normalisé en % lors de la montée en température du CN	116
6.3	Comparaison des courbes de température du CN et du signal caméra en UA pour de variations de la température du CN de l'ordre de 5°C	116
6.4	Comparaison des courbes de température du CN et du signal caméra en UA pour de faibles variations de la température du CN	117
6.5	Photo de la caméra IR choisie	117
6.6	Relation entre la phase ϕ et le déplacement en z	119
6.7	Étapes de réalisation d'une mesure de déplacement transverse	121
6.8	Le motif de la mire de calibrage pour la mesure de déplacement transverse - cotes en mm	121
7.1	Le four standard FC75	123
7.2	Le four modifié	124
7.3	Schéma des hublots	125
7.4	Coefficient de transmission T% de la silice, de ZnSe, BaF ₂ et CaF ₂ en fonction de la longueur d'onde en μm	126
7.5	Coefficient de transmission T% et luminance du corps noir transmise au travers du filtre passe bande en fonction de la longueur d'onde en μm	127
7.6	Coefficient de transmission T% des filtres optiques en fonction de la longueur d'onde en μm	127
7.7	Le cadre en profilé aluminium qui sert de châssis	128
7.8	Support des instruments de mesures	128
7.9	Le système de déplacement de l'ensemble des instruments de mesure	129
7.10	La mire en réfractaire	130
7.11	Support de la mire de calibrage	131
7.12	Présentation du système complet de déplacement de la mire	131
7.13	Courbes de réflexion du rayonnement IR sur une plaque de verre enduite de plusieurs couches d'oxydes	132
7.14	Variation de la cote Z avec la température sur un plan fixe	133
7.15	Ecart entre les variations de la figure 7.14 aux deux hauteurs z_{mini} et z_{maxi} en fonction de la température	133
7.16	Illustration du montage de caractérisation de la caméra IR	135

7.17	Stabilité du signal de la caméra IR en fonction du temps	136
7.18	Courbe d'étalonnage de la caméra IR	137
8.1	Dispositif de cartographie horizontale de température du four à vide	139
8.2	Température moyenne sondes Enitherm	140
8.3	Cartes des températures absolues à $z=115$ mm ou 40 mm selon la référence pour différents instants	142
8.4	Cartes des écarts de température à la consigne Enitherm à $z=115$ mm pour différents instants	143
8.5	Dispositif de cartographie verticale de température du four à vide	144
8.6	Dispositif de cartographie verticale de température du four en présence du moule	144
8.7	Profil des écarts de température le long d'une ligne centrale verticale du four vide en fonction du temps par rapport à une référence arbitraire $z_{\text{réf}} = 116\text{mm}$	145
8.8	Profil des écarts de température le long d'une ligne centrale verticale du four en présence du moule en fonction du temps par rapport à une référence arbitraire $z_{\text{réf}} = 120\text{mm}$	145
8.9	Photos du montage de mesure de flux	147
8.10	Courbes de flux et températures du four et du capteur en fonction du temps . . .	147
8.11	Montage pour la spectrométrie	149
8.12	Éléments placés dans le four pour la mesure	149
8.13	Flux spectral à différents instants lors de la montée en température en fonction du nombre d'onde pour une température de consigne de 400°C	151
8.14	Flux total obtenu par le fluxmètre et le spectromètre pour une consigne de 400°C	151
9.1	Description du cas étudié	153
9.2	Schéma de la zone de mesure de déplacement U_z sur le moule	154
9.3	Images et résultats de projection de frange	154
9.4	Relevé de températures au cours de l'essai	155
9.5	Schéma de la zone de mesure infrarouge sur le moule	156
9.6	Champ de températures vu par la caméra et champ exploitable pour la mesure .	156
9.7	Cartes de températures obtenues avec la caméra IR en K	157
9.8	Profils de déplacement $U_Z = Z - Z_0$ selon une droite parallèle à x en différentes positions	158
9.9	Profils de déplacement $U_Z = Z - Z_0$ selon une droite $x = 0$ au cours du procédé pour différentes températures au niveau des résistances	159
9.10	Profils de déplacement $U_Z = Z - Z_0$ selon une droite $x = 0$ au cours du procédé pour différentes températures au niveau des résistances après correction avec la courbe d'étalonnage de la figure 7.14	159
9.11	Profil de température sur la médiane du champ de mesure aux mêmes instants que sur la figure 9.7	160
A.1	Variation de la luminance à travers un cylindre	173
A.2	Schéma d'atténuation de la luminance par diffusion	176
A.3	Schéma de renforcement de la luminance par diffusion	176
B.1	Volume de contrôle et notations utilisés pour établir l'équation	177
D.1	Discrétisation angulaire	183
D.2	Maillage du domaine 2D à l'aide de triangles et définition d'un volume de contrôle pour un noeud intérieur	184
D.3	Volume de contrôle entourant les noeuds à la frontière	184
D.4	Construction des points i_f et des points u_f ($f=1,2$)	188

E.1	Dispositif de mesure de l'émissivité	194
E.2	Images 3D de la cuve et ses composants	194
E.3	Porte échantillon avec ensemble tiges et couteaux	195
E.4	Photo de l'ensemble porte échantillon	195
E.5	Photo du dispositif avec le corps noir et le spectromètre	196
E.6	Photo de l'ensemble du montage	196
E.7	Photo de l'ensemble lasers avec ses cubes et tubes de protection	197
E.8	Photo du système de périscope pour la mesure des flux émis	197
E.9	Réflectivité mesurée pour une lamelle de verre	197
E.10	Signal mesuré avec le corps noir à 1000 °C	198
E.11	Flux émis par l'échantillon, mesuré pour différentes températures	199
E.12	Schéma simplifié de l'évolution du faisceau incident	200
E.13	Indices optiques d'une lamelle de verre, mesures en réflexion	202
F.1	Courbes de transmission du filtre KG5	203
F.2	Données diverses du filtre KG5	204
F.3	Courbes de transmission du filtre BG39	205
F.4	Données diverses du filtre BG39	206

Liste des tableaux

1	Composition générale (en % de masse) de quelques verres classiques (Zarzycki, 1982)	2
2	Récapitulatif des points particuliers de la courbe viscosité-température selon Zarzycki (1982)	5
3	Récapitulatif des durées indicatives d'application des consignes du profil de température de commande	7
2.1	Types de surfaces et coefficients caractéristiques	50
3.1	Récapitulatif des paramètres et propriétés caractéristiques nécessaires à la mise en place du modèle thermomécanique complet	53
3.2	Compositions chimiques en pourcentage massique de verres silico-sodo-calciques issues de la bibliographie	54
3.3	Composition chimique massique moyenne de notre verre obtenue par analyse à la microsonde électronique de Castaing	55
3.4	Composition chimique atomique de notre verre obtenue par analyse à la microsonde électronique de Castaing	55
3.5	Composition chimique moléculaire de notre verre obtenue par analyse à la microsonde électronique de Castaing	56
3.6	Paramètres élastiques issus de la bibliographie	56
3.7	Résultats de nos mesures des propriétés élastiques à température ambiante	58
3.8	Résultats de dilatométrie	60
3.9	Coefficients de dilatation solide et liquide issus de la bibliographie	63
3.10	Coefficient de chaleur massique issus de la bibliographie	63
3.11	Conductivité thermique issue de la bibliographie	64
3.12	Principales méthodes de mesure de viscosité et leur domaine d'application en température	66
3.13	Coefficients du modèle viscoélastique de Maxwell à 6 paramètres issus de la bibliographie	68
3.14	Coefficients du modèle de Narayanaswamy issus de la bibliographie	69
3.15	Masse volumique issue de la bibliographie	70
3.16	Résultats des mesures de densité par ultrapycnométrie	71
3.17	Bandes spectrales pour le verre clair d'après Berour (2005)	72
3.18	Durée de chaque palier programmée sur le régulateur du four	76
4.1	Indications sur les temps d'observation pour la comparaison des modèles mécaniques étudiés	80
4.2	Récapitulatif des modèles étudiés	80
4.3	Récapitulatifs des temps de contact et des déplacements maximum du nœud inférieur central P aux différents temps d'observation pour chaque modèle étudié	81
4.4	Récapitulatifs des temps de contact et des déplacements maximum du nœud P aux différents temps d'observation pour chaque modèle étudié	89
7.1	Caractéristiques techniques du four ENITHERM	124

7.2	Récapitulatif des caractéristiques des lames	126
7.3	Récapitulatif des essais pour la réalisation de la mire	130
8.1	Résultats principaux des cartographies en température horizontales à un instant du cycle	140
8.2	Indications débimétriques	146
C.1	Composition chimique massique avant fusion	179
C.2	Composition chimique massique après fusion	179
C.3	Propriétés physiques	180

Notations

Constantes		
c	vitesse de propagation du rayonnement dans le vide	$c = 2,99792458 \cdot 10^8 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$
h	constante de Planck	$h = 6,6260755 \cdot 10^{-34} \text{ m}^2\cdot\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$
k_B	constante de Boltzmann	$k_B = 1,380658 \cdot 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$
R	constante des gaz parfaits	$R = 8,31441 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
σ_B	constante de Stefan-Boltzmann	$\sigma_B = 5,67051 \cdot 10^{-8} \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-4}$
Symboles latins		
$\underline{\underline{C}}$	tenseur des constantes élastiques	
C	module de cisaillement	
c_p	chaleur massique du milieu à pression constante	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
E	module d'Young	Pa ou $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$
f_m	forces volumiques	$\text{N}\cdot\text{m}^{-3}$
f	perte par rayonnement à l'interface	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$
g	gain par rayonnement à l'interface	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$
ΔH	enthalpie d'activation du mécanisme	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
h_{conv}	coefficient d'échange convectif	$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$
k_{cond}	conductivité thermique	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
k_λ	partie imaginaire de l'indice monochromatique de réfraction du milieu	
L_λ	luminance monochromatique	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{Sr}^{-1}$
L_λ^0	luminance monochromatique du corps noir dans le vide	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{Sr}^{-1}$
$\underline{n_{\text{ext}}}$	normale extérieure	
$\underline{n_{\text{int}}}$	normale intérieure	
n_λ	partie réelle de l'indice monochromatique de réfraction du milieu	
p	variable de Laplace	
P_λ	fonction de phase monochromatique	
$\underline{Q_r}$	vecteur densité flux radiatif total	$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
$\underline{Q_{\text{cond}}}$	vecteur densité de flux de chaleur par conduction	$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
$\underline{Q_{r\lambda}}$	vecteur densité flux radiatif monochromatique	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$

$\underline{Q}_{tot}$	vecteur densité flux total	$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
$\underline{q}_\lambda$	vecteur quantité d'énergie monochromatique rayonnée à travers l'élément de surface	$\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$
$\underline{\underline{S}}$	tenseur de souplesse	
S	module de compression ou dilatation	
s	abscisse curviligne	m
S ou Σ	surface	m^2
S_r	terme source radiatif	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$
S_V	surface entourant un volume V	m^2
T	température	K
t	temps	s
T_f	Température fictive	K
$T_{\text{réf}}$	température de référence	K
$\underline{U}$	vecteur déplacement	m
u_λ	densité d'énergie radiative	
$\mathcal{V}$	volume	m^3
v_g	vitesse de propagation du rayonnement dans le milieu ou vitesse de groupe	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
w_λ	densité locale d'énergie monochromatique	

Symboles grecs

α	absorptivité	
β	dilatation volumique	m^{-3}
δ_{ij}	symbole de Kronecker	
$\underline{\Delta}$	vecteur direction de propagation du rayonnement	m
ϵ	émissivité d'une surface	
ϵ_{ij}	composante i, j du tenseur de déformation	
$\underline{\underline{\epsilon}}$	tenseur de déformation	
$\Phi(t)$	fonction de fluage normalisée	
γ	accélération	$\text{m}\cdot\text{s}^{-2}$
λ	longueur d'onde	m
η	viscosité	$\text{Pa}\cdot\text{s}$
ν	coefficient de Poisson	
Ω	angle solide	Sr
ϕ	angle azimutal	rad
$\Psi(t)$	fonction de relaxation normalisée	
ρ	réflectivité d'une surface	

NOTATIONS

ρ_v	masse volumique du milieu	$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
κ	coefficient d'absorption	m^{-1}
$\underline{\underline{\sigma}}$	tenseur de contrainte	Pa
σ_e	coefficient d'extinction	m^{-1}
σ_{ij}	composante i, j du tenseur de contrainte	Pa
σ_s	coefficient de diffusion	m^{-1}
τ	transmittivité d'une surface	
τ_i	temps de relaxation ou de retard $= \eta_i/G_i$	s
θ	angle polaire	rad
ξ	temps réduit ou adimensionné	

Indices et exposants

0	valeur initiale ou de référence
abs	absorption
cond	conduction
conv	convection
d	partie déviatorique d'un tenseur
e	extinction
ext	milieu extérieur
inc	incident
int	milieu intérieur
λ	monochromatique
r ou rad	radiatif
réfl	réfléchi
s	partie sphérique d'un tenseur
s	diffusion
tot	total
trans	transmis
∞	ambiant

Vecteurs et matrices

$\bar{x} = \mathcal{L}[x]$	transformée de Laplace de x	
$\ddot{}$	dérivée seconde par rapport au temps	$[]\cdot\text{s}^{-2}$
$\dot{}$	dérivée par rapport au temps	$[]\cdot\text{s}^{-1}$
$\underline{X} \cdot \underline{Y}$	produit scalaire des vecteurs $\underline{X}$ et $\underline{Y}$	
$X \otimes Y$	produit de convolution des grandeurs X et Y	
$\frac{D}{Dt}$	dérivée de Stokes ou dérivée particulière	

$\underline{\underline{I}}$	matrice identité
$\underline{\underline{{}^tX}}$	transposée
$\underline{\hspace{0.5em}}$	indique qu'il s'agit d'un vecteur ou tenseur d'ordre 1
$\underline{\hspace{0.5em}}\underline{\hspace{0.5em}}$	indique qu'il s'agit d'un tenseur d'ordre 2
$\underline{\hspace{0.5em}}\underline{\hspace{0.5em}}\underline{\hspace{0.5em}}$	indique qu'il s'agit d'un tenseur d'ordre 4

Introduction

Les premiers objets en verre ont été retrouvés en Egypte, datés de 12000 avant JC, et en Mésopotamie (Irak) datés de 4500 avant JC. Le verre est donc le matériau synthétique le plus anciennement connu de l'Histoire. Ses propriétés particulières en font un matériau très utilisé dans des domaines variés et qui intéresse aussi bien l'artisan que l'industriel. Il fait donc partie de notre vie quotidienne mais n'en demeure pas moins au cœur de la recherche scientifique mondiale. Le verre est obtenu par fusion¹ de différents composants qui donnent naissance à une matière visqueuse, transparente et homogène aux températures supérieures à 1000°C. Le verre ainsi formé est ensuite refroidi et mis en forme.

Les matières premières

Le verre est élaboré à partir de quatre catégories de matières premières : vitrifiant, fondant, stabilisant et agent secondaire, en fonction du rôle de chaque composé :

- les vitrifiants : l'élément de base pour la fabrication du verre est la silice présente dans le sable sous forme de dioxyde de silicium (SiO_2). Elle constitue entre 60 et 80 % de son poids ; c'est le principal élément dit « vitrifiant ». La silice en phase cristalline, chauffée à plus de 1700°C, fond pour donner un liquide visqueux. De plus, selon les conditions de refroidissement elle peut reprendre une structure cristalline ou au contraire un arrangement d'atome semi-ordonné (ou structure amorphe). Ces deux états sont couramment rencontrés : il s'agit respectivement des quartz (cristallins) ou des verres de silice (amorphes). La température de fusion de la phase cristalline de silice a longtemps été difficile à atteindre et nécessitait l'addition de fondants. De plus, le verre qui en résulte est difficile à mettre en forme ;
- les fondants : il s'agit le plus souvent d'oxydes basiques ayant pour rôle d'abaisser la température de fusion et de transition vitreuse. Les plus utilisés sont le carbonate de potassium, K_2CO_3 ou le carbonate de sodium, Na_2CO_3 , qualifiant respectivement les verres de potassiques ou sodiques ;
- les stabilisants : le plus souvent de nature calcique, ils confèrent au verre une plus grande dureté et durabilité chimique et le rendent insoluble dans l'eau, la chaux (oxyde de calcium, CaO) est l'élément le plus utilisé ;
- les agents secondaires : présents en moindre quantité, ils influent sur les propriétés du verre. Le meilleur exemple est donné par les colorants, qui sont le plus souvent des oxydes métalliques.

Les verres les plus courants

La plupart des verres se composent d'un mélange de silice, d'éléments fondants, stabilisants et/ou secondaires qui, selon leurs proportions et leur nature, donnent naissance à différents types de verre. Le plus courant est le verre silico-sodo-calcique ou sodo-calcique composé essentiellement de SiO_2 , K_2O et Na_2O en proportions variables selon le fabricant. La composition indiquée

¹ *i.e.* passage de l'état solide à l'état liquide.

dans le tableau 1 est donnée à titre indicatif. Le verre borosilicate, créé en 1912, est aujourd'hui largement utilisé dans la vie courante, le plus connu est le Pyrex®. Il présente des caractéristiques physico-chimiques très intéressantes de résistances chimique et physique à la chaleur et aux chocs thermiques qui en ont fait le matériau privilégié en verrerie culinaire et ustensiles de laboratoire. Ses principaux constituants sont la silice et l'oxyde de bore. Enfin viennent les verres au plomb pour lesquels l'oxyde de plomb s'est substitué à l'oxyde de calcium comme fondant. Le plus connu est le cristal, dont l'appellation mal choisie, est protégée et implique une teneur minimum en plomb. Il est caractérisé par ses propriétés optiques (de transparence et de réfraction) et sonores. Le cristal est un verre « tendre », qui se prête facilement à la gravure ou à la taille. Le verre d'optique « flint », à très forte concentration de plomb, présente des propriétés optiques de dispersion utilisées en photographie. Il existe bien entendu quantité d'autres verres non décrits ici.

Le verre plat

Exemple de verre	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Na ₂ CO ₃	K ₂ O	CaO	MgO	PbO	Fe ₂ O ₃
sodocalcique	72,5		1,5	13	0,3	9,3	3		0,1
borosilicate	80,6	12,6	2,2	4,2		0,1	0,05		0,05
au plomb ou cristal	55,5				11			33	
d'optique « flint »	28			1	1			70	

TABLEAU 1 – Composition générale (en % de masse) de quelques verres classiques (Zarzycki, 1982)

Il s'agit de la matière première du thermoformage et du fusing, procédés qui seront décrits ultérieurement. Le verre est donc élaboré à haute température en mélangeant les éléments précédemment décrits, puis il subit différentes étapes de mise en forme. Les procédés de fabrication du verre (ou méthodes de façonnage) varient selon le type de produits verriers et selon la quantité à produire. La fabrication se faisait autrefois dans des fours à pots chauffés au bois. Cette technique est encore utilisée aujourd'hui, avec d'autres types de combustibles, pour les verres de luxe (cristal) ou pour les verres spéciaux (vitrail, optique). Le four à bassin a révolutionné la production verrière industrielle au XIX^{ème} siècle. Il est depuis utilisé pour les procédés de fabrication où la production est continue et standardisée.

Le verre plat le plus utilisé est le verre flotté (« *float* ») utilisé pour les vitrages et dans le cadre du thermoformage ou du fusing. Il est issu du procédé de fabrication économique et très productif qui consiste à couler le verre liquide sur un bain d'étain fondu. On trouve également du verre plat soufflé et étiré mécaniquement ou verre laminé. Il est issu d'un procédé plus ancien ; ses qualités optiques médiocres, notamment dues à une surface irrégulière, l'ont peu à peu fait disparaître du milieu industriel, il n'est aujourd'hui plus guère utilisé que pour produire du verre imprimé.

Le thermoformage (Beveridge *et al.*, 2005)

Ce terme désigne la mise en forme à chaud du verre en général plat. Cette opération est réalisée dans un four à l'aide d'un support, les températures de travail confèrent au verre un degré de fluidité parfaitement adapté à sa mise en forme. Le thermoformage est basé sur la propriété de déformation du verre sous son propre poids et éventuellement, sous l'action de forces extérieures, une fois la température de ramollissement atteinte. La mise en œuvre du procédé est illustrée par quelques exemples sur la figure 1 :

- en utilisant un moule plein, de forme creuse ou en relief,
- en utilisant un simple support et la pesanteur. La pièce de verre sur un support (générale-

ment autour de son périmètre) dans un four initialement froid est chauffée jusqu'à ce que la pièce de verre soit suffisamment fluide pour s'affaisser sous son propre poids ; le verre se déforme librement dans l'espace à partir du support. Il s'agit alors de thermoformage en goutte ou en suspension (*glass slumping* ou *sagging* ou *bending*), qui est utilisé dans le cas de pièces simples,

- en utilisant une force complémentaire de la pesanteur : qu'il s'agisse de pressage avec le moule ou de « soufflage ». Ce dernier est basé sur l'effet ventouse : on fait le vide du côté du moule et on injecte de l'air sous pression sur la face opposée.

Le fusing consiste à réaliser des pièces planes en « collant » des morceaux de verre de propriétés compatibles à plus haute température ($>750^{\circ}\text{C}$) ; il semblerait que cette technique vienne peu à peu remplacer le vitrail laissé de côté depuis quelques temps pour des raisons sanitaires de risque de saturnisme.

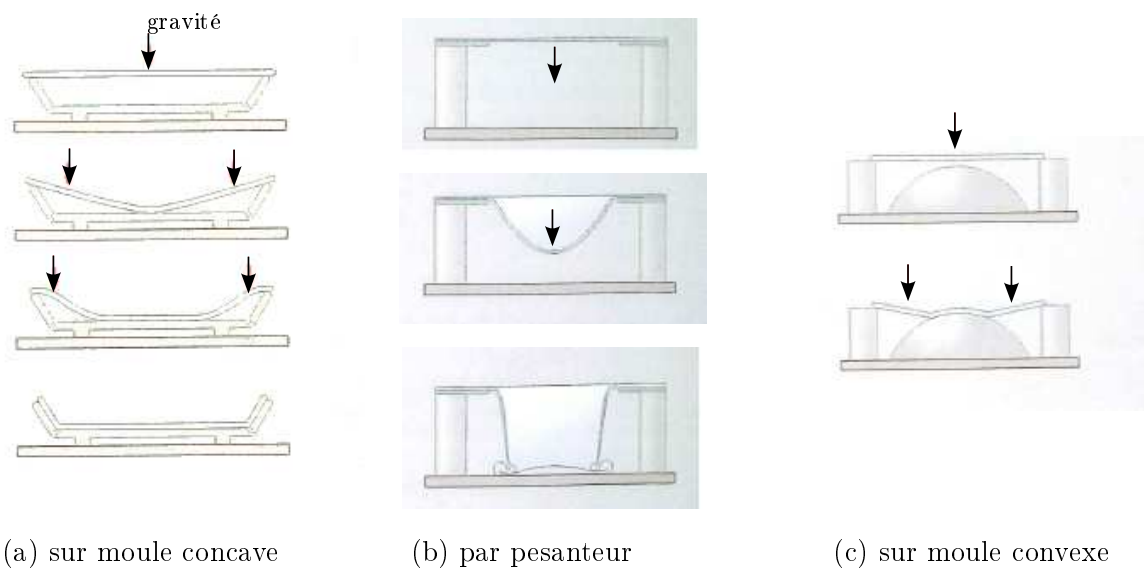


FIGURE 1 – Schéma simplifié de trois cas classiques en thermoformage : sur moule concave, par pesanteur et sur moule convexe (Beveridge *et al.*, 2005)

La température de travail, et à travers elle la viscosité ou fluidité du verre, est l'élément déterminant de ces techniques. La réussite d'une pièce dépend entièrement du cycle de cuisson et de la combinaison adéquate de deux paramètres : la température et la durée de chaque phase. La figure 2 montre quelques exemples de pièces thermoformées.



(a) La chaise « Ghost Three » du designer Boeri distribuée par FIAM*



(b) Une étagère thermoformée distribuée par FIAM*



(c) Plusieurs plats thermoformés

* bien que ce ne soit pas précisé par FIAM, le verre est sans nul doute trempé pour permettre ces applications

FIGURE 2 – Exemples de pièces thermoformées

Le verre possède un comportement fortement dépendant de la température. On définit classiquement un certain nombre de températures particulières aussi appelées points fixes de viscosité, car elles sont le plus souvent présentées sur une courbe de viscosité en fonction de la température, *cf.* figure 3. Les températures caractéristiques du verre correspondant à des valeurs standards de viscosité sont des points particulièrement importants lors de la définition du chargement thermique appliqué dans un procédé de thermoformage. Ils figurent pour la plupart sur la figure 3 et sont rappelés dans le tableau 2 pour un verre silico-sodo-calcique classique type « *float* ».

Le chargement thermique auquel le verre est soumis pour le thermoformage peut se décomposer en trois étapes clefs : la montée en température, le palier de travail ou de formage, le refroidissement.

– La montée en température :

le chauffage doit permettre au verre d'atteindre, en un temps adapté, une température donnée et la plus homogène possible. Trois méthodes sont utilisables dans l'absolu :

- le chauffage par contact, utilisant la conductivité thermique mais qui conduit à une température très hétérogène dans l'épaisseur,
- le chauffage par convection, permettant une bonne homogénéisation dans l'épaisseur mais restant un procédé très lent,
- le chauffage par rayonnement infrarouge, le plus courant de par sa rapidité, mais l'hétérogénéité en épaisseur de la température peut être très importante si la pièce est épaisse.

De la température ambiante à une température légèrement supérieure à son point de tension (environ 450°C), le chauffage doit être lent et doux. Le verre peut subir un choc thermique et casser si la montée en température est trop rapide. Cette phase peut présenter des paliers d'homogénéisation de température pour des verres épais. Dans la deuxième phase de chauffage jusqu'à la température de travail comprise entre 630°C et 835°C : le chauffage doit cette fois être le plus rapide possible pour éviter la dévitrification. Par dévitrification, il faut entendre formation de cristaux dans le verre. Les molécules s'ordonnent en adoptant une forme cristalline. Le verre transparent devient alors trouble et translucide. Pour éviter la dévitrification, il faut que la vitesse de refroidissement ou de chauffage, au dessus de la température de transition vitreuse T_g , soit supérieure à celle de cristallisation du verre. Le processus de cristallisation est d'autant plus lent et difficile que la température est basse. À température ambiante, la durée de cristallisation est infinie.

N°	Température de	Equivalent anglo-saxon	$\log \eta$ (η en Pa.s)	Description
1	tension	strain point	13,5	Température à laquelle les contraintes internes dans le verre sont quasi éliminées en 4 heures
2	transition vitreuse T_g	transition point	≈ 12	
3	recuisson	annealing point	12	Température à laquelle les contraintes internes sont réduites à une valeur limite acceptable commercialement en 15 minutes
4	ramollissement dilatométrique	dilatometric point	≈ 10	
5	ramollissement (Littleton)	softening point	6,65	Température à laquelle le verre se déforme sous son propre poids
7	travail	working point	3	
8	fusion	melting point	1	Température à laquelle les ingrédients du verre sont chauffés durant la production de verre

TABLEAU 2 – Récapitulatif des points particuliers de la courbe viscosité-température selon Zarzycki (1982)

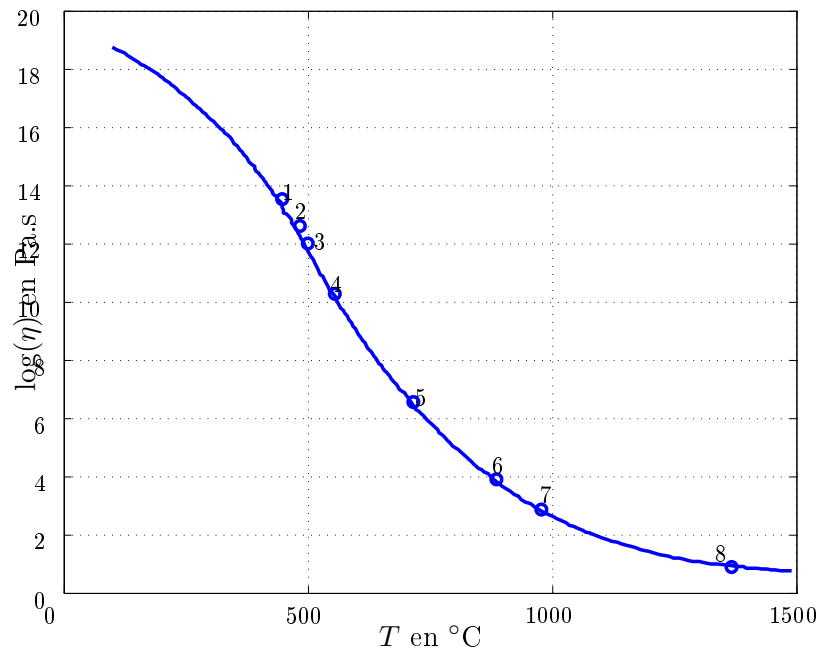


FIGURE 3 – Courbe de viscosité d'un verre silico-sodocalcique en fonction de la température, Zarzycki (1982)

– Le palier de travail ou formage :

la valeur de la température de travail dépend de la technique employée et du type de pièce élaborée. La température minimum à atteindre correspond au point de ramollissement pour lequel le verre se déforme sous son propre poids de manière visible avec une viscosité proche de 10^{11} Pa.s. À cette température, un palier, suffisamment long pour permettre à la pièce d'obtenir la forme souhaitée sous l'effet de la gravité est effectué.

– Le refroidissement :

de la température de travail au point de recuisson (cette température est proche de T_g), le refroidissement doit être le plus rapide possible comme cela est indiqué sur la figure 4. Les fours étant souvent régulés en tout ou rien cela correspond à une coupure de l'alimentation. L'inertie thermique du four étant ce qu'elle est, il est parfois nécessaire d'entrouvrir le four. Cette étape est d'autant plus importante que la pièce est massive et le four chargé donc que l'inertie de refroidissement est importante. Dans beaucoup de cas, le simple refroidissement inertiel suffit.

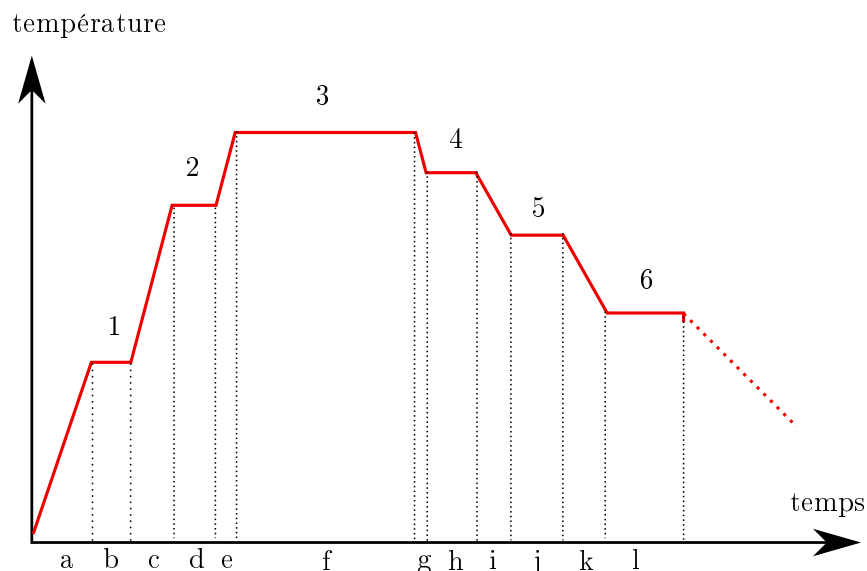
Ensuite, un palier de recuisson est réalisé pour uniformiser la température dans le four et dans la masse du verre et pour éliminer les contraintes internes qui sont apparues au cours du refroidissement rapide. La durée de ce palier est directement liée à l'épaisseur du verre comme l'illustre le tableau 3. La température de recuisson correspond à la température à partir de laquelle débute le processus d'élimination des tensions internes du verre.

Enfin, une phase de recuisson est mise en œuvre jusqu'au point de tension : il s'agit d'une descente contrôlée en température pour les verres épais ; elle est uniquement inertielle pour les verres plus fins. Cette étape permet d'éviter la casse du verre par choc thermique. La courbe de température doit être douce, faiblement inclinée.

Le refroidissement jusqu'à la température ambiante se fait selon l'inertie thermique du four pour éviter l'apparition de contraintes résiduelles. Ces étapes sont plus ou moins respectées par l'artisan qui, fort de son expérience, adapte ce cycle théorique en fonction de l'épaisseur du verre. En effet, un tel cycle prend une dizaine d'heures et réduit donc le nombre de cuissons par jour, un refroidissement plus rapide peut être toléré pour des pièces fines et assez simples. Le risque encouru est l'état de contraintes résiduelles qui résulte de la combinaison de différents phénomènes : un refroidissement non uniforme, la dilatation thermique, la relaxation des contraintes partielle ou totale aux hautes températures, l'absence de relaxation des contraintes aux faibles températures, et qui peut entraîner la rupture de la pièce.

Remarque : selon les ouvrages, le type de verre et l'épaisseur, il est parfois conseillé de monter jusqu'au point de tension ou au point de recuisson.

La figure 4 et le tableau 3 reprennent des exemples de consigne de températures pilotant le régulateur pour un verre float de dimensions 30×35 cm² dont la transition vitreuse est d'environ 550 °C. Ces données nous ont été fournies par le **C**entre **E**uropéen de **R**echerches et de **F**ormation aux **A**rts **V**erriers, CERFAV.



N°	1	2	3	4	5	6
T°C	300	500	*	550	510	460

* 680°C pour le moule convexe et 650°C pour le moule concave

FIGURE 4 – Schéma du cycle thermique de consigne du régulateur

moule	convexe			concave		
épaisseur	10mm	6mm	3mm	10mm	6mm	3mm
indice	t (min)					
a	51	22	6	51	22	6
b	15	10	5	0	0	0
c	18	8	2	18	8	2
d	15	10	5	0	0	0
e	0	0	0	0	0	0
f	10	10	10	10	10	7
g	0	0	0	0	0	0
h	40	30	20	40	30	20
i	72	32	8	72	30	8
j	10	10	5	0	0	0
k	45	20	5	45	20	5
l	10	10	5	0	0	0

TABLEAU 3 – Récapitulatif des durées indicatives d'application des consignes du profil de température de commande

À ce stade de la description, le thermoformage, pratiqué depuis des siècles, apparaît comme un procédé simple à mettre en œuvre. Mais force est de constater qu'il reste difficile à maîtriser parfaitement et que le savoir-faire et l'expérience de l'artisan verrier sont la clef de la réussite de la pièce. Il s'agit de définir correctement le cycle de chauffage appliqué qui dépend du verre lui-même, de la géométrie initiale de la plaque, du moule et de la pièce à réaliser sans garantie d'obtenir le résultat escompté. Ainsi l'artisan, est souvent contraint de procéder à plusieurs essais, parfois nombreux, avant d'avoir « paramétré » correctement le procédé de formage correspondant

à une pièce donnée.

À l'échelle industrielle il en est de même, la maîtrise des procédés de mise en forme pose encore des difficultés. Des modèles et simulations numériques ont été développés pour mieux maîtriser ce type de procédés mais les rares publications qui en découlent restent vagues pour des raisons de confidentialité et d'enjeux commerciaux.

La principale difficulté rencontrée à l'issue des procédés de thermoformage concerne l'uniformité de l'épaisseur de la pièce formée. Celle-ci induit des coûts importants pour la rectifier et/ou retravailler. En particulier, l'amincissement des parties libres après que certaines parties soient entrées en contact. Pour le formage négatif (moule concave), le fond et surtout les coins ont une épaisseur très faible (perte de résistance). La figure 5 schématise cette problématique dans le cas de polymère mais les mêmes difficultés existent pour le verre. L'état de surface, la non-reproductibilité et des ruptures de pièces chez le client ou à la sortie du four sont également cités comme problèmes persistants.

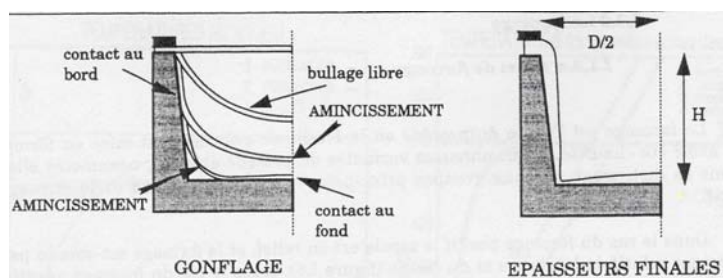


FIGURE 5 – Schéma simplifié des problèmes fréquemment rencontrés en thermoformage d'après Lindenlaub (1982).

Le contexte de l'étude

La Lorraine, berceau de l'art verrier par la présence de Saint-Louis, Daum, Baccarat et de la plate-forme technologique du **C**entre **E**uropéen de **R**echerches et de **F**ormation aux **A**rts **V**erriers (CERFAV), a développé au sein des laboratoires de recherche universitaires des compétences pointues dans le domaine du verre. Ainsi est né le **RÉ**seau **VER**rier **LOR**rain (RÉVELOR), composante recherche du Pôle Verrier, qui est le regroupement des universitaires lorrains travaillant dans le domaine du verre. Le Pôle Verrier faisant l'interface entre RÉVELOR et les grands groupes internationaux du verre plat et de l'emballage, les PME-PMI (notamment les cristalleries) et le CERFAV pour créer des collaborations répondant aux besoins de ces partenaires.

Le CERFAV a ainsi formulé le besoin de mieux connaître le procédé artisanal de thermoformage du verre. Le **L**aboratoire d'**É**nergétique et de **M**écanique **T**héorique et **A**ppiquée (LEMTA) et le **L**aboratoire des **S**ciences en **G**énie des **S**urfaces (LSGS), membres de RÉVELOR, ont décidé d'unir leurs compétences afin d'y répondre. En effet, actuellement plusieurs études sont menées en parallèle, citons par exemple l'autre thèse qui se déroule en parallèle et qui étudie le remplissage de moule sous le code Aquillon© développé au TREFLE à Bordeaux sous la direction de J.-P. Caltagirone. Soutenu par l'ANR (Agence Nationale de la Recherche) et les collectivités territoriales, il s'inscrit dans le cadre du pôle de compétitivité lorrain MIPI (Matériaux Innovants, Produits Intelligents). Notre projet qui concerne le thermoformage est donc au cœur d'une collaboration étroite avec le CERFAV et fera l'objet d'un transfert technologique vers les partenaires industriels. Dans ce contexte, il convient de préciser qu'il s'inscrit dans la durée et que les travaux présentés dans cette thèse constituent la première partie de l'étude complète du procédé.

Revue bibliographique

Les procédés de mise en forme, en particulier du verre, sont au cœur des préoccupations d'un grand nombre de scientifiques. Avec les progrès informatiques réalisés depuis plusieurs années, la simulation numérique a connu un essor considérable. Que ce soit pour comprendre le procédé, l'influence de certains paramètres sur le produit fini, ou encore pour améliorer la qualité ou la quantité des produits, des partenariats industriels et universitaires s'intéressent à ce domaine depuis une vingtaine d'années.

L'un des premiers articles de référence publié sur la mise en forme du verre et plus particulièrement des bouteilles, a été écrit par Cesar De Sa (1986). Il s'est appuyé sur les travaux existants pour d'autres matériaux, sur les propriétés particulières du verre et sur le savoir-faire « ancestral » et les connaissances empiriques concernant la mise en forme des bouteilles pour établir les premiers modèles et développer des codes de calcul thermomécanique. D'autres études s'intéressent à des applications liées à la production de lentilles optiques, de pare-brises ou de bouteilles tels que (Rekhson, 1990 ; Rekhson *et al.*, 1990 ; Rekhson et Lu, 1993 ; Lochegnies *et al.*, 1996 ; Stokes, 1998 ; Van Iseghem, 2000 ; Druma *et al.*, 2004 ; Feulvarch *et al.*, 2005 ; Parsa *et al.*, 2005). Ces études associent généralement un modèle mécanique à un modèle thermique qui prend en compte les variations de viscosité du matériau, elles-mêmes engendrées par les gradients de températures existants. Mais des lacunes, des approximations ou des hypothèses simplificatrices existent au sein des modèles et/ou codes existants : le plus souvent le transfert de chaleur radiatif est simplifié voire carrément négligé. Le milieu est alors considéré comme faiblement participatif, seul le rayonnement aux parois est pris en compte par l'utilisation du calcul de facteurs de forme avec des méthodes plus ou moins élaborées et valables uniquement pour des géométries relativement simples ou dans le meilleur des cas, une approximation de type Rosseland (Modest, 2003) est appliquée.

Si l'emploi de telles méthodes est totalement justifié pour les métaux ou polymères (matériaux opaques ou transparents, gris et faiblement participatifs) elles ne sont pas adaptées au verre : matériau semi-transparent (non diffusant) et non gris pour lequel les échanges radiatifs ont un rôle prédominant. Depuis quelques années, des méthodes numériques applicables aux phénomènes conducto-radiatifs transitoires dans les milieux semi-transparents gris et pour des géométries simples bidimensionnelles ont été développées (Wu et Wu, 1998 ; Bianco et Manca, 2000 ; Mishra *et al.*, 2003 et 2005 ; Furmanski et Banaszek, 2004 ; Mishra et Roy, 2007 ; Mondal et Mishra, 2008 ...). D'autres études, peu nombreuses s'intéressent au cas du verre (milieu non-gris) non-liquide (i.e. sans phénomène de convection) : Lee et Viskanta, 1999 et 2001 utilisent la méthode des ordonnées discrètes (DOM) et l'approximation de Rosseland pour l'étude des fours verriers ; Lacroix *et al.*, 2002 et 2006, Berour *et al.*, 2006 ont étudié les transferts thermiques couplés dans ces mêmes fours verriers (milieu bidimensionnel rectangulaire non-gris absorbant et non diffusant) en régime stationnaire et transitoire. Ces derniers ont montré que l'utilisation d'un modèle radiatif précis est à privilégier devant les approches simplifiées de type Rosseland lorsque l'on recherche des valeurs précises de températures et flux en particulier au bord.

Présentation de l'étude

Partant du constat réalisé précédemment sur les difficultés persistantes dans la mise en œuvre du thermoformage, nous avons choisi de répondre à la demande du CERFAV par la modélisation et la simulation numérique largement utilisée, nous l'avons vu dans la littérature, et la mise en place d'un banc expérimental ce qui est plus rare comme le fait remarquer Van Iseghem (2000). L'objectif est de définir un modèle thermomécanique et de développer un outil de simulation numérique adapté, dont les résultats seront comparés avec nos résultats expérimentaux obtenus grâce à un banc expérimental original. Ce code de calcul devrait permettre de prédire la forme finale d'une pièce, ses caractéristiques voire même, à plus long terme, de définir le moule et adapter le procédé (chargement thermique optimum par exemple) afin d'obtenir la pièce attendue (forme et contraintes mécaniques).

Une des particularités du verre est que, bien qu'étant d'un aspect solide, il peut être également assimilé à un liquide, même à température ambiante, de par sa structure non ordonnée. Pour établir notre modèle, nous nous sommes donc penchés sur cette question : le verre est-il solide ou liquide. Naturellement, la réponse qui semble évidente est **solide** puisqu'il est communément admis qu'une substance solide possède une forme indépendante de son contenant, *a contrario* du liquide. D'un point de vue thermodynamique, le verre est un liquide en raison de sa structure, de son état et des propriétés qui en découlent telles que sa transparence (ou translucidité pour certains verres colorés par exemple), son éclat... Le verre devrait également être considéré comme solide de par ses propriétés acoustiques de propagation des ondes transversale (T) et longitudinale (L), alors qu'un liquide stoppe les ondes T mais le verre n'est pas cristallin, *i.e.* de structure atomique ordonnée et périodique². Un argument longtemps utilisé pour justifier son état liquide part du constat que les verres de très vieilles églises sont plus épais en bas qu'en haut. L'hypothèse avancée par certains auteurs est que le verre est un liquide qui, après plusieurs siècles, aurait coulé vers le bas³. Zanotto (1998) a montré que cet épaississement de la base de la plaque de verre est induite par le procédé de fabrication lui-même. À l'époque, le procédé « Crown » produisait le verre plat ; il consiste à mettre en rotation une boule de verre visqueux pour obtenir par l'action de la force centrifuge un disque de verre mais dont le bord extérieur était alors plus épais que le centre. Pour des raisons de stabilité, le bord épais des plaques de verre était posé en bas par le verrier.

En réalité, ce n'est ni un liquide ni un solide classique mais un solide **amorphe**, littéralement *sans forme*, non structuré ni ordonné. C'est à ce titre que l'état physique du verre pose problème. En physique, l'état de la matière est défini au travers du degré de cohérence de la matière, des propriétés (densité, structure cristalline, indice de réfraction...) et des comportements (ductilité, écoulement fluide, malléabilité...) qui en découlent et le verre présente des ambiguïtés flagrantes à ce niveau.

Lorsqu'un solide cristallin est chauffé, ses cristaux se désagrègent pour devenir un liquide, cette distinction entre les deux états est nette : il s'agit d'une transition de phase du premier ordre qui s'accompagne d'une discontinuité des propriétés du matériau (par exemple la densité) et de la production de la chaleur latente de fusion. Un liquide, quant à lui, est caractérisé par une propriété appelée viscosité qui traduit sa capacité à s'écouler et dépend de la température. Lorsque celle-ci diminue, la viscosité augmente, le liquide s'écoule moins bien et inversement. Si la température du liquide est abaissée en dessous de la température de fusion, des cristaux apparaissent et la solidification se met en place. Mais parfois le liquide est surfondu : même à de telles températures, il reste alors liquide. Ceci se produit notamment lorsque la viscosité bloque la cristallisation en augmentant rapidement de façon continue. Les molécules restent alors dans un état désordonné mais avec suffisamment de cohésion pour maintenir le matériau rigide. Il s'agit là de l'état amorphe et c'est le cas du verre. L'aspect transparent du verre n'est en aucun cas un gage de son état amorphe. En effet, il existe des verres non-transparents tels que les verres métalliques (qui présentent des électrons libres qui empêche la propagation des ondes électro-magnétiques) et des cristaux transparents comme c'est le cas du quartz (monocristal de silice). La transparence ou l'opacité à la lumière (ou plus généralement au rayonnement visible) est en fait liée à l'homogénéité et la morphologie structurale du matériau. Ainsi, la physique moléculaire et la thermodynamique semblent être les deux piliers auxquels nous pouvons nous accrocher pour sortir de ce problème de définition de l'état du verre.

Certains auteurs prétendent que le verre est un liquide surfondu car il ne présente pas de transition de phase telle qu'elle a été définie précédemment. En réalité la transition de phase, s'opérant entre le liquide surfondu et le liquide, dite du « second ordre », ne se matérialise pas

²L'élément de base est un polyèdre fondamental correspondant à la forme la plus simple, possédant tous les éléments de symétrie du système ; ces éléments de base définissent sept systèmes cristallins : cubique quadratique, hexagonal, rhomboédrique, orthorhombique, monoclinique et triclinique.

³comme c'est le cas à plus haute température, dans le procédé de thermoformage en goutte par exemple.

par une chaleur latente de fusion, ni une discontinuité de densité mais par une brusque variation du coefficient de dilatation thermique et de la capacité thermique du matériau. La température à laquelle se produisent ces sauts de valeur est la **température de transition vitreuse** T_g , qui dépend fortement de la vitesse de refroidissement ; elle ne correspond donc pas à une valeur donnée mais plutôt à une plage de températures. Une définition courante du verre est qu'il s'agit d'un matériau inorganique obtenu par fusion et qui se solidifie lors du refroidissement, sans toutefois cristalliser. Ainsi la question de savoir si le verre est solide ou liquide n'est que sémantique, la définition d'un nouvel état de la matière a permis de régler le problème : le verre est un matériau vitreux à mi-chemin entre les deux. Cette définition prend en compte :

- la structure amorphe du verre,
- le comportement spécifique du matériau qui correspond à un écoulement limité connu sous le nom de viscoélasticité,
- et sa caractéristique thermodynamique qu'est la transition vitreuse, passage de l'état solide à l'état liquide visqueux ou réciproquement de liquide à solide amorphe (Zarzycki, 1982).

Le verre est un matériau complexe tout à fait particulier tant dans son comportement mécanique que thermique. Du point de vue mécanique, le verre peut être élastique, viscoélastique ou visqueux en fonction de sa température. Les modèles mécaniques utilisés seront décrits dans le **chapitre 1**.

La thermodépendance en température des propriétés du verre et le chargement thermique appliqué (moteur du procédé) nécessitent un module thermique de calcul de la température en tout point de la pièce. Ce modèle thermique ne comportera pas de part convective puisque le verre sera considéré comme solide. Par contre, le verre est un milieu thermiquement complexe car semi-transparent et non-gris mais considéré comme non-diffusant. La part radiative du transfert de chaleur au sein du matériau peut, selon sa température, s'avérer prépondérante sur la part conductive et selon la longueur d'onde du rayonnement comme le montrent les résultats de (Berour, 2005). Les modèles thermiques utilisés sont décrits dans le **chapitre 2**.

Le **chapitre 3** regroupe de manière non exhaustive les paramètres matériaux issus de nos mesures ou de la littérature dans le but de le caractériser et éventuellement d'intégrer ces informations au modèle. Le contact thermique et mécanique entre le moule et le verre est un aspect important du modèle qui ne sera malheureusement pas traité ici, faute de temps. En effet, la tribologie est une discipline suffisamment complexe pour nécessiter exclusivement le travail d'une thèse complète sur la modélisation du contact (Falipou, 1998).

Les **chapitres 4, 5 et 6** introduisent et développent la simulation numérique. Pour la partie mécanique, le code commercial MSC MARC©, basé sur la méthode des éléments finis (FEM), a été choisi pour sa disponibilité au laboratoire et sa « flexibilité ». En effet, au travers de sous-routines⁴ codées en Fortran 77 par l'utilisateur, le logiciel est adaptable pour mieux correspondre à nos attentes. Ce code dispose d'un module de calcul thermique gérant la conduction et un modèle de rayonnement basé sur le calcul de facteurs de forme par trois méthodes différentes. Celles-ci sont : l'intégration directe, la méthode statistique de Monte Carlo et enfin une méthode appelée dans le manuel MSC MARC©(Manuel MSC MARC©) « Pixel Based Modified Hemicube Method », cf. Jacob et Hagen (1999) et Cohen et Greenberg (1988). Cette dernière se rapproche, *a priori*, de la méthode de la sphère unitaire décrite par Matteï (2005). Ces modèles ne tenant pas compte du caractère semi-transparent non gris du milieu, ils ne sont pas exploitables dans cette étude. Le verre nécessitant un modèle radiatif précis et de plus applicable à des géométries complexes pour l'étude du thermoformage, les compétences internes aux laboratoires ont été adaptées pour fournir un outil adéquat. Parmi les méthodes numériques possibles pour traiter le rayonnement en géométrie complexe, il existe la méthode de type Monte Carlo très précise mais pouvant être coûteuse en temps de calcul et en mémoire (Modest, 2003) (il faut un grand nombre

⁴Ce sont des programmes informatiques écrits par l'utilisateur dont l'implantation au sein du modèle est activée au niveau de l'interface du logiciel à la place de modèles classiques définis par défaut.

d'expériences pour obtenir des résultats précis) et une méthode de type volumes finis.

En tenant compte de la complexité du modèle (couplage thermomécanique, caractère non-gris du verre, et instationnaire de l'étude), nous avons choisi de mettre à profit les connaissances internes au LEMTA et de résoudre l'Équation du Transfert Radiatif (ETR) avec un code existant au LEMTA de type volumes finis, nommé RAD2D résultant du travail de (Asllanaj *et al.*, 2007). Ce code a pour avantages : une grande précision, des temps de calculs très faibles pour des cas simples présentés dans l'article, enfin, il requiert une place mémoire réduite. Il a été développé et validé dans le cas d'un milieu gris purement absorbant et émissif (sans diffusion) bordé par des surfaces noires (le coefficient d'absorption est supposé constant dans le milieu). Le code s'applique à des géométries complexes quelconques bidimensionnelles, utilise un maillage non structuré constitué d'éléments triangulaires et permet d'obtenir un terme source radiatif calculé en chaque nœud du maillage qui sera ensuite repris par le module thermique. Notons que notre structure va se déformer avec la température, le code d'éléments finis MSC MARC© qui résout les équations mécaniques nous fournira ainsi la « nouvelle » structure sur laquelle appliquer l'ETR et son module thermique permet le calcul de la température en tout point de cette structure.

Il faut donc généraliser le code radiatif existant à un milieu non-gris ainsi qu'à des frontières opaques ou semi-transparentes, pouvant présenter une réflexion diffuse ou une réflexion spéculaire selon le matériau étudié. Son couplage avec le module de conduction de MSC MARC© devra également être mis en place avant de passer au couplage thermomécanique à proprement parler. Toutes aspects seront donc décrits dans la deuxième partie du mémoire au travers des **chapitres 4, 5 et 6**.

Nous devrions alors disposer d'un outil de simulation adapté. Cependant, le manque de résultats bibliographiques sur ce sujet nous a poussé à chercher un autre moyen de validation de notre modèle thermomécanique. Un banc de mesure original a donc été entièrement développé au cours de ce travail, il est présenté au **chapitres 7 et 8** : nous avons effectué des mesures surfaciques de températures et de déplacements sur une plaque de verre soumise à un cycle de thermoformage. Ces thématiques sont développées dans la troisième partie. Le **chapitre 9** traite des premiers résultats expérimentaux obtenus. Ce travail s'articule donc comme suit :

- une première partie dédiée à la théorie et aux modèles mécaniques et thermiques,
- une deuxième partie consacrée au développement et à la simulation numérique au travers de la présentation des étapes intermédiaires de validation et des résultats numériques,
- une troisième partie présentera le dispositif expérimental ; en particulier le banc de mesure, les instruments et les premiers résultats expérimentaux.

Première partie

Théorie et modèles

Chapitre 1

Modèle mécanique

Comme nous l'avons vu en introduction, cette étude est basée sur un modèle de mécanique des solides pour plusieurs raisons. D'une part le verre est défini comme un solide amorphe au comportement viscoélastique et caractérisé par une transition vitreuse par les ouvrages de références : Zarzycki (1982) ; Guillemet et Barton (2005). D'autre part, cette modélisation permet de travailler dans une plage très large de température, car si le verre devient visqueux à partir de la température de transition vitreuse, il n'est considéré comme réellement liquide qu'à partir de la température de fusion correspondant à une zone autour de 1200°C. De nombreux auteurs (Stockes, 1998 ; Jain et Yi, 2005 ; Yi et Jain, 2005...) ont montré qu'autour de la température de travail, un modèle fluide pouvait être bien adapté. Cependant, nous nous intéressons dans cette étude à tout le cycle de thermoformage et non pas uniquement au palier de fluage. Le modèle fluide n'est alors pas adapté *a contrario* du modèle solide présenté ici pour décrire le comportement du verre au cours de la descente en température.

Ce chapitre se décompose en deux grandes sections, la première rappelle les équations générales d'un problème de mécanique du solide, la seconde qui s'intéresse aux comportements possibles du verre en fonction de la température, et permettra de dégager un modèle théorique le mieux adapté possible à notre étude.

1.1 Description générale

Nous allons dans un premier temps rappeler l'ensemble des équations régissant un problème de mécanique du solide général, à savoir le principe fondamental de la dynamique, la conservation de la masse et les conditions aux limites.

1.1.1 Conservation de la masse

L'équation de conservation de la masse, pour un domaine matériel, généralement appelée équation de continuité, s'exprime dans sa forme locale, de deux manières équivalentes :

$$\frac{D\rho_v}{Dt} + \rho_v \operatorname{div}(\underline{V}) = 0 \quad \text{ou} \quad \frac{\partial \rho_v}{\partial t} + \operatorname{div}(\rho_v \underline{V}) = 0 \quad (1.1)$$

Dans le cas d'un matériau incompressible, cette relation se simplifie suivant :

$$\operatorname{div}(\underline{V}) = \operatorname{div}\left(\frac{\partial \underline{U}}{\partial t}\right) = 0 \quad (1.2)$$

1.1.2 Loi fondamentale de la dynamique

Encore appelée équation locale du mouvement, cette loi correspond tout simplement à l'écriture locale du principe fondamental de la dynamique (ou seconde loi de Newton) appliquée aux résultantes des torseurs associés :

$$\rho_v \underline{\gamma} = \rho_v \frac{D\underline{V}}{Dt} = \rho_v \frac{D}{Dt} \left(\frac{\partial \underline{U}}{\partial t} \right) = \underline{\text{div}}(\underline{\sigma}) + \underline{f_m} \quad (1.3)$$

où ρ_v est la masse volumique, $\underline{\gamma}$ l'accélération, $\underline{V}$ la vitesse et $\underline{U}$ le déplacement du point considéré ; $\underline{\sigma}$ est la matrice des contraintes liées aux efforts intérieurs dans le matériau et $\underline{f_m}$ les forces volumiques (il s'agira du poids dans le cas qui nous intéresse) ; $\frac{D}{Dt}$ est la dérivée particulaire ou dérivée de Stokes.

L'action mécanique de type inertiel $\rho_v \underline{\gamma}$ est ainsi égale à la somme des actions mécaniques à distance consécutives à l'action de forces de volume $\underline{f_m}$ telles que la densité volumique de poids par exemple et des efforts intérieurs exprimés au travers du champ tensoriel de contraintes $\underline{\text{div}}(\underline{\sigma})$.

1.1.3 Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont indispensables pour fermer le problème. En mécanique, elles sont classiquement de trois types : Dirichlet, Neumann ou mixte.

- La condition aux limites de type Dirichlet s'exprime soit en vitesse $\underline{V}$ imposée (modélisation fluide) soit en déplacement $\underline{U}$ imposé (modélisation solide). Elle est notée :

$$\underline{U} = \underline{\hat{U}} \quad (1.4)$$

où $\underline{U}$ est le vecteur déplacement et $\underline{\hat{U}}$ la valeur de ce vecteur au point considéré imposée de l'extérieur.

- La condition aux limites de type Neumann correspond à un « flux » imposé à la frontière qui se traduit en mécanique du solide par l'imposition d'une contrainte $\underline{\hat{C}}$ (chargement surfacique). Elle est notée :

$$\underline{C} = \underline{\hat{C}} \quad (1.5)$$

où $\underline{C}$ est le vecteur contrainte, projection de la matrice des contraintes sur la surface de normale extérieure $\underline{n}_{\text{ext}}$:

$$\underline{C} = \underline{\sigma} \cdot \underline{n}_{\text{ext}} \quad (1.6)$$

et $\underline{\hat{C}}$ la valeur de ce vecteur au point considéré imposée de l'extérieur.

- La condition aux limites de type mixte permet d'utiliser les informations à notre disposition à la fois en déplacement et en contrainte.

D'autre part, la résolution du problème nécessite de définir un autre type de condition aux limites. Il s'agit du contact entre le solide et le moule. Ce problème est complexe, et ne sera pas traité dans notre étude, il est notamment abordé par Falipou (1998) dans le cadre de ses travaux sur la tribologie du contact verre-moule à haute température. Notons simplement que le contact est thermodépendant, qu'il est modélisé, selon les applications, comme collant (Hoque *et al.*, 2001 ; Jain et Yi, 2005 ; Yi et Jain, 2005...) ou glissant (Lochegnies *et al.*, 1996 ; Noiret, 1996 ; Agnon et Stokes, 2005...). Nous avons choisi de nous appuyer sur les travaux de Lochegnies *et al.* (1996) qui définissent un contact verre-moule comme glissant pour une température de verre inférieure à 680°C. Bien entendu, il s'agit d'une hypothèse forte qu'il faudra absolument vérifier par la suite au travers de modélisation (étude de sensibilité aux paramètres de contact par exemple) et éventuellement de mesures.

1.1.4 Résolution mathématique

Un problème de mécanique du solide est entièrement défini par la connaissance du vecteur déplacement :

$$\underline{U}(x, y, z) = (u(x, y, z), v(x, y, z), w(x, y, z)) \quad (1.7)$$

En effet, la loi fondamentale de la dynamique (1.3) permet d'établir une équation vectorielle dont la seule inconnue est le vecteur déplacement en s'appuyant sur les relations entre contrainte, déformation et déplacement : la contrainte $\underline{\underline{\sigma}}$ est liée à la déformation par la loi de comportement du matériau qui sera abordée ultérieurement. Les forces volumiques sont connues car imposées par le problème traité. La matrice des déformations $\underline{\underline{\epsilon}}$ est associée au vecteur déplacement $\underline{U}$, sous l'hypothèse de petits gradients de déplacement, par la relation :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \frac{1}{2} \left(\underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{U}) + {}^t\underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{U}) \right) \quad (1.8)$$

L'équation résultante s'exprime donc uniquement en fonction du vecteur déplacement.

Pour résoudre cette équation vectorielle et obtenir les composantes scalaires de celui-ci, on s'appuie sur la conservation de la masse (1.2) et les conditions aux limites qui permettent de fermer le problème et d'en déterminer la solution unique.

La définition de la loi de comportement apparaît donc comme le point clef de la résolution du problème puisqu'elle permet de faire le lien entre les différentes grandeurs mécaniques $\underline{\underline{\epsilon}}$ et $\underline{\underline{\sigma}}$; il est donc fondamental de décrire le comportement du verre pour définir la loi constitutive qui sera utilisée dans les simulations numériques.

1.2 Lois de comportement mécanique

Le comportement mécanique du verre est directement lié à la thermodépendance de ses propriétés, dont la plus parlante est la viscosité, illustrée sur la figure 3, présentée en introduction, qui montre une variation de plusieurs ordres de grandeur en fonction de la température.

Comme tout solide amorphe et contrairement aux solides cristallins, le verre ne subit pas de fusion franche mais un ramollissement progressif. Il passe d'un comportement de solide purement élastique à un comportement de liquide purement visqueux au fur et à mesure que sa température augmente. Dans le domaine des températures intermédiaires, qui se situe autour de la transition vitreuse, le comportement du verre est qualifié de **viscoélastique** ou **viscoélastoplastique** du fait du caractère irréversible d'une partie de sa déformation. Celui-ci peut se décomposer en une partie élastique, viscoélastique et visqueuse.

Dans ce chapitre, les différents comportements du verre seront abordés et permettront d'introduire le modèle complet qui a été choisi pour la simulation numérique du thermoformage.

1.2.1 Comportement à basse température (inférieure à 400°C)

1.2.1.1 Élasticité linéaire isotherme

L'élasticité d'un matériau se caractérise par sa capacité à se déformer sous une sollicitation mais surtout à retrouver instantanément son état initial après suppression instantanée de cette sollicitation. La loi de comportement élastique linéaire établit une relation linéaire directe entre contrainte et déformation au travers des tenseurs de souplesse $\underline{\underline{S}}$ ou de rigidité $\underline{\underline{C}}$ selon :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{S}} \underline{\underline{\sigma}} \quad \text{ou} \quad \underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} \underline{\underline{\epsilon}} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{S}} = \underline{\underline{C}}^{-1} \quad (1.9)$$

Ces tenseurs caractérisent complètement le matériau puisqu'ils dépendent de ses propriétés intrinsèques. Ils possèdent 81 composantes indépendantes qui se ramènent à 36 de par la symétrie

des tenseurs $\underline{\underline{\epsilon}}$ et $\underline{\underline{\sigma}}$; le principe d'Onsager permet de réduire le nombre de coefficients indépendants à 21 avec les égalités suivantes (valables également pour $\underline{\underline{C}}$) (Salençon, 1983) :

$$S_{ijkl} = S_{jikl} = S_{ijlk} = S_{klij}, \text{ avec } 1 \leq i, j, k, l \leq 4 \quad (1.10)$$

Ainsi la loi de comportement s'écrit encore :

$$\begin{pmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ 2\epsilon_{23} \\ 2\epsilon_{13} \\ 2\epsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} S_{1111} & S_{1122} & S_{1133} & 2S_{1123} & 2S_{1113} & 2S_{1112} \\ \times & S_{2222} & S_{2233} & 2S_{2223} & 2S_{2213} & 2S_{2212} \\ \times & \times & S_{3333} & 2S_{3323} & 2S_{3313} & 2S_{3312} \\ \times & \text{sym} & \times & 4S_{2323} & 4S_{2313} & 4S_{2312} \\ \times & \times & \times & \times & 4S_{1313} & 4S_{1312} \\ \times & \times & \times & \times & \times & 4S_{1212} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (1.11)$$

Le verre est classiquement considéré comme étant un matériau homogène isotrope. On peut alors montrer que la matrice de souplesse n'est plus fonction que de deux coefficients indépendants, S_{1111} et S_{1122} (Berthelot, 1992) :

$$\underline{\underline{S}} = \begin{bmatrix} S_{1111} & S_{1122} & S_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ S_{1122} & S_{1111} & S_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ S_{1122} & S_{1122} & S_{1111} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2(S_{1111} - S_{1122}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2(S_{1111} - S_{1122}) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(S_{1111} - S_{1122}) \end{bmatrix} \quad (1.12)$$

avec $S_{1111} = 1/E$ et $S_{1122} = -\nu/E$, E et ν représentant respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau. Le module d'Young se définit comme le rapport de la contrainte unidirectionnelle imposée sur l'allongement relatif qui en découle soit conformément aux notations adoptées sur la figure 1.1 :

$$E = \frac{\sigma}{2\Delta L/L} \quad (1.13)$$

La conséquence physique de l'allongement liée à la traction est une diminution de la section de l'éprouvette, ce phénomène est exprimé par le coefficient de Poisson, nombre sans dimension, qui correspond au rapport des allongements relatifs dans le sens transverse et colinéaire à la contrainte imposée, soit :

$$\nu = \frac{\Delta e/e}{\Delta L/L} \quad (1.14)$$

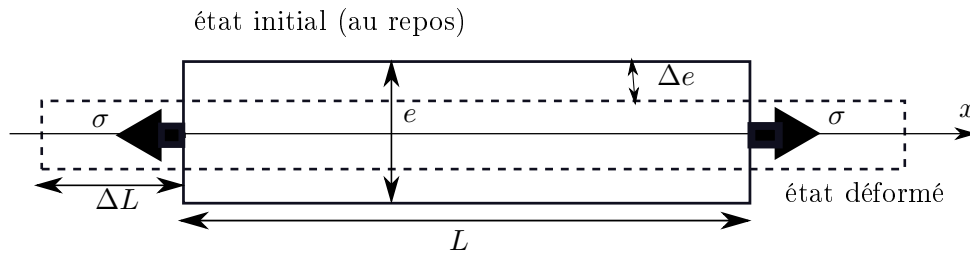


FIGURE 1.1 – Schéma d'un essai de traction uniaxiale - propriétés élastiques

On obtient finalement :

$$\begin{pmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ 2\epsilon_{23} \\ 2\epsilon_{13} \\ 2\epsilon_{12} \end{pmatrix} = \frac{1}{E} \begin{bmatrix} 1 & -\nu & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & 1 & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & -\nu & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2(1+\nu) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2(1+\nu) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(1+\nu) \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (1.15)$$

Dans le cas d'une déformation « imposée », la loi de Hooke s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} (\lambda + 2\mu) & \lambda & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & (\lambda + 2\mu) & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda & (\lambda + 2\mu) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ 2\epsilon_{23} \\ 2\epsilon_{13} \\ 2\epsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (1.16)$$

où λ et μ représentent les coefficients de Lamé. Les relations de passage d'un couple à l'autre sont les suivantes :

$$E = \frac{\mu(2\mu + 3\lambda)}{\mu + \lambda} \quad \text{et} \quad \nu = \frac{\lambda}{2(\mu + \lambda)} \quad (1.17)$$

et

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad \text{et} \quad \lambda = \frac{E \nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (1.18)$$

En pratique, c'est le couple (E, ν) qui est déterminé expérimentalement.

Afin d'alléger les écritures, l'utilisation des notations indicielles fournit :

$$\begin{aligned} \epsilon_{ij} &= \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} & 1 \leq i, j \leq 3 \\ \sigma_{ij} &= 2\mu \epsilon_{ij} + \lambda \epsilon_{kk} \delta_{ij} & 1 \leq i, j \leq 3 \end{aligned} \quad (1.19)$$

avec δ_{ij} le symbole de Kronecker défini par :

$$\begin{cases} \delta_{ij} = 0 & \text{si } i \neq j \\ \delta_{ij} = 1 & \text{si } i = j \end{cases} \quad (1.20)$$

De plus, la notation d'Einstein, qui consiste à effectuer une somme sur l'indice muet qui est répété dans l'expression, a été adoptée :

$$\epsilon_{kk} = \sum_{k=1}^3 \epsilon_{kk} = \epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33} = \text{trace}(\underline{\underline{\epsilon}}) \quad (1.21)$$

1.2.1.2 Thermoélasticité

Si, à partir d'une température de référence T_0 , une variation de température $\Delta T = T - T_0$ est imposée au matériau, la thermodépendance des paramètres d'élasticité doit être prise en compte. D'après les courbes de la figure 1.2 (Van Iseghem, 2000), le module d'Young diminue alors que le coefficient de Poisson augmente quand la température augmente.

De plus, lorsque la température augmente, l'énergie thermique augmente elle aussi et les atomes sont soumis à des vibrations plus importantes : le volume qu'ils occupent sera donc plus important et réciproquement. Ceci donne naissance à une déformation thermique induite par le phénomène de dilatation thermique. Celle-ci est caractérisée par deux coefficients de dilatation, définis ci-après, l'un linéaire (β_l), caractérise l'augmentation moyenne de longueur l liée à un gradient thermique ; l'autre cubique ou volumique (β_v), caractérise l'augmentation moyenne de volume $\mathcal{V}$. Pour un corps non contraint la dilatation est isotrope et identique dans les trois directions.

$$\beta_l = \frac{1}{l_0} \frac{\partial l}{\partial T} \quad (1.22)$$

$$\beta_v = \frac{1}{\mathcal{V}_0} \frac{\partial \mathcal{V}}{\partial T} = 3\beta_l \quad (1.23)$$

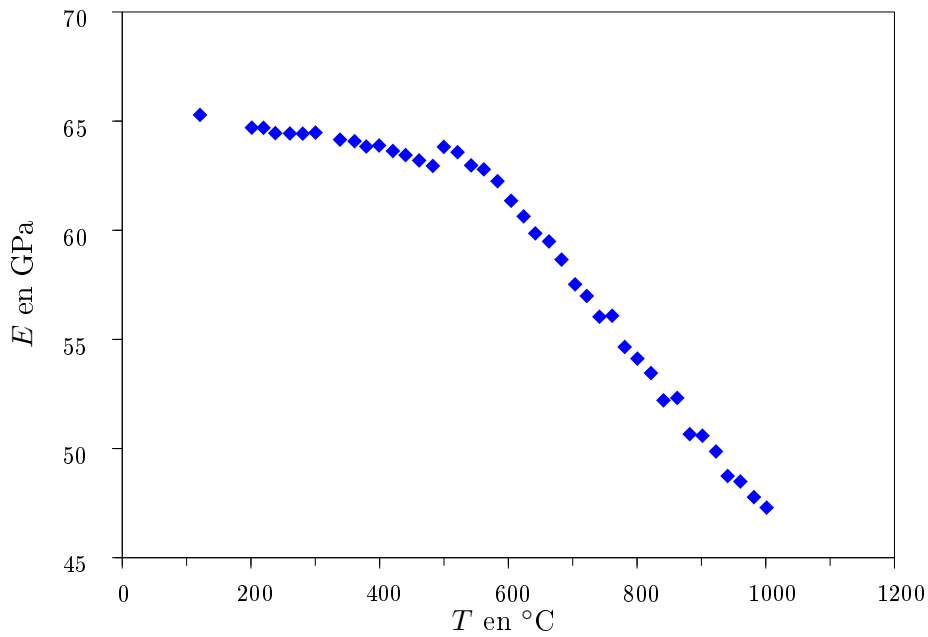
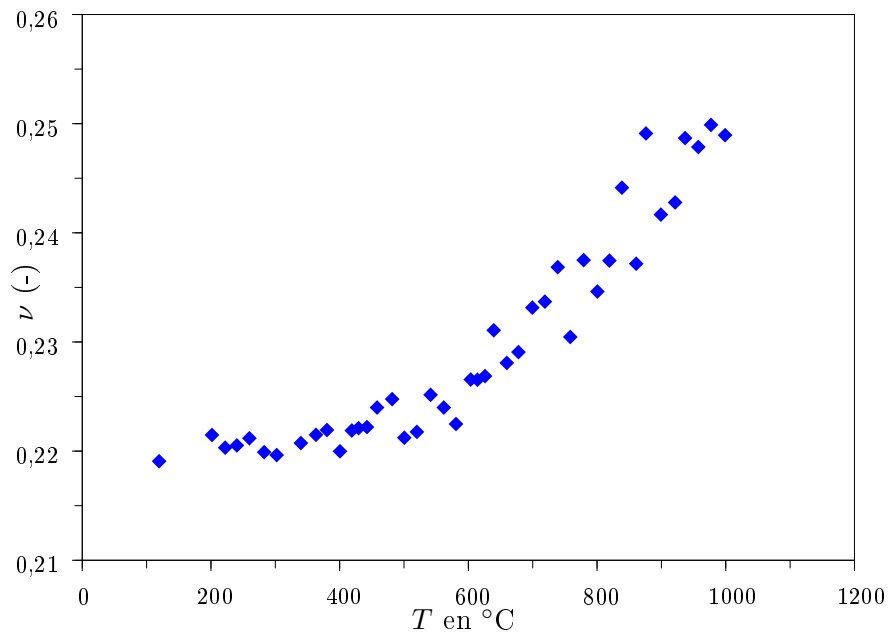
(a) Module d'Young E en fonction de la température(b) Coefficient de Poisson ν en fonction de la température

FIGURE 1.2 – Paramètres d'élasticité en fonction de la température pour un verre Saint-Gobain silico-sodo-calcique, obtenues expérimentalement par méthode de Brillouin à hautes fréquences (Van Iseghem, 2000)

β_v est le coefficient de dilatation volumique qui s'exprime en K^{-1} . Dans le cas du verre, ce coefficient diffère selon la température : en-dessous de la transition vitreuse on parle de coefficient solide et au-dessus de coefficient liquide. Ils sont caractéristiques du comportement viscoélastique du verre, et de la transition vitreuse. Ce paramètre est décrit en détail dans le chapitre 3.

La déformation totale du matériau s'écrit :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}_{\text{mécanique}} + \underline{\underline{\epsilon}}_{\text{thermique}} \quad (1.24)$$

avec $\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{mécanique}}$ qui découle de la loi de comportement (1.19) et $\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{thermique}}$ la déformation dite « thermique » qui s'écrit :

$$\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{thermique}} = \frac{\beta_v}{3} \Delta T \underline{\underline{I}} \quad (1.25)$$

où ΔT l'écart de température en K, entre la température T au point du matériau considéré et la température de référence du matériau T_0 pour laquelle les contraintes et déformations sont nulles.

Au final, la loi de comportement d'un matériau thermoélastique est donnée par la loi de Hooke-Duhamel :

$$\begin{aligned} \epsilon_{ij} &= \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} + \frac{\alpha}{3} \Delta T \delta_{ij} & 1 \leq i, j \leq 3 \\ \sigma_{ij} &= 2\mu \epsilon_{ij} + \lambda \epsilon_{kk} \delta_{ij} - (3\lambda + 2\mu) \frac{\alpha}{3} \Delta T \delta_{ij} & 1 \leq i, j \leq 3 \end{aligned} \quad (1.26)$$

1.2.2 Comportement à haute température (supérieure à 650°C)

À température élevée, le verre devient visqueux et il est alors considéré comme un fluide newtonien. Il peut être modélisé en utilisant la mécanique des fluides et les équations de Navier-Stokes, comme cela a été fait par Stockes (1998). L'autre approche consiste à rester en modèle solide en représentant le verre par un solide purement visqueux, conformément à ce qui a été présenté en introduction. Quelle que soit l'approche considérée, le verre à haute température présente une déformation permanente qui lui vaut souvent la qualification de comportement plastique ou viscoplastique dans la littérature, quelquefois aussi appelé liquide newtonien visqueux. Le tenseur des contraintes, comme tout tenseur peut être décomposé en une partie sphérique et une partie déviatorique.

$$\sigma_{ij}(t) = \sigma_{ij}^s(t) + \sigma_{ij}^d(t) \quad (1.27)$$

avec :

$$\sigma_{ij}^s(t) = \frac{1}{3} \sigma_{kk}(t) \delta_{ij}(t) \quad (1.28)$$

$$\sigma_{ij}^d(t) = \sigma_{ij}(t) - \frac{1}{3} \sigma_{kk}(t) \delta_{ij}(t) \quad (1.29)$$

Cette écriture, classiquement utilisée en élasticité linéaire, est tout à fait transposable à la viscoélasticité et présente l'avantage de donner un sens physique au tenseur étudié. Ainsi, la partie sphérique exprime le phénomène hydrostatique de dilatation¹, tandis que la partie déviatorique traduit le phénomène de cisaillement². Il s'agit de plus de deux essais mécaniques classiquement utilisés pour caractériser le comportement d'un matériau. L'hypothèse d'incompressibilité du fluide permet d'introduire une contrainte sphérique constante ou pression hydrostatique p et en

¹ i.e. de variation de volume sans changer de forme

² i.e. changement de forme à volume constant

considérant le verre comme un matériau viscoplastique ou fluide newtonien (Cesar De Sa, 1986 ; Feulvarch *et al.*, 2005) ; les deux composantes de contrainte se modélisent alors comme suit :

$$\sigma_{ij}^s(t) = p\delta_{ij}(t) \quad (1.30)$$

$$\sigma_{ij}^d(t) = 2\eta\dot{e}_{ij}(t) \quad (1.31)$$

Le caractère viscoplastique du matériau a été discuté en introduction, nous considérons pour notre part que le terme « comportement visqueux » est plus approprié. La notion de plasticité évoquée implique souvent dans les codes d'éléments finis, comme dans les modèles, l'utilisation de la contrainte équivalente et de l'incrément de déformation au sens de Von Mises :

$$\bar{\sigma}_{ij} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}} \quad (1.32)$$

$$\bar{\dot{e}}_{ij} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{e}_{ij} \dot{e}_{ij}} \quad (1.33)$$

On retrouve alors la relation reprise par Yi et Jain (2005) :

$$\bar{\sigma}_{ij} = 3\eta\bar{\dot{e}}_{ij} \quad (1.34)$$

La viscosité, paramètre clef de ce modèle, dépend de la température et elle est étroitement liée à la transition vitreuse. De nombreux modèles ont été développés pour décrire les variations de la viscosité avec la température. Deux modèles font office de référence. Si le verre est amorphe et en dessous de la température de transition vitreuse, le modèle de Eyring qui utilise la loi d'Arrhénius est préconisé :

$$\eta(T) = \eta_0 \exp\left(-\frac{\Delta H}{k_B T}\right) \quad (1.35)$$

où k_B est la constante de Boltzmann, ΔH l'enthalpie d'activation et T la température en K.

Lorsque le verre se « liquéfie », on parle alors d'état d'équilibre métastable, la loi précédente ne permet plus de décrire correctement les variations de viscosité avec la température. Dans ce cas, la loi empirique de Vogel-Fulcher-Tamman ou VFT qui s'écrit comme suit est plus adaptée :

$$\log(\eta(T)) = A + \frac{B}{T - T_0} \quad (1.36)$$

où A , B et T_0 sont des coefficients empiriques, sans signification physique, ajustés aux mesures par méthode des moindres carrés.

Avec ces deux lois, la thermodépendance en température est alors correctement prise en compte selon que l'on est en-dessous ou au-dessus de la température de transition vitreuse T_g .

1.2.3 Comportement aux températures intermédiaires (comprises entre 400 et 700°C)

Dans le domaine de température intermédiaire ($400^\circ\text{C} \leq T \leq 700^\circ\text{C}$), le verre subit un écoulement limité appelé **viscoélasticité**. Celle-ci permet le passage entre les états solide et liquide et dépend fortement de la température. Les paramètres classiques du solide et du liquide (module d'Young, viscosité...) ne suffisent pas à caractériser le comportement du matériau, la viscoélasticité nécessite de définir des paramètres et des coefficients propres supplémentaires.

Dans le cadre de cette étude, nous nous intéresserons uniquement à la viscoélasticité linéaire. Le caractère linéaire de la viscoélasticité est communément admis pour le verre (Guillemet et Barton, 2005). Cette hypothèse implique que pour une température fixée et un verre stabilisé, les coefficients de la loi de comportement sont invariants au cours du temps, indépendants de l'intensité de la sollicitation appliquée.

1.2.3.1 Écriture générale de la loi de comportement

Les lois de comportement viscoélastique linéaire s'écrivent de manière analogue à celle de l'élasticité linéaire (1.9) ; elles dépendent du temps et de la vitesse de déformation, comme on peut le voir dans la formulation de Boltzmann (Salençon, 1983) :

$$\begin{aligned}\underline{\underline{\epsilon}}(t) &= \underline{\underline{S}}(t) \otimes \underline{\underline{\sigma}}(t) = \int_{-\infty}^t \underline{\underline{S}}(t-\tau) \dot{\underline{\underline{\sigma}}}(\tau) d\tau = \int_{-\infty}^t \dot{\underline{\underline{S}}}(t-\tau) \underline{\underline{\sigma}}(\tau) d\tau \\ \underline{\underline{\sigma}}(t) &= \underline{\underline{C}}(t) \otimes \underline{\underline{\epsilon}}(t) = \int_{-\infty}^t \underline{\underline{C}}(t-\tau) \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}(\tau) d\tau = \int_{-\infty}^t \dot{\underline{\underline{C}}}(t-\tau) \underline{\underline{\epsilon}}(\tau) d\tau\end{aligned}\quad (1.37)$$

où $\underline{\underline{S}}$ et $\underline{\underline{C}}$ sont appelées tenseurs de fonctions noyaux.

L'analogie entre les relations d'élasticité (1.9) et de viscoélasticité (1.37) linéaires apparaît grâce à l'équivalence entre le produit de convolution de Stieltjes, noté $\otimes$, utilisé pour des lois viscoélastiques et le produit tensoriel « simple » utilisé en élasticité. De plus, dans le domaine de Laplace ou Laplace-Carlson, la loi viscoélastique (1.37) se ramène en fait à une loi dite « pseudo-élastique » puisqu'elle s'exprime avec un produit tensoriel simple.

$$\mathcal{L}(\underline{\underline{\epsilon}}(t)) = \mathcal{L}(\underline{\underline{S}}(t)) \mathcal{L}(\underline{\underline{\sigma}}(t)) \text{ soit } \underline{\underline{\epsilon}}(p) = \underline{\underline{S}}(p) \underline{\underline{\sigma}}(p) \quad (1.38)$$

On peut montrer que les lois de comportement en viscoélasticité linéaire s'écrivent sous la même forme que les lois élastiques (1.19), pour un matériau isotrope (Lemaitre et Chaboche, 2004) :

$$\begin{aligned}\epsilon_{ij}(t) &= \int_{-\infty}^t \left(\frac{1}{E(t-\tau)} + \frac{\nu(t-\tau)}{E(t-\tau)} \right) \dot{\sigma}_{ij}(\tau) d\tau - \int_{-\infty}^t \frac{\nu(t-\tau)}{E(t-\tau)} \dot{\sigma}_{kk}(\tau) \delta_{ij} d\tau \\ \sigma_{ij}(t) &= \int_{-\infty}^t 2\mu(t-\tau) \dot{\epsilon}_{ij}(\tau) d\tau + \int_{-\infty}^t \lambda(t-\tau) \dot{\epsilon}_{kk}(\tau) \delta_{ij} d\tau\end{aligned}\quad (1.39)$$

1.2.3.2 Décomposition en parties sphérique et déviatorique

La décomposition en partie sphérique et déviatorique introduit un sens physique aux grandeurs comme cela a été dit précédemment ; elle est appliquée aux tenseurs des contraintes et des déformations, selon les relations respectives (1.28), (1.29) et (1.27).

L'isotropie ainsi que l'analogie avec l'élasticité linéaire, qui permettent de séparer les tenseurs de contrainte et déformation en partie sphérique et déviatorique, conduisent à introduire les lois de comportement viscoélastique linéaire sous la forme suivante issue de la combinaison des relations (1.39), (1.28) et (1.29) :

$$\begin{aligned}\epsilon_{ij}(t) &= \int_{-\infty}^t S_d(t-\tau) \dot{\sigma}_{ij}^d(\tau) d\tau + \int_{-\infty}^t S_s(t-\tau) \dot{\sigma}_{ij}^s(\tau) d\tau \\ \sigma_{ij}(t) &= \int_{-\infty}^t C_d(t-\tau) \dot{\epsilon}_{ij}^d(\tau) d\tau + \int_{-\infty}^t C_s(t-\tau) \dot{\epsilon}_{ij}^s(\tau) d\tau\end{aligned}\quad (1.40)$$

Ainsi par identification, il est possible de regrouper ces fonctions selon leur interprétation physique, à savoir que $C_d(t)$ et $S_d(t)$ sont les modules de cisaillement et $C_s(t)$ et $S_s(t)$ ceux de dilatation ou compression³.

Au delà des relations constitutives (1.40), ce sont surtout ces fonctions noyaux qui nous intéresseront : elles définissent complètement le comportement du matériau.

³d pour déviatorique et s pour sphérique

1.2.4 Modélisation des fonctions noyaux

De nombreux modèles rhéologiques ont été développés pour rendre compte du comportement complexe de certains matériaux viscoélastiques, en particulier le verre, et pour modéliser les fonctions noyaux : ils peuvent être empiriques, thermodynamiques, statistiques ou basés sur des modèles analogiques. Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi de nous appuyer sur les modèles analogiques. Ils sont basés sur l'assemblage d'éléments rhéologiques élémentaires : ressorts et amortisseurs dans notre cas.

Le ressort

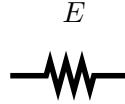


FIGURE 1.3 – Représentation analogique d'un solide hookéen ou élastique parfait

Encore appelé solide Hookéen, il est défini comme suit :

$$\sigma = E\epsilon \quad (1.41)$$

La contrainte est donc directement proportionnelle à la déformation et réciproquement.

L'amortisseur

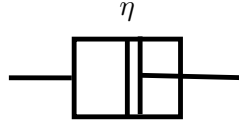


FIGURE 1.4 – Représentation analogique d'un fluide newtonien encore appelé solide visqueux

Décrit par la loi de Newton, son comportement correspond à celui du fluide Newtonien :

$$\sigma = \eta \dot{\epsilon} \quad (1.42)$$

La contrainte est donc directement proportionnelle à la vitesse de déformation.

1.2.4.1 Caractérisation expérimentale

La caractérisation du comportement d'un matériau passe immanquablement par une phase d'observation et donc d'essais expérimentaux. Au cours de ce paragraphe, nous allons décrire la réponse du verre à quelques essais classiques au travers de résultats bibliographiques, ce qui nous permettra de choisir le modèle analogique permettant la meilleure description du comportement du verre aux températures intermédiaires.

Essai de fluage et de relaxation

Pour caractériser le comportement rhéologique en statique d'un matériau viscoélastique, les essais les plus couramment utilisés sont les essais de fluage et de relaxation. Du point de vue de la modélisation, ces essais permettent de déterminer les expressions de C^i et S^{i4} les mieux adaptés

⁴i représentant les lettres **s** et **d** pour sphérique et déviatorique et donc le comportement sous pression hydrostatique ou en cisaillement

physiquement et mathématiquement. Ils vont donc constituer ici les deux outils principaux de mise en évidence des différentes lois de comportement correspondant au modèle étudié.

Le fluage correspond à la réponse en déformation d'un matériau soumis à l'application d'un échelon de **contrainte** de valeur σ_0 . La relaxation est en quelque sorte l'essai réciproque, à savoir la réponse en contrainte du matériau suite à l'application d'un échelon de **déformation** de valeur ϵ_0 .

Si la sollicitation de fluage est appliquée en « créneau », pendant un temps t_1 on parle d'essai de fluage-recouvrance.

$$\sigma = \sigma_0 \quad \forall t \in [0; t_1] \quad (1.43)$$

$$\sigma = 0 \quad \forall t \in]t_1; +\infty[\quad (1.44)$$

Au-delà du temps t_1 , après lequel la sollicitation mécanique n'est plus appliquée, la déformation décroît : c'est le phénomène de recouvrance. Celle-ci peut être partielle, la déformation tend vers une valeur résiduelle non nulle ou au contraire totale, la déformation résiduelle est alors nulle. Dans notre cas précis ces sollicitations seront appliquées respectivement en cisaillement et en tension/pression hydrostatique.

Nous avons choisi, au paragraphe 1.2.3.2, d'exprimer la loi de comportement de manière plus physique en découplant le comportement hydrostatique du cisaillement, c'est pourquoi nous nous intéresserons ici à la modélisation des modules de cisaillement et de pression hydrostatique, lors d'essais de relaxation et fluage. Quelques résultats d'essais expérimentaux de ce type, appliqués au verre et réalisés à différentes températures autour de la transition vitreuse sont représentés schématiquement ici (Duffrene, 1994).

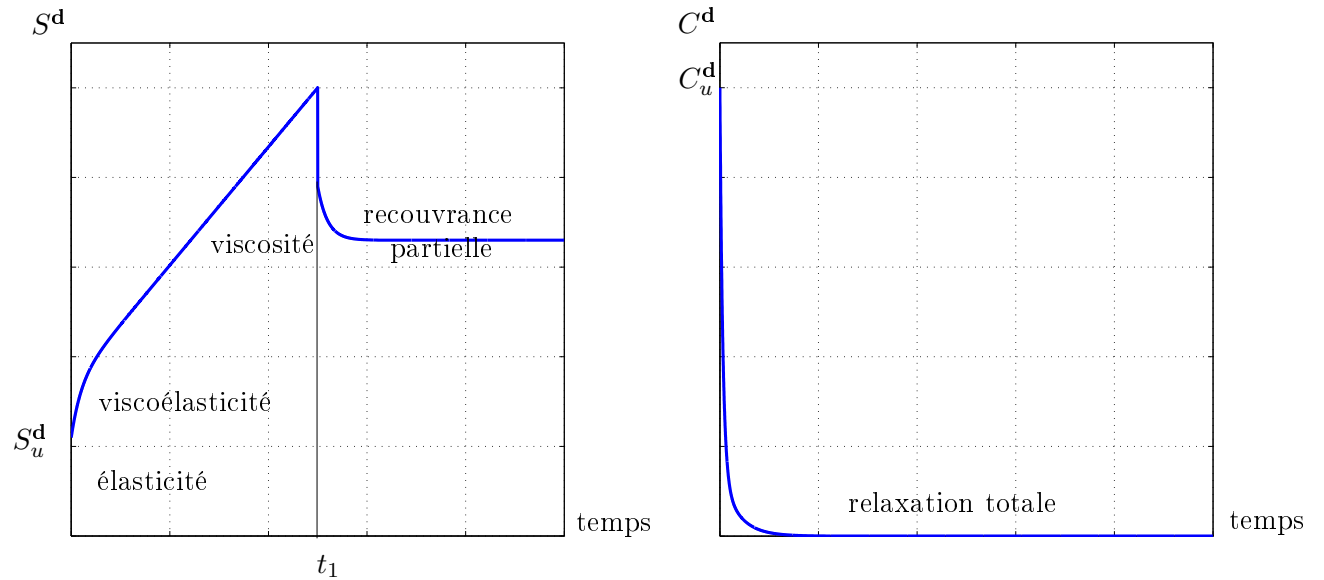


FIGURE 1.5 – Évolution schématique du module de cisaillement en fluage et relaxation, d'après Duffrene (1994)

Sur les figures 1.5 et 1.6 sont tracés les modules $S^{d,s}$ et $C^{d,s}$, respectivement appelés fonction de retard et fonction de relaxation de la contrainte tels que :

$$S^i(t) = \frac{\epsilon^i(t)}{\sigma_0^i} \quad \text{et} \quad C^i(t) = \frac{\sigma^i(t)}{\epsilon_0^i}$$

On constate sur les schémas que :

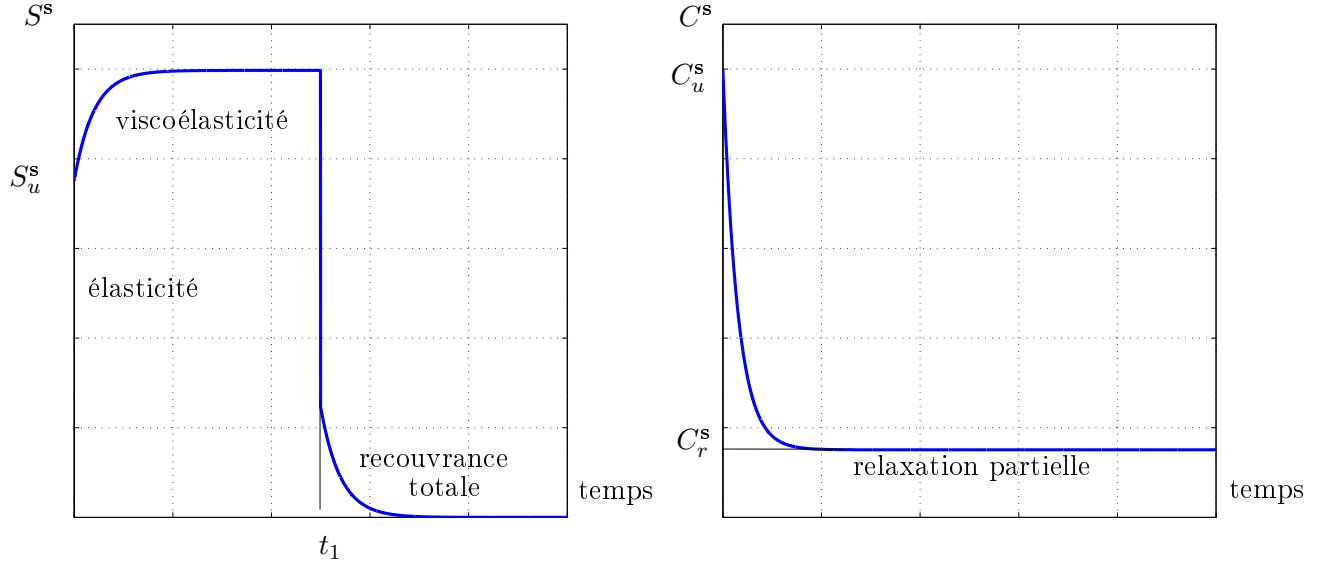


FIGURE 1.6 – Évolution schématique du module de pression hydrostatique en fluage et relaxation (Duffrene, 1994)

- pour $t = 0$:
 $C^d(0) = C_u^d$ et $C^s(0) = C_u^s$
 $S^d(0) = S_u^d$ et $S^s(0) = S_u^s$ ⁵

Ces modules correspondent à la réponse élastique instantanée du verre respectivement en relaxation et fluage pour chacun des essais.

- pour $t \rightarrow +\infty$:
 $C^d(+\infty) = 0$, la relaxation des contraintes est totale.
 $C^s(+\infty) = C_r^s$, la relaxation des contraintes est partielle, le module C_r^s indique des contraintes résiduelles au sein du verre⁶.
 $S^d(+\infty)$ tend vers un comportement linéaire en fluage qui traduit la déformation visqueuse. Lors d'un essai de recouvrance, cette composante visqueuse induit une déformation résiduelle, comme le montre la figure 1.5.
 $S^s(+\infty) = S_r^s$, ceci correspond en fluage à la déformation viscoélastique limite qui s'annule lors d'un essai de recouvrance.

Le qualificatif « plastique » n'est volontairement pas employé ici pour décrire le comportement en cisaillement. En effet, celui-ci porte à confusion car la communauté des mécaniciens est divisée à ce sujet : pour certains mécaniciens plutôt théoriciens il décrit un comportement à seuil alors que pour d'autres plutôt expérimentaux il décrit un comportement visqueux comme c'est le cas ici. Nous avons choisi de qualifier le comportement du verre de viscoélastique, et non viscoplastique, en prenant garde d'insister sur le comportement visqueux qui apparaît en cisaillement *a contrario* du comportement hydrostatique.

L'analyse des réponses présentées ici peut se traduire mathématiquement par les équations suivantes (Duffrene, 1994) :

$$S^d(t) = S_u^d + S_r^d(1 - \Phi_d(t)) + \frac{t}{2\eta} \quad (1.45)$$

$$S^s(t) = S_u^s + (S_r^s - S_u^s)(1 - \Phi_s(t)) \quad (1.46)$$

où les $\Phi_i(t)$ sont les fonctions de fluage normalisées respectivement en cisaillement pur et pression hydrostatique.

⁵où u signifie *unrelaxed* ou instantané.

⁶où r signifie *relaxed* ou relaxé.

De la même façon en fluage on montre que :

$$C^d(t) = C_u^d \Psi_d(t) \quad (1.47)$$

$$C^s(t) = 3C_r^s - 3(C_r^s - C_u^s) \Psi_s(t) \quad (1.48)$$

où $\Psi_i(t)$ sont les fonctions de relaxation normalisées de contraintes.

Le module sphérique présente donc une réponse au fluage qui se décompose en une partie élastique instantanée suivie d'un comportement viscoélastique dépendant de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$; lors d'un essai de recouvrance, la déformation résiduelle est nulle, il y a recouvrance totale alors qu'il reste une contrainte résiduelle lors d'un essai de relaxation.

Le module déviatorique présente un comportement en fluage comparable : élastique instantané puis viscoélastique mais auquel vient s'ajouter la déformation visqueuse linéaire qui donne lieu à une déformation résiduelle (recouvrance partielle) lors d'un essai de recouvrance. En revanche en relaxation, le matériau ne présentera pas de contraintes résiduelles.

Le comportement macroscopique du matériau décrit ici est en réalité induit par l'ensemble des phénomènes microscopiques auxquels il est soumis. Cette infinité de mécanismes apparaît successivement pour des temps intermédiaires d'équilibre de la structure appelé temps de relaxation ou temps de retard définis comme le temps de mise en équilibre de la structure du verre à une température donnée. Dimensionnellement, ils correspondent au rapport d'une viscosité sur un module d'Young :

$$\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}, i = 1, 2, \dots + \infty \quad (1.49)$$

Pour que le modèle soit parfaitement en adéquation avec la réponse expérimentale, la distribution des temps de relaxation (ou temps caractéristiques) doit correspondre à un spectre continu composé d'une infinité de τ_i . En pratique, un spectre discret est généralement suffisant pour que le modèle rende correctement compte de la réponse du matériau réel.

Nous allons donc nous attacher à donner une expression explicite des différents modules qui viennent d'être présentés en nous basant sur les modèles analogiques.

1.2.4.2 Les modèles viscoélastiques analogiques classiques

Tout comportement viscoélastique peut être décrit par un assemblage en série et/ou en parallèle de ressorts et d'amortisseurs comme le montrent les paragraphes suivants.

Modèle de Maxwell simple

– Représentation analogique (figure 1.7)

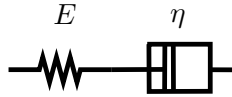


FIGURE 1.7 – Schéma analogique du modèle de Maxwell

– Équation constitutive

Elle peut prendre deux formes selon les paramètres utilisés :

$$\frac{\sigma}{\eta} + \frac{\dot{\sigma}}{E} = \dot{\epsilon} \text{ ou } \sigma + \tau \dot{\sigma} = \tau E \dot{\epsilon} \quad (1.50)$$

où τ représente un temps de caractéristique⁷ défini par : $\tau = \frac{\eta}{E}$

⁷de retard en fluage et de relaxation sinon

- Réponse en fluage

La réponse en déformation consécutive à une contrainte constante imposée représente en fait les souplesses⁸ ou fonctions S_s ou $d(t)$ à la constante σ_0 près.

$$S(t) = \frac{1}{E} + \frac{t}{\eta} \quad (1.51)$$

- Réponse en relaxation

$$C(t) = E \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (1.52)$$

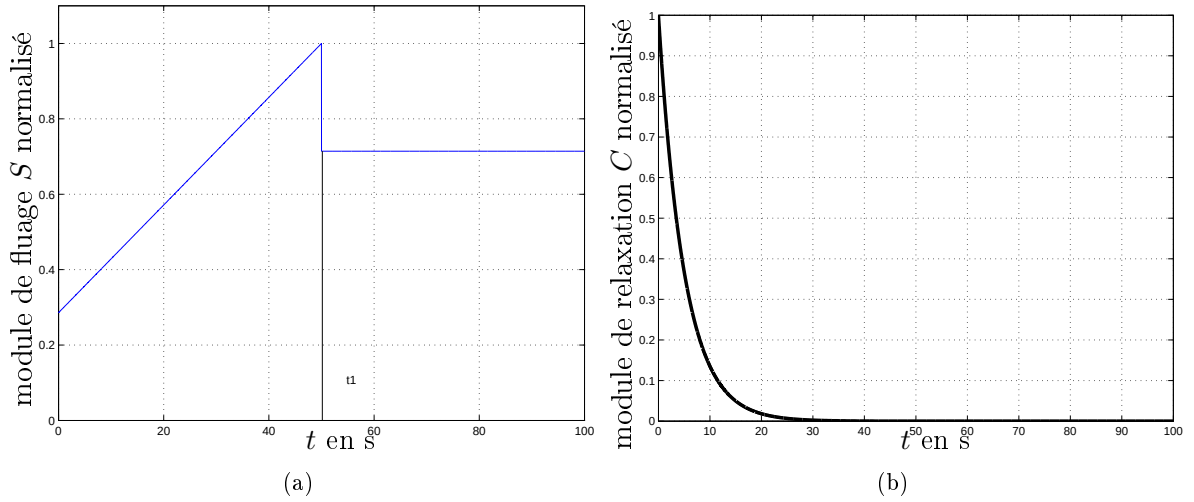


FIGURE 1.8 – Modèle de Maxwell : modules de fluage et de relaxation normalisés

Modèle de Kelvin-Voigt simple

- Représentation analogique (figure 1.9)

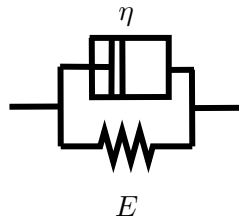


FIGURE 1.9 – Schéma analogique du modèle de Kelvin-Voigt

- Équation constitutive

Elle peut prendre deux formes selon les paramètres utilisés :

$$\sigma = E\epsilon + \eta\dot{\epsilon} \text{ ou } \epsilon + \tau\dot{\epsilon} = \frac{1}{E}\sigma \quad (1.53)$$

Dans le deuxième cas on définit le temps de relaxation ou temps caractéristique $\tau = \frac{\eta}{E}$.

⁸et on parlera de module en relaxation

– Réponse en fluage

$$S(t) = \frac{1}{E} \left[1 - \exp \left(-\frac{t}{\tau} \right) \right] \quad (1.54)$$

– Réponse en relaxation

$$C(t) = E \quad (1.55)$$

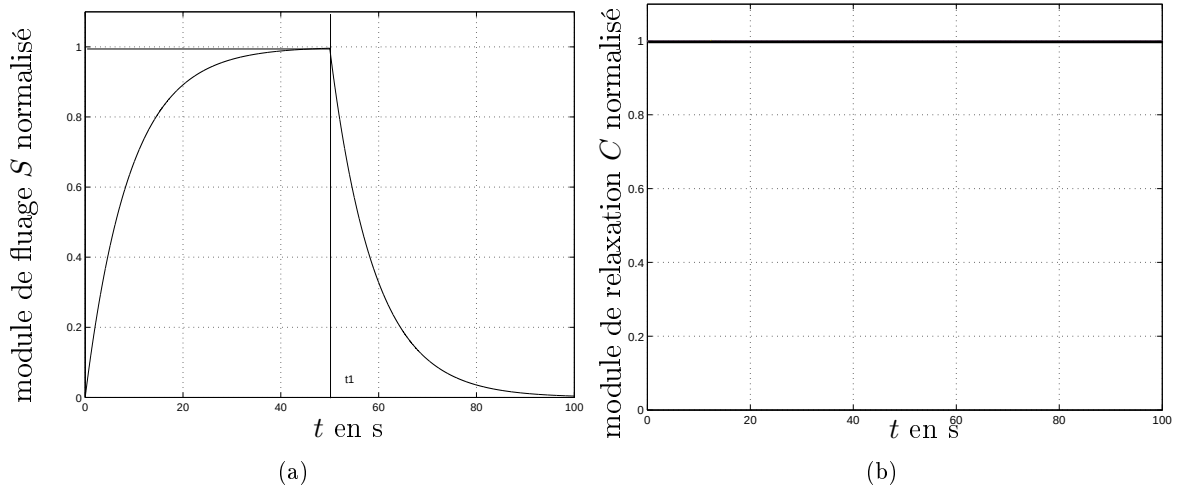


FIGURE 1.10 – Modèle de Kelvin-Voigt : modules de fluage et de relaxation normalisés

De manière évidente, ces deux modèles ne permettent pas de modéliser les comportements décrits par (Duffrene, 1994) et repris au paragraphe 1.2.4.1, puisque les réponses en fluage et relaxation ne coïncident aucunement. Afin d'affiner la modélisation et d'obtenir des réponses plus conformes aux résultats expérimentaux présentés figures 1.5 et 1.6, des combinaisons analogiques plus complexes doivent être envisagées en se basant sur celles présentées précédemment. Nous présentons ici les modèles les plus couramment rencontrés pour décrire les comportements viscoélastiques du verre (Zarzycki, 1982) et (Guillemet et Barton, 2005), en gardant pour objectif de décrire les modules de cisaillement et de pression hydrostatique.

Modèle de Zener ou Poynting-Thomson

– Représentations analogiques (figure 1.11)

Il s'agit d'ajouter un élément ressort aux modèles précédents. Deux possibilités de modèles analogiques existent mais sont équivalentes de part leurs équations constitutives et leurs réponses respectives en fluage et relaxation.

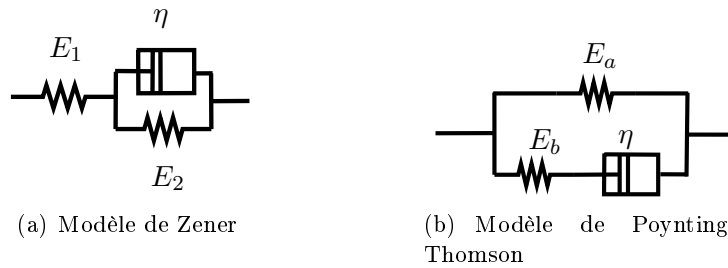


FIGURE 1.11 – Schémas analogiques des modèles de Zener et Poynting-Thomson

– Équations constitutives

Voici les deux formes selon le modèle utilisé :

$$\begin{aligned}\epsilon + \tau_2 \dot{\epsilon} &= \frac{E_1 + E_2}{E_1 E_2} \sigma + \frac{\tau_2}{E_1} \dot{\sigma} \\ \sigma + \tau_b \dot{\sigma} &= E_a \epsilon + \tau_b (E_a + E_b) \dot{\epsilon}\end{aligned}\quad (1.56)$$

En posant les relations suivantes, on montre l'équivalence des deux modèles :

$$E_a = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2} ; E_b = \frac{E_1^2}{E_1 + E_2} ; \tau_b = \tau_2 \frac{E_1 + E_2}{E_2} = \frac{\eta}{E_1 + E_2} \quad (1.57)$$

– Réponse en fluage

$$S(t) = \frac{1}{E_2} \left[1 - \exp\left(\frac{-t}{\tau_2}\right) \right] + \frac{1}{E_1} \quad (1.58)$$

– Réponse en relaxation

$$C(t) = E_a + E_b \exp\left(\frac{-t}{\tau_b}\right) \quad (1.59)$$

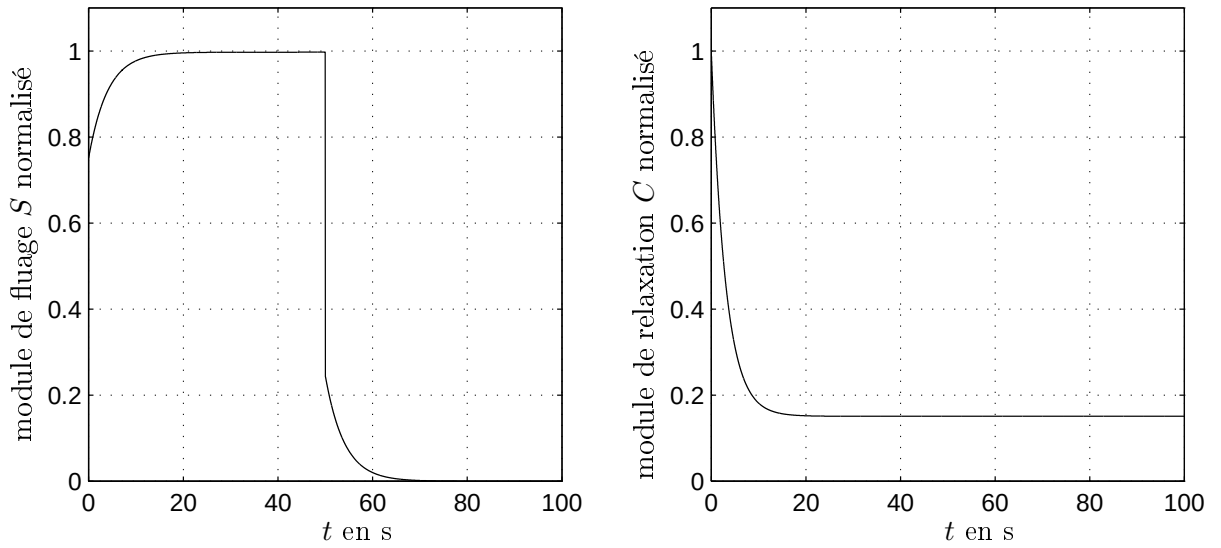


FIGURE 1.12 – Modèle de Zener : modules de fluage et de relaxation normalisés

Le modèle de Zener permet de décrire le comportement du verre soumis à un essai de pression hydrostatique en fluage et relaxation puisqu'on retrouve les deux comportements caractéristiques décrits au paragraphe 1.2.4.1.

La partie sphérique de la loi de comportement sera ainsi modélisée dans cette étude par un modèle analogue de Zener.

Cependant, ce modèle ne convient pas pour la partie déviatorique de la loi de comportement. C'est pourquoi un quatrième élément, qui devrait nous permettre de modéliser la partie visqueuse plastique, est ajouté : il s'agit donc d'un amortisseur supplémentaire.

1.2.4.3 Les modèles viscoélastiques analogiques à composante visqueuse

Toujours en nous basant sur la loi de Boltzmann, les modèles analogiques de base présentés à la section précédente peuvent être assemblés pour donner un modèle pour les fonctions noyaux plus

complexe pouvant rendre compte des trois comportements du matériau : élastique, viscoélastique et visqueux. En effet, en ajoutant au modèle viscoélastique de Zener un second amortisseur, une composante de déformation irréversible encore appelée plastique apparaît dans la réponse en fluage et en relaxation. Ce nouveau modèle existe sous deux formes, selon que le piston se place en parallèle ou en série, il s'agit respectivement des modèles de Maxwell double et Burger qui sont présentés ci-après.

Modèle de Maxwell double

- Représentation analogique (figure 1.13)

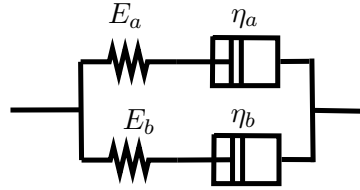


FIGURE 1.13 – Schéma analogique de Maxwell double

- Équation constitutive

$$\sigma + (\tau_a + \tau_b)\dot{\sigma} + \tau_a\tau_b\ddot{\sigma} = (\tau_a E_a + \tau_b E_b)\dot{\epsilon} + (E_a + E_b)\tau_a\tau_b\ddot{\epsilon} \quad (1.60)$$

Modèle de Burger

- Représentation analogique(figure 1.14)

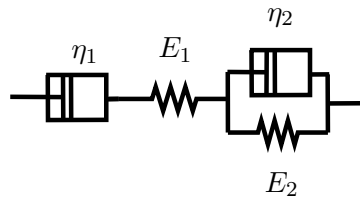


FIGURE 1.14 – Schéma analogique de Burger

- Équation constitutive

$$\sigma + \left(\tau_2 + \tau_1 \frac{E_1 + E_2}{E_2} \right) \dot{\sigma} + \tau_1\tau_2\ddot{\sigma} = \eta_1\dot{\epsilon} + \eta_1\tau_2\ddot{\epsilon} \quad (1.61)$$

Équivalence des deux modèles et réponses L'équivalence des deux modèles est assurée sous réserve que les relations suivantes entre les jeux de paramètres soient vérifiées :

$$\begin{aligned} \tau_1\tau_2 &= \tau_a\tau_b ; \eta_1 = \eta_a + \eta_b \\ \tau_2 + \tau_1 \frac{E_1 + E_2}{E_2} &= \tau_a + \tau_b ; \eta_1\tau_2 = (E_a + E_b)\tau_a\tau_b \end{aligned} \quad (1.62)$$

L'utilisateur privilégie en général le modèle de Burger pour analyser la réponse au fluage et le modèle de Maxwell double pour la relaxation du fait d'une certaine simplicité des expressions respectives et d'un sens physique qui transparait plus facilement au travers des équations.

Réponses en fluage et relaxation

– Réponse en fluage

$$S(t) = \frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \left[1 - \exp \left(-\frac{t}{\tau_2} \right) \right] + \frac{t}{\eta_1} \quad (1.63)$$

On retrouve bien les trois comportements caractéristiques du verre en cisaillement : la réponse élastique instantanée grâce au terme constant, la partie viscoélastique au travers de l'exponentielle, et la partie visqueuse avec le terme linéaire en temps. À l'infini, le verre tend vers le comportement fluide caractérisé par une déformation permanente, le terme linéaire est alors prépondérant par rapport à tous les autres termes.

– Réponse en relaxation

$$C(t) = E_a \exp \left(-\frac{t}{\tau_a} \right) + E_b \exp \left(-\frac{t}{\tau_b} \right) \quad (1.64)$$

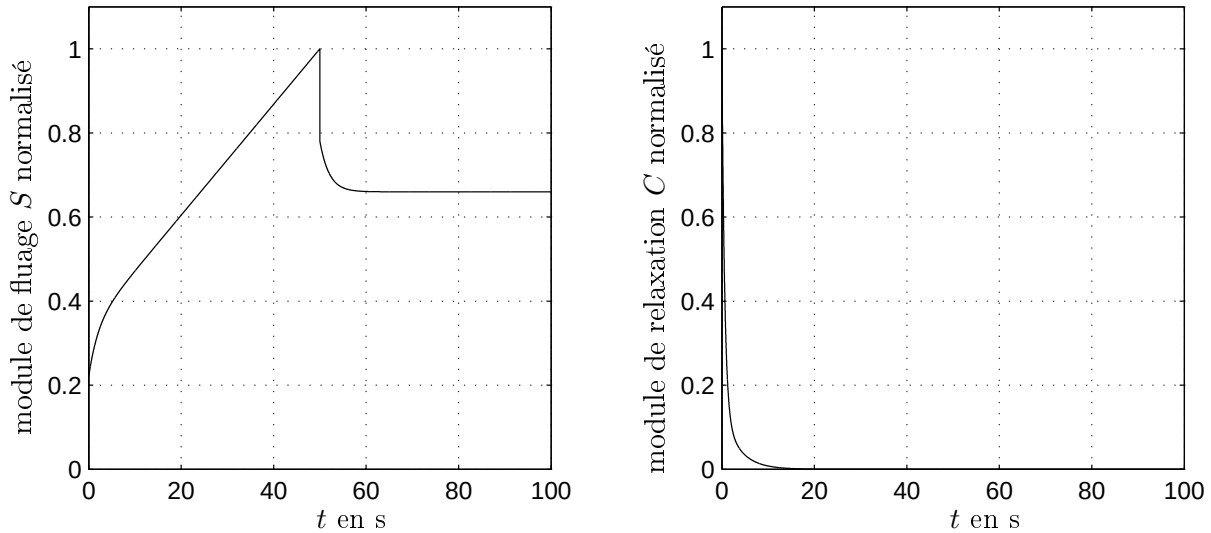


FIGURE 1.15 – Modèle de Burger : modules de fluage et de relaxation normalisés

La réponse en relaxation est elle aussi conforme aux résultats expérimentaux du paragraphe 1.2.4.1. Les modèles décrivent donc correctement le comportement en cisaillement du verre.

Jusqu'à présent, les modèles analogiques présentés ne présentent qu'une ou deux exponentielles au sein de leur fonction de fluage et relaxation. Bien sûr, nous venons de voir que la réponse de ces modèles aux différentes sollicitations sont qualitativement conformes aux résultats expérimentaux qui ont été présentés. Mais il est possible d'affiner ces modèles en multipliant les temps de relaxation donc en ajoutant des éléments aux modèles choisis. Il existe notamment deux modèles dits généralisés applicables au comportement en cisaillement du verre qui sont très intéressants dans notre cas⁹.

1.2.4.4 Le modèle de Maxwell généralisé

Il est obtenu en associant en parallèle n éléments de Maxwell caractérisés par leurs propres module d'Young E_i et viscosité η_i , comme le montre la figure 1.16

⁹Notons que le modèle de Zener peut tout aussi bien être généralisé pour affiner la réponse hydraulique.

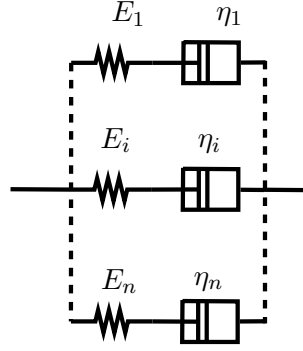


FIGURE 1.16 – Schéma d'un modèle de Maxwell généralisé

La règle d'additivité des contraintes dans le cas de branches parallèles conduit, pour la réponse à un échelon de déformation correspondant à un essai de relaxation de contrainte, à l'expression suivante :

$$C(t) = E \sum_{i=1}^n w_i \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) = \sum_{i=1}^n E_i \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) \quad (1.65)$$

où w_i sont des facteurs de pondération. Le module de relaxation du matériau est ainsi défini par une somme finie d'exponentielles étirées.

1.2.4.5 Le modèle de Burger généralisé

Il est obtenu en associant en série un élément de Maxwell et n éléments de Kelvin-Voigt, *cf.* figure 1.17, chacun étant caractérisé par un couple de paramètres (τ_i, E_i) .

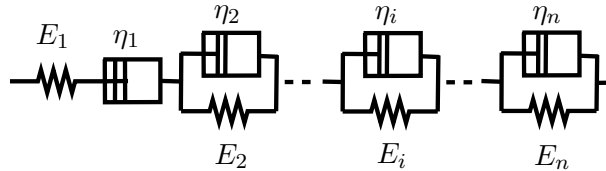


FIGURE 1.17 – Schéma d'un Burger généralisé

Pour ce modèle la réponse en fluage s'écrit :

$$S(t) = \left[\frac{1}{E_1} + \sum_{i=2}^n \frac{1}{E_i} \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) \right) + \frac{t}{\eta_1} \right] \quad (1.66)$$

Cette expression fait apparaître explicitement les trois comportements caractéristiques donnés dans la relation (1.46).

Les modèles de Burger et Maxwell généralisés peuvent être considérés comme équivalents (Guillemet et Barton, 2005) et conviennent donc tous deux pour modéliser le comportement viscoélastique du verre en cisaillement pur. Duffrene (1994) a montré que le modèle de Maxwell à six branches ou son équivalent en Burger, suffit à décrire le comportement du verre en cisaillement dans le domaine des températures intermédiaires.

1.2.5 Effet de la température : thermoviscoélasticité

1.2.5.1 Simplicité thermorhéologique du verre

Par définition, un matériau viscoélastique est dit thermorhéologiquement simple s'il présente les mêmes comportements à différentes températures et que seule la vitesse des mécanismes microstructuraux de réorganisation (par l'intermédiaires des temps de relaxation par exemple) varie avec la température. Ainsi, un changement de température peut être pris en compte par un changement d'échelle de temps.

De nombreux auteurs s'accordent à dire que le verre **stabilisé** peut être considéré comme thermorhéologiquement simple dans une plage de températures autour de la transition vitreuse (Zarzycki, 1982 ; Guillemet et Barton, 2005 ; Scholze, 1980). Aux basses températures, des discussions perdurent sur la validité de cette propriété. Nous ferons l'hypothèse dans cette étude que le comportement thermorhéologiquement simple s'applique sur toute la plage de températures du thermoformage. Celle-ci permet donc, connaissant le comportement mécanique à une température $T_{\text{réf}}$ (et les paramètres des modèles correspondant), de le (les) transposer à n'importe quelle température T . Ceci peut être illustré par les résultats de Kurkjian (1963) repris sur la figure 1.18 qui représente les modules de relaxation normalisés à différentes températures en fonction du temps. Les courbes de relaxation représentées en échelle temporelle logarithmique présentent bien la même allure.

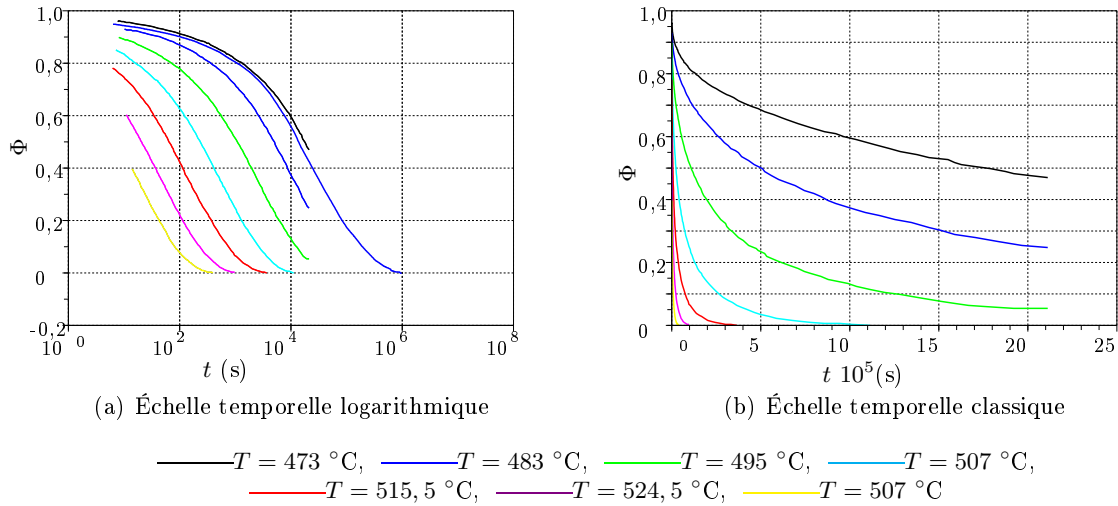


FIGURE 1.18 – Représentation de modules de relaxation normalisés à différentes températures en fonction du temps, d'après Kurkjian (1963)

Il découle de cette propriété la « fonction changement » ou « facteur décalage » notée Φ . Celle-ci est classiquement définie par la relation de type Arrhénius :

$$\Phi(T) = \frac{\eta(T)}{\eta_{\text{réf}}} = \exp \left[-\frac{\Delta H}{R} \left(\frac{1}{T_{\text{réf}}} - \frac{1}{T} \right) \right] \quad (1.67)$$

$T_{\text{réf}}$ est la température de référence à laquelle le comportement mécanique du matériau est connu, et dont la viscosité est $\eta_{\text{réf}}$; T est la température de travail, caractérisée par une viscosité η ; ΔH est l'énergie d'activation et R la constante des gaz parfaits.

Cette fonction permet la modification (ou décalage) de l'échelle de temps en introduisant un temps réduit ξ ou temps fictif, défini par la relation :

$$d\xi = \phi(T)dT \quad (1.68)$$

Il est alors possible de caler ce faisceau de courbes sur une courbe maîtresse qui n'est autre que la fonction de relaxation à la température de référence $T_{\text{réf}}$, cf. figure 1.19. On dispose ainsi d'une équivalence temps-température.

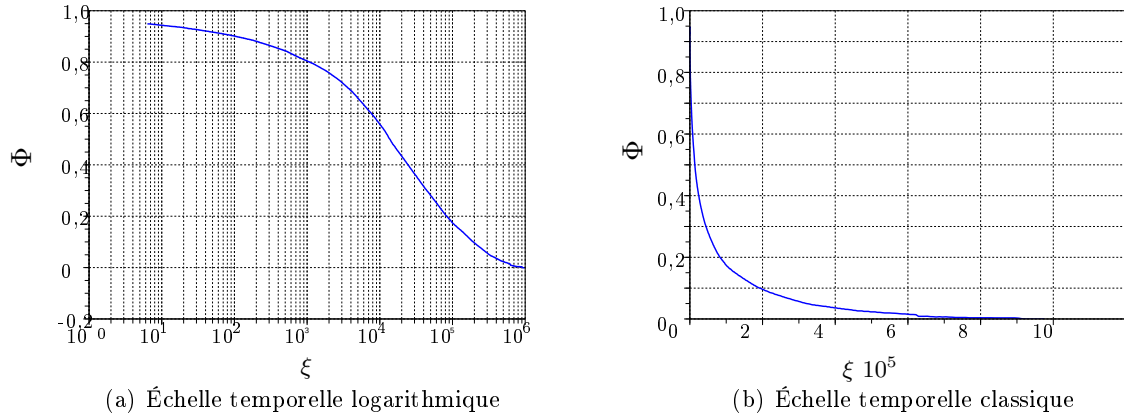


FIGURE 1.19 – Représentation de modules de relaxation normalisés après application de la fonction décalage ϕ à la température de référence de 473°C en fonction du temps réduit ξ

Appliquons ceci à nos modèles généralisés qui s'écrivent comme suit :

$$C^d(t) = C_u^d \Psi_d(t) \quad ; \quad S^d(t) = S_u^d + S_r^d(1 - \Phi_d(t)) + \frac{t}{2\eta} \quad (1.69)$$

$$C^s(t) = 3C_r^s - 3(C_r^s - C_u^s)\Psi_s(t) \quad ; \quad S^s(t) = S_u^s + (S_r^s - S_u^s)(1 - \Phi_s(t)) \quad (1.70)$$

Concrètement, le décalage de la courbe à la température de référence vers la température de travail souhaitée peut se comprendre de deux manières équivalentes : soit on dilate l'échelle des temps en gardant les mêmes temps de relaxation, soit on modifie les temps de relaxation en gardant les mêmes temps.

Les termes $C_u^d, S_u^d, S_r^d, C_r^s, C_u^s, S_u^s, S_r^s$, sont constants à une température fixée ; le terme $t/2\eta$ est décalé par la valeur même de la viscosité qui est elle aussi recalculée par la loi d'Arrhénius (1.67). Les séries de Prony, $\Psi_d(t), \Phi_d(t), \Psi_s(t), \Phi_s(t)$, sont décalées avec la fonction changement ou facteur de décalage. Leur poids est donc plus ou moins important devant les termes constants et visqueux selon les températures et donc les temps considérés. Ce phénomène est illustré sur la figure 1.20 qui représente le module de cisaillement en fluage du verre à différentes températures.

Lorsque la température augmente, la phase viscoélastique du comportement du verre en réponse à une sollicitation mécanique se réduit au profit de la phase visqueuse qui apparaît alors de plus en plus tôt conformément au phénomène de contraction de l'échelle des temps ou à la diminution des temps de relaxation avec la température. Ainsi à 20°C , le verre apparaît comme purement élastique ; à 600°C , son comportement présente les trois phases ; enfin à 1500°C , la réponse viscoélastique est très courte et la viscosité est prépondérante.

La fonction de décalage, encore appelée loi d'Arrhénius, permet de définir le comportement du matériau à n'importe quelle température connaissant son comportement à une température de référence pourvu que le matériau soit stabilisé et thermorhéologiquement simple.

Cependant le verre est extrêmement sensible à la vitesse de chargement thermique, en particulier, elle influe sur sa structure qui est plus ou moins stabilisée selon les vitesses de refroidissement mises en jeu dans les procédés. Des études ont montré (Narayanaswamy et Gardon, 1969) que le modèle précédent atteint ses limites pour des vitesses de chargement thermique élevées et que de fait il faut prendre en compte l'état de la structure du verre et plus particulièrement la relaxation structurale du verre.

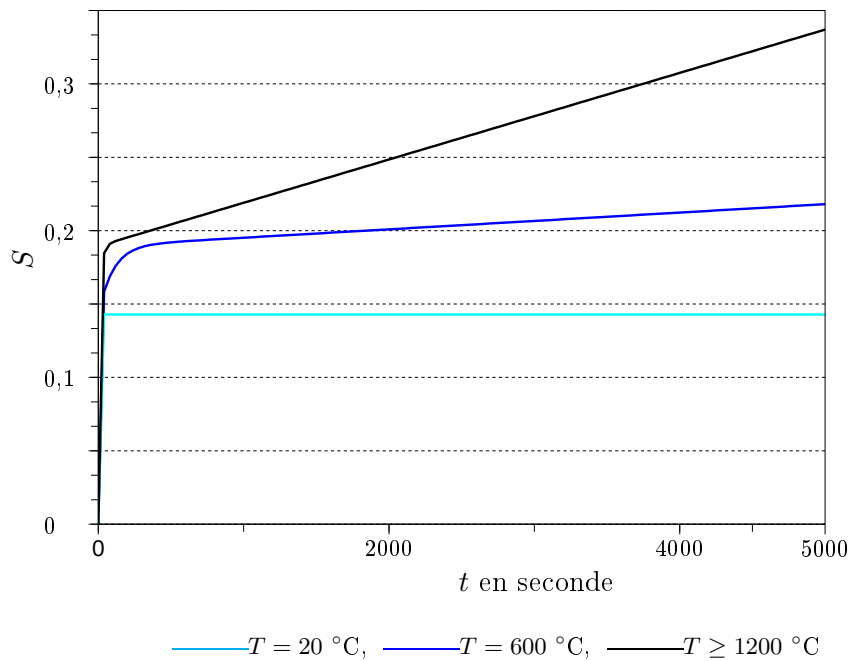


FIGURE 1.20 – Représentation du module de cisaillement du verre au cours du temps obtenue pour un essai de fluage à différentes températures

1.2.5.2 Le modèle de Narayanaswamy

La courbe décrivant le volume spécifique en fonction de la température, figure 1.21, permet d'illustrer ce problème.

Le verre refroidi présente plusieurs états possibles en fonction de la vitesse de chargement thermique $\dot{T}$, ce phénomène est décrit par un modèle spécifique mis en place par Narayanaswamy (1971) valable exclusivement pour le verre et décrit ici.

Pour décrire l'état structural du verre, Tool (1946) a introduit la notion de température dite « fictive », T_f encore appelée température structurelle ou configurationnelle. Elle correspond physiquement à la température associée au liquide surfondu qui aurait la même structure que le verre solide étudié. La courbe 1.21 permet de mieux comprendre cette définition : connaissant la température réelle T d'un verre et la valeur du volume spécifique V , on définit un point P qui représente le verre. Trois possibilités sont alors envisageables :

- Pour une température T dans la zone de transition vitreuse :

on trace la droite passant par P , parallèle à la droite représentant la variation du volume solide en fonction de T et on prolonge la droite représentant la variation de volume du liquide surfondu. L'abscisse du point d'intersection de ces deux droites est la température fictive.

- Pour une température T inférieure aux températures de la zone de transition vitreuse :

la température fictive est l'abscisse du point d'intersection de la droite représentant la variation de volume du liquide surfondu avec la droite représentant la variation du volume solide en fonction de T .

- Pour une température T supérieure aux températures de la zone de transition vitreuse :

on a tout simplement égalité entre la température réelle du verre et sa température fictive.

Pour déterminer la valeur de la température fictive en fonction de la température T et de la vitesse de chargement thermique $\dot{T}$, Narayanaswamy a développé un modèle mathématique s'appuyant sur une fonction appelée « fonction réponse », notée $M_v(t)$ et définie à partir des

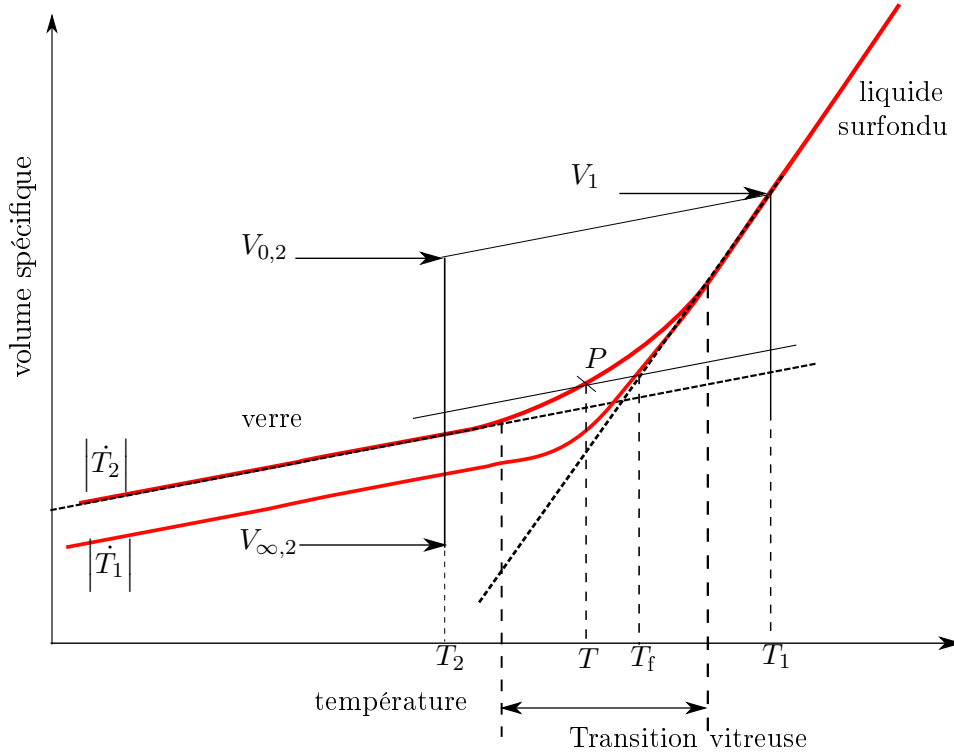


FIGURE 1.21 – Courbe représentative de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la structure du verre - représentation du volume spécifique en fonction de la température, d'après Guillemet et Barton (2005)

variations de volume spécifique :

$$M_v(t) = \frac{T_f - T_2}{T_1 - T_2} = \frac{V(t) - V_{\infty,2}}{V_{0,2} - V_{\infty,2}} \quad (1.71)$$

avec $T_1 - T_2$ le saut de température, T_f la température fictive instantanée à T_2 , $V(t)$ le volume spécifique instantané, $V_{0,2}$ le volume juste après le changement de température et $V_{\infty,2}$ le volume d'équilibre à T_2 , cf. figure 1.21.

En réutilisant la notion de temps réduit ξ vue précédemment, qui exprime l'équivalence temps-température, la fonction réponse peut s'exprimer en fonction de la température et la température fictive peut ainsi être complètement définie :

$$T_f(t) = T(t) - \int_0^t M_v [\xi(t) - \xi(t')] \frac{dT(t')}{dt'} dt' \quad (1.72)$$

avec $M_v(\xi) = \sum_{i=1}^n C_i \exp\left(-\frac{\xi}{\lambda_i}\right)$.

Ce modèle remplace donc le modèle précédent de loi d'Arrhénius, la fonction décalage s'écrit désormais :

$$\ln(\phi(T_f, T)) = \frac{\Delta H}{R} \left(\frac{1}{T_{\text{réf}}} - \frac{x}{T} - \frac{1-x}{T_f} \right) \quad (1.73)$$

où x est une constante comprise entre 0 et 1. Notons qu'en prenant $x = 1$, la fonction décalage de Narayanaswamy n'est autre que la loi d'Arrhénius et que le paramètre T_f n'est pas pris en compte.

D'autre part la structure du verre intervient de manière significative au niveau de la dilatation thermique, introduite lors de la description de la thermoélasticité. Celle-ci exprime les variations

de volume induites par les variations de température et dans ce cas précis par l'état structural. La déformation thermique qui en découle s'exprime :

$$\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{thermique}} = (\beta_g (T(t) - T_f(t)) + \beta_l (T_f(t) - T_0)) \underline{\underline{I}} \quad (1.74)$$

avec β_g le coefficient de dilatation thermique du verre solide, β_l le coefficient de dilatation thermique du verre liquide et T_0 la température initiale.

1.3 Conclusion

Deux modèles analogiques permettant de décrire le comportement du verre à une température donnée ont été choisis :

- le modèle analogique de Zener pour la partie sphérique correspondant physiquement au comportement en pression hydrostatique du verre,
- celui de Maxwell généralisé à six branches, pour la partie déviatorique correspondant quant à elle au comportement en cisaillement.

Il est aussi nécessaire de prendre en compte la dilatation thermique du matériau avec la température et la thermodépendance des paramètres du modèle. L'hypothèse de simplicité thermorhéologique permet de recalculer les paramètres du modèle à n'importe quelle température à partir d'une température de référence grâce à la fonction de décalage qui sera modélisée soit par une loi d'Arrhénius soit par le modèle de Narayanaswami. Ce dernier plus complexe et complet prend en compte l'état de structure du verre relatif aux vitesses de chargement thermique au travers de la notion de température fictive T_f . L'étude numérique et la validation expérimentale devraient permettre de juger de l'intérêt du modèle de Narayanaswamy dans le cadre de notre application, en particulier en fonction de la vitesse de refroidissement appliquée.

Quelque soit le modèle choisi pour tenir compte du changement de comportement avec la température (Arrhénius ou Narayanaswami), notre loi de comportement est suffisamment complète pour décrire le comportement du verre entre 20 et 900°C. En effet, à température ambiante, la part élastique est largement prépondérante ; aux températures intermédiaires, les trois comportements élastique, viscoélastique et visqueux cohabitent et enfin à haute température, le verre est visqueux.

Le modèle mécanique étant complètement décrit, sa prise en compte dans le logiciel d'éléments finis MSC MARC© va pouvoir être présentée, ainsi que les paramètres physiques qui vont le caractériser. Ces considérations font l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 2

Modèle thermique

Il s'agit d'introduire dans ce premier chapitre, la modélisation thermique d'une manière générale au sein d'un milieu semi-transparent et les simplifications pour l'étude du verre. Après une rapide description des phénomènes physiques généraux, la définition du vocabulaire propre au transfert de chaleur et principalement au rayonnement sera abordée. Enfin, les équations auxquelles sont associées les conditions aux limites seront présentées.

2.1 Généralités

Ce paragraphe, décrit les trois principaux modes de transfert de chaleur, les grandeurs et le vocabulaire utilisés en transfert de chaleur, et particulièrement en rayonnement en se basant sur l'ouvrage de Sacadura (1980).

2.1.1 Description du transfert de chaleur

Il existe trois modes de transfert de chaleur : la conduction, le rayonnement et la convection, chacun faisant appel à un phénomène physique bien défini. Il s'agit ici de rappeler brièvement en quoi ils consistent afin d'identifier celui ou ceux qui nous intéresseront plus particulièrement dans le cas du thermoformage du verre.

La conduction : Ce mode de transfert a lieu dès qu'il existe un gradient de température au sein d'un matériau. L'énergie se dissipe alors par diffusion de l'énergie cinétique moyenne des particules suivant une caractéristique intrinsèque du matériau qui est la conductivité thermique k_{cond} pour tendre vers une distribution homogène des températures et un état d'équilibre. a densité de flux de chaleur issue de la conduction s'exprime par la loi de Fourier (1807) :

$$\underline{Q}_{\text{cond}} = -k_{\text{cond}}(T) \underline{\text{grad}} T \quad (2.1)$$

où T est le champ de température du matériau dont dépend la conductivité thermique k_{cond} .

Le rayonnement : Tout corps rayonne, *i.e.* émet, absorbe et/ou diffuse des ondes électromagnétiques, à plusieurs longueurs d'onde. Ce phénomène se traduit par une perte ou un gain d'énergie cinétique des molécules, atomes ou électrons libres du corps considéré.

Le rayonnement qui nous intéresse ici est le rayonnement thermique qui est émis par la matière du fait de sa température, au détriment de son énergie calorifique. Il s'agit donc d'ondes électromagnétiques émises, diffusées ou absorbées, caractérisées par une longueur d'onde λ . Ceci implique que le rayonnement se propage même en l'absence de support matériel puisque les ondes électromagnétiques se déplacent même dans le vide.

Notons que le rayonnement thermique dépend de la température sur une bande de longueur d'ondes variant de 0,1 à 100 μm . Le modèle du corps noir est classiquement utilisé pour déterminer la gamme de longueur d'onde qui nous intéresse. Un corps noir est un objet idéal (de nature quelconque) qui absorberait toute l'énergie électromagnétique qu'il reçoit, sans en réfléchir ou en transmettre. Lorsqu'un corps est en équilibre thermique, les propriétés de son rayonnement sont parfaitement déterminées par la seule donnée de la température. En particulier sa distribution d'énergie en fonction de la longueur d'onde (encore appelée spectre) constitue la signature d'un rayonnement purement thermique, illustrée par la figure 2.1. Les lois empiriques de Stefan (1879) et de Wien (1893) permettent d'exprimer respectivement la puissance rayonnée par unité de surface et la longueur d'onde λ du maximum d'émission en fonction de la seule température T :

$$\lambda_{max} T = 2897,8 \mu\text{m.K} \quad (2.2)$$

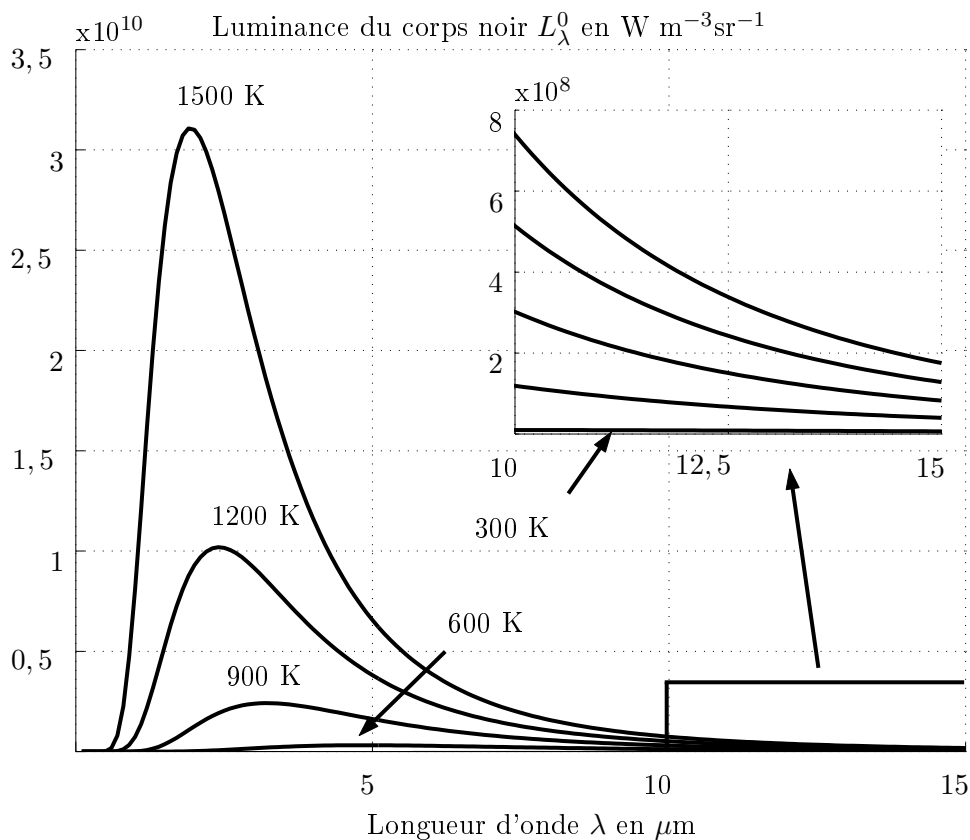


FIGURE 2.1 – Évolution de la luminance du corps noir en fonction de la longueur d'onde et de la température du corps

Dans le cadre du thermoformage du verre, les températures de travail vont de la température ambiante, 20-30°C soit environ 300 K, à 750°C soit environ 1000 K. À cette température le maximum d'émission du corps noir se situe à une longueur d'onde de 2,9 μm , et la gamme de longueur d'onde à considérer pour le rayonnement infra-rouge est : $0,5\lambda_{max} < \lambda < 5\lambda_{max}$, soit une gamme de 1,4 μm à 14,5 μm .

La convection : Ce mode de transfert ne concerne que les milieux fluide-fluide ou fluide-solide, puisqu'il consiste à homogénéiser la température du fluide en mouvement. Il s'agit d'un transport d'énergie lié au mouvement macroscopique du fluide. La convection se présente généralement sous deux formes : libre et forcée qui se distinguent par l'origine du mouvement du fluide.

Dans le premier cas, aussi appelé convection naturelle, la différence de température entre le fluide et la paroi du solide, ou le gradient thermique interne à un milieu, entraîne une variation locale de la masse volumique du fluide. Le fluide, réchauffé par exemple, a une masse volumique plus faible, il se met alors en mouvement sous l'action de la poussée d'Archimède. Il est remplacé par du fluide froid dont la masse volumique est plus importante et qui sera lui aussi réchauffé. Il se crée alors une ou plusieurs boucles de convection résultant de l'action des forces de pesanteur et de la variation de masse volumique du fluide.

Dans le second cas, il s'agit d'un fluide mis en mouvement par un moyen mécanique. Lorsqu'il entre en contact avec une paroi, il échange avec celle-ci puis est transporté plus loin, c'est le cas par exemple des échangeurs de chaleur.

Dans le cas qui nous intéressera, le thermoformage ayant lieu dans un four régulé en température, la convection peut intervenir au niveau des conditions aux limites, comme échange au niveau de l'interface verre-air mais pas comme transfert de chaleur dans le verre. Il ne sera donc pas pris en compte dans la modélisation du comportement du verre.

2.1.2 Vocabulaire et définitions

Cette étude est axée sur le verre qui est un milieu semi-transparent. Les transferts thermiques dans ce type de milieu font appel à un vocabulaire qui leur est propre, qui sera largement utilisé ici ; il semble donc utile de le rappeler en préambule à cette étude.

Milieu gris et non-gris : Un milieu gris est un milieu dont les propriétés radiatives sont indépendantes de la longueur d'onde. Dans le cas contraire, le milieu est dit non-gris et ses propriétés sont dites monochromatiques. Elles seront indexées par la longueur d'onde, λ . Le rayonnement est donc caractérisé par sa composition spectrale.

Milieu semi-transparent : Un milieu est désigné comme semi-transparent **dans une gamme de longueurs d'onde donnée** lorsqu'il transmet ou réfléchit partiellement ces ondes. Le rayonnement qui ne traverse que partiellement le milieu en question est atténué de deux manières possibles : diffusion et/ou absorption partielle du rayonnement ; c'est donc un milieu qui n'est ni transparent ni opaque.

En effet, un milieu peut transmettre intégralement l'onde incidente, il est alors appelé milieu transparent¹. Inversement, un corps ne transmettant aucune partie du rayonnement incident est dit corps opaque². Le milieu semi-transparent correspond donc à juste titre à tout milieu atténuant partiellement le rayonnement.

Dans le cas de milieu transparent ou semi-transparent, il faut également prendre en compte le comportement du milieu aux bords (absorption, transmission ou réflexion de la paroi) mais ces définitions sont introduites dans un paragraphe ultérieur dédié aux conditions aux limites. Notons que la notion de transparence est dépendante non seulement de la longueur d'onde du rayonnement mais également de l'épaisseur du matériau.

Le comportement radiatif d'un corps est défini au travers de trois grandeurs liées qui sont l'émissivité ϵ ou l'absorptivité α , la réflectivité ρ et la transmittivité τ . Afin d'établir ces coefficients caractéristiques, nous nous appuyons sur la figure 2.2. Nous considérons un flux monochromatique incident $Q_{\lambda\text{inc}}$ contenu dans un angle solide $d\Omega$ qui atteint une surface dS selon une direction $\underline{\Delta}$.

Dans le cas le plus général des milieux semi-transparent, un flux monochromatique incident $Q_{\lambda\text{inc}}$ induit trois flux, comme le présente la figure 2.2 :

- le flux réfléchi par le corps sans l'avoir pénétré : $Q_{\lambda\text{réfl}}$;
- le flux transmis qui pénètre le corps et le traverse : $Q_{\lambda\text{trans}}$;

¹Le vide est un exemple de milieu transparent.

²Le métal est considéré comme opaque dans le domaine infra-rouge mais transparent aux rayons X.

- le flux absorbé qui pénètre le corps et y est absorbé, il constitue un gain d'énergie pour le milieu : $Q_{\lambda\text{abs}}$.

De plus, la conservation de l'énergie implique la relation suivante :

$$Q_{\lambda\text{inc}} = Q_{\lambda\text{réfl}} + Q_{\lambda\text{trans}} + Q_{\lambda\text{abs}} \quad (2.3)$$

Ces flux s'expriment en fonction des trois grandeurs énoncées précédemment.

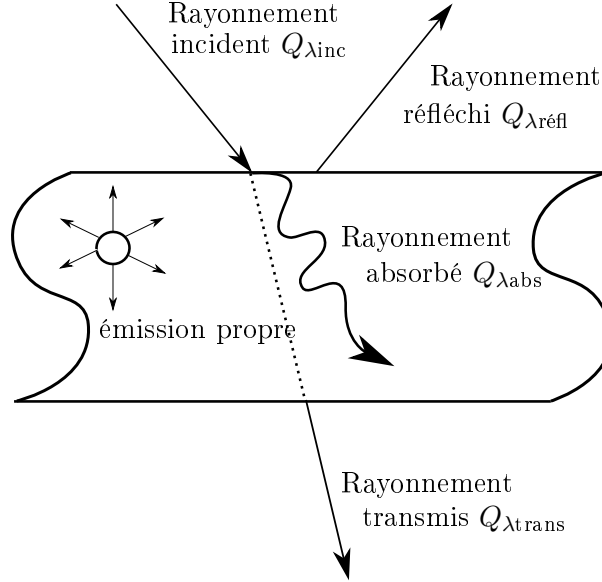


FIGURE 2.2 – Bilan de flux pour un milieu semi-transparent

Absorption : Il s'agit d'un des deux modes d'atténuation possibles pour un milieu semi-transparent, qui constitue un apport d'énergie pour le milieu. Elle est notée κ pour les milieux gris et indexée par λ dans le cas d'un milieu non gris.

Diffusion : Le rayonnement peut également être atténué ou renforcé par diffusion (ou dispersion), c'est classiquement le cas pour les milieux contenant une phase dispersée caractérisée par deux indices de réfraction différents. La diffusion est dite isotrope lorsque la part du rayonnement diffusée est la même quelle que soit la direction considérée. Dans le cas contraire, elle est qualifiée d'anisotrope.

Relation entre émission et absorption : Ces deux grandeurs sont reliées par la loi de Kirchhoff-Draper. En considérant l'équilibre thermodynamique (au moins localement), il découle l'égalité suivante pour chaque longueur d'onde λ et chaque direction de propagation du rayonnement $\underline{\Delta}$:

$$\epsilon_{\lambda}(s, \underline{\Delta}) = \alpha_{\lambda}(s, \underline{\Delta}) \quad (2.4)$$

ϵ_{λ} et α_{λ} sont respectivement l'émissivité et l'absorptivité monochromatique, dépendant ici de la direction et de la position considérées. L'émission est représentée sur le schéma 2.2.

Cette loi s'étend aux propriétés hémisphériques sous certaines conditions (Sacadura, 1980). Les propriétés spectrales sont des caractéristiques intrinsèques au matériau, de même que l'émissivité totale ϵ ; ce n'est en revanche pas le cas de l'absorptivité totale κ . Seul le corps gris dont les propriétés sont indépendantes de la longueur d'onde, et le corps noir pour lequel $\epsilon_{\lambda} = 1$ quelle que soit la longueur d'onde permettent d'écrire l'égalité :

$$\epsilon = \alpha \quad (2.5)$$

Rayonnement et direction : Les grandeurs caractéristiques du rayonnement dépendent de la direction considérée. Ainsi, elles sont dites hémisphériques lorsqu'elles intègrent l'ensemble des directions dans lesquelles l'élément de surface considéré peut rayonner. Au contraire, elles sont dites directionnelles lorsqu'elles sont données pour une direction de propagation du rayonnement issue de la surface considérée.

Angle solide : Un angle solide $d\Omega$, en stéradian (Sr), délimite un cône, d'axe $r = OM$ dans l'espace. Nous considérons, cf. figure 2.3, une surface quelconque Σ passant par le point M ; $d\Omega$ découpe sur cette surface une portion $d\Sigma$. Si nous traçons la sphère S de centre O et de rayon r , cet angle solide découpe sur cette sphère une calotte d'aire dS :

$$dS = r^2 d\Omega \quad (2.6)$$

Soit $\underline{MN}$ la normale à $d\Sigma$ qui fait un angle θ avec OM . Nous avons, en assimilant dS et $d\Sigma$ à des portions de plan :

$$dS = d\Sigma \cos \theta \quad (2.7)$$

Il vient alors :

$$d\Omega = \frac{d\Sigma \cos \theta}{r^2} \quad (2.8)$$

L'angle solide correspondant à tout l'espace (sphère) autour d'un point vaut 4π Sr. Pour une surface plane, l'angle solide d'émission est de 2π Sr (demi-sphère).

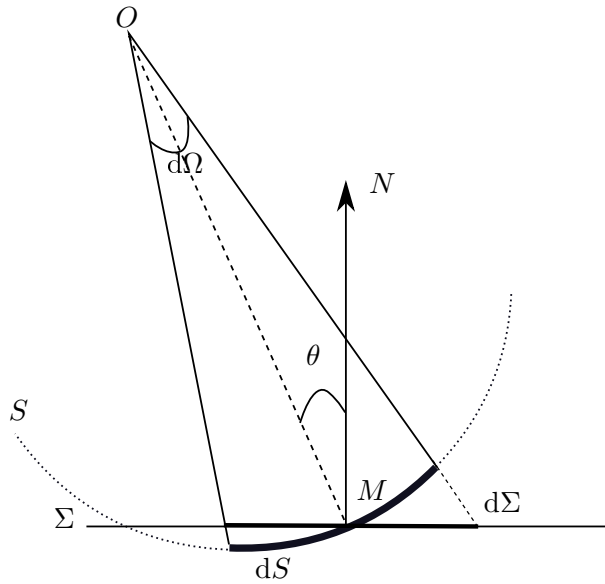


FIGURE 2.3 – Définition d'un angle solide

Flux radiatif : Il s'agit de la valeur instantanée d'un débit d'énergie radiatif, ou puissance, (reçue, émise ou réfléchie) généralement noté Q_r , éventuellement indexé par λ s'il s'agit d'une grandeur monochromatique.

Coefficients et propriétés radiatives : La modélisation du transfert de chaleur par rayonnement à travers un milieu semi-transparent fait appel à des coefficients radiatifs qu'il est nécessaire de préciser. Les propriétés radiatives du milieu sont caractérisées par les coefficients monochromatiques d'absorption κ_λ , de diffusion $\sigma_{s\lambda}$, ainsi que la fonction de phase, P_λ . Ces grandeurs dépendent de la direction de propagation du rayonnement $\underline{\Delta}$ et de la longueur d'onde λ . Elles varient également avec la température.

La luminance : Soient dS une surface élémentaire située à l'abscisse s et dQ le flux traversant dS selon une famille de directions comprises dans un angle solide élémentaire $d\Omega$ et centrées autour de la direction $\underline{\Delta}$. Cette dernière fait un angle θ avec la normale à dS . La projection de $\underline{\Delta}$ dans le plan (x, y) est repérée par un angle Ω formé entre cette droite projetée et l'axe x . On considère de plus un intervalle spectral $d\lambda$ donné.

La luminance monochromatique L_λ est alors définie selon le schéma 2.4, par la relation suivante :

$$L_\lambda(s, \underline{\Delta}) = \frac{dQ_\lambda(s, \underline{\Delta})}{dS \cos \theta d\Omega d\lambda} \quad (2.9)$$

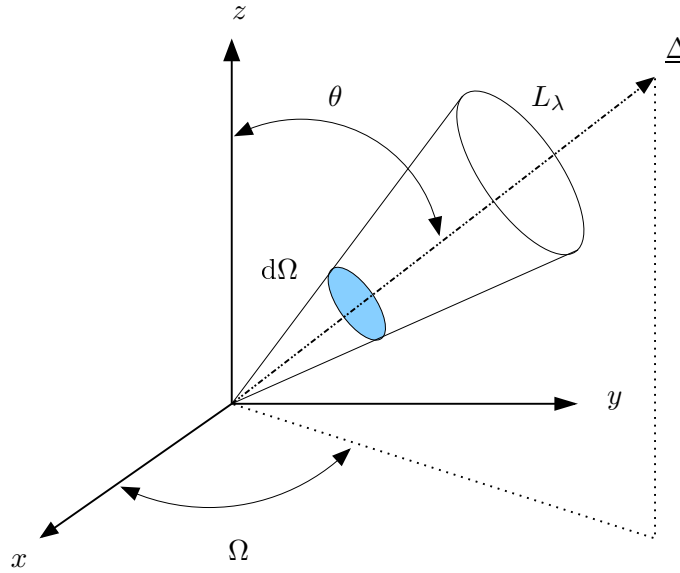


FIGURE 2.4 – Définition de la luminance monochromatique

La luminance spectrale est donc définie comme le flux émis par unité de surface apparente ou projetée, par unité d'angle solide et de longueur d'onde, elle s'exprime en $\text{Wm}^{-2}\text{sr}^{-1}\text{m}^{-1}$ ou $\text{Wm}^{-2}\text{sr}^{-1}\mu\text{m}^{-1}$; physiquement, il s'agit d'une intensité lumineuse calculée par rapport à une surface donnée.

Luminance du corps noir : Un corps noir est un corps de référence qui absorbe tout le rayonnement qu'il reçoit quelles que soient la direction et la longueur d'onde considérées. Il ne réfléchit ni ne transmet rien. En revanche, il émet un rayonnement monochromatique donné par la loi de Planck (1900) :

$$L_\lambda^0(T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5 \left[\exp \left(\frac{hc}{k_B \lambda T} \right) - 1 \right]} \quad (2.10)$$

avec les significations suivantes pour les divers paramètres et variables :

- la constante de Planck : $h \approx 6,62 \cdot 10^{-34} \text{ m}^2 \text{ kg s}^{-1}$,
- la constante de Boltzmann : $k_B \approx 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2 \text{ kg s}^{-2} \text{ K}^{-1}$,
- température absolue du corps : T .

Le rayonnement émis par le corps noir est isotrope en direction. La luminance totale du corps noir dans le vide découle de l'intégration, sur tout le spectre de longueurs d'onde, de la luminance monochromatique donnée par la relation (2.10). La relation obtenue est la loi de Stefan-Boltzman :

$$\int_0^\infty L_\lambda^0(T) d\lambda = \frac{\sigma_B T^4}{\pi} \quad (2.11)$$

avec la constante de Stefan-Boltzmann : $\sigma_B \approx 5,67 \cdot 10^8 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$.

Le transfert thermique par rayonnement sera prépondérant dans la gamme de température et de longueur d'onde indiquée et ce d'autant plus que le verre est un matériau complexe non-gris.

2.2 Équations régissant les transferts thermiques

Dans le cas du thermoformage du verre, seuls deux types d'échanges thermiques seront pris en compte au sein du matériau : le rayonnement et la conduction.

2.2.1 L'Équation de Transfert Radiatif, ETR

Elle décrit la distribution énergétique radiative dans un milieu en tout point et toute direction. Afin d'établir cette équation, l'approche énergétique³ est privilégiée et passe par un bilan d'énergie radiative sur le volume de contrôle présenté ci-dessous. Le cas le plus général est alors considéré : un rayonnement se propageant dans un milieu qui transmet, émet, absorbe et diffuse. Le lecteur peut se reporter à l'annexe A pour plus de détails.

Raisonnons sur un élément de volume : le rayonnement se propage dans une certaine direction d'incidence $\underline{\Delta}$, au sein d'un volume élémentaire d'un milieu semi-transparent, choisi cylindrique de longueur ds et orienté selon la direction de propagation du rayonnement, $\underline{\Delta}$.

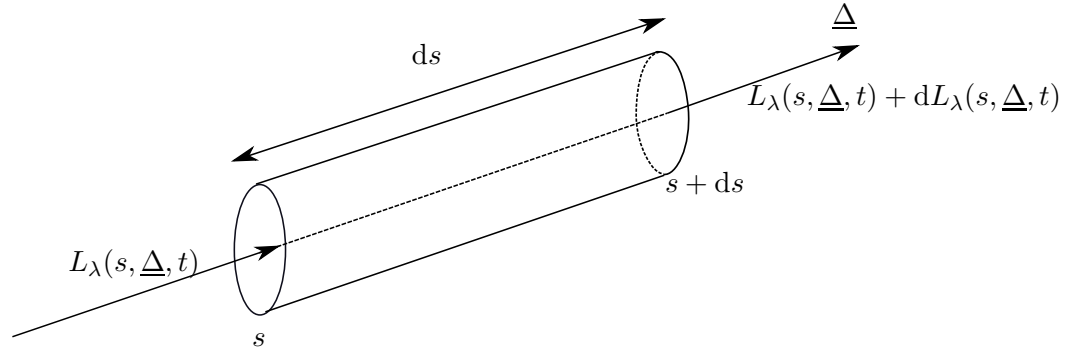


FIGURE 2.5 – Variation de la luminance à travers un cylindre

La variation de luminance observée sur le trajet ds à travers le volume de contrôle V résulte de la contribution de chacun des quatre termes suivants :

- l'émission par rayonnement propre, $\kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) n_\lambda^2 L_\lambda^0(T(s, t))$;
- l'atténuation par absorption, $\kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)$;
- l'atténuation par diffusion, $\sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)$;
- et le renforcement par diffusion, $\frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}', T) P_\lambda(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}', t) d\Omega'$.

Soit finalement l'expression :

$$\begin{aligned} \frac{1}{v_g} \frac{\partial L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial t} + \frac{\partial L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial s} = & \kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) n_\lambda^2 L_\lambda^0(T(s, t)) \\ & - \kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) - \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \\ & + \frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}', T) P_\lambda(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}', t) d\Omega' \end{aligned} \quad (2.12)$$

La valeur de la vitesse de propagation du rayonnement v_g est du même ordre de grandeur que c la célérité de la lumière dans le vide et l'évolution de la luminance en fonction du temps

³i.e. sans résolution des équations de Maxwell.

relativement faible dans le cadre de l'application. Le premier terme de l'équation (2.12) peut donc être négligé devant les autres termes de l'équation.

De plus, le verre possède la propriété de ne pas diffuser le rayonnement thermique, cela simplifie considérablement cette équation. Il découle l'expression simplifiée suivante :

$$\frac{\partial L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial s} = \underline{\Delta} \cdot \underline{\text{grad}} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) = \kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) [n_\lambda^2 L_\lambda^0(T(s, t)) - L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)] \quad (2.13)$$

Le flux radiatif monochromatique est donné comme suit :

$$\underline{Q}_{r\lambda}(s, t) = \int_{\Omega} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \underline{\Delta} d\Omega \quad (2.14)$$

Le flux radiatif total est alors obtenu par simple intégration sur tout le spectre de longueurs d'onde et on peut exprimer le terme source radiatif. Ce terme s'exprime comme la divergence du flux radiatif total ; il est donné ici en tenant compte des simplifications présentées précédemment.

$$\begin{aligned} S_r(s, t) &= -\text{div } \underline{Q}_r(s, t) \\ &= \int_{\lambda} \int_{\Omega} \kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T(s, t)) [L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) - n_\lambda^2 L_\lambda^0(T(s, t))] d\Omega d\lambda \end{aligned} \quad (2.15)$$

L'ETR, qui vient d'être présentée, doit être couplée avec l'équation de conservation de l'énergie ou équation de la chaleur.

2.2.2 L'équation de conservation de l'énergie

Le rayonnement n'est pas le seul mode de transfert de chaleur mis en jeu dans le procédé. Le deuxième mécanisme qui intervient est la conduction. Le couplage entre ces deux phénomènes au travers notamment de l'équation de conservation de l'énergie renseigne sur le champ de températures et les flux de chaleur au sein du matériau.

En réalisant bilan local au sein d'un volume de contrôle V et par unité de volume, on obtient l'équation de conservation de l'énergie suivante :

$$\rho_v(T) c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} + \text{div}(\underline{Q}_{\text{tot}}) = 0 \quad (2.16)$$

où $\underline{Q}_{\text{tot}}$ désigne la densité totale de flux de chaleur.

La loi de Fourier traduit la dépendance du flux de chaleur conductif avec les écarts de température et la direction du flux qui va des zones chaudes vers les zones froides et s'écrit :

$$\underline{Q}_{\text{cond}} = -k_{\text{cond}}(T) \underline{\text{grad}} T \quad (2.17)$$

où $k_{\text{cond}}(T)$ désigne la conductivité thermique du milieu variant avec la température.

Enfin, l'hypothèse relative au type de transferts de chaleur mis en jeu ici (pas de convection dans le verre), et la loi de Fourier (2.17) permettent d'obtenir la relation (*cf.* annexe B pour plus de détails) :

$$\rho_v(T) c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} - \text{div} (k_{\text{cond}}(T) \underline{\text{grad}} T) = S_r \quad (2.18)$$

où S_r correspond au terme source radiatif donné par la relation (2.15).

Ce dernier sera obtenu par la résolution de l'ETR. En pratique, la divergence de flux radiatif n'est autre que l'énergie nette absorbée par le milieu. Si elle est nulle, le milieu est dit à l'équilibre radiatif.

Notons que l'équation (2.18) est non linéaire puisque les propriétés thermophysiques du milieu varient avec la température.

2.2.3 Couplage de la conduction avec le rayonnement

L'équation de conservation de l'énergie permet de faire le couplage entre les deux types de transfert de chaleur. Comme cela a déjà été précisé, la résolution de l'ETR nécessite de connaître le champ de températures, $T(s, t)$ pour l'évaluation du terme d'émission propre du milieu. Réciproquement, le terme source radiatif S_r de l'équation de conservation de l'énergie découle du champ de luminance, résultat de l'ETR.

Le système présenté décrit l'interaction conduction-rayonnement pour un milieu semi-transparent. Ces deux équations aux dérivées partielles expriment un couplage fort. Les inconnues de ce système d'équations sont les champs de luminance et de températures, il sera donc nécessaire de résoudre simultanément les deux équations. Différentes solutions sont envisageables : l'utilisation des méthodes numériques, la réalisation de diverses hypothèses simplificatrices aboutissant à des solutions analytiques ou semi-analytiques ou le traitement du problème de la manière la plus générale possible.

2.3 Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont de deux types : radiative et thermique. Dans le premier cas, il s'agit de faire un bilan sur la luminance, les conditions aux limites dépendent alors du type de milieu et d'interface considérés ; dans le second cas le bilan intervient sur le flux de chaleur total. Ces deux conditions aux limites sont conditionnées par le type d'échanges à l'interface et tiennent donc compte des interactions avec le milieu extérieur. Pour établir les conditions aux limites radiatives et thermiques, il est nécessaire de définir les caractéristiques radiatives d'une surface.

2.3.1 Caractéristiques radiatives d'une surface

Dans un premier temps, les principaux coefficients intervenant dans les conditions aux limites sont décrits en s'appuyant sur la figure 2.6.

Nous attirons l'attention du lecteur sur les notations (d'optique géométrique) : $\underline{\Delta}'$ est la direction incidente, $\underline{\Delta}$ la direction réfléchi et $\underline{\Delta}''$ la direction transmise.

La réflectivité monochromatique directionnelle hémisphérique est donnée par la relation suivante :

$$\rho_\lambda(s, \underline{\Delta}') = \frac{\int_{2\pi} L_\lambda^{\text{réfl}}(s, \underline{\Delta}) \cos \theta d\Omega}{\int_{\Omega} L_\lambda(s, \underline{\Delta}') \cos \theta' d\Omega'} = \frac{Q_{\lambda, \text{réfl}}}{Q_{\lambda, \text{inc}}} \quad (2.19)$$

Ce coefficient correspond au rapport du flux réfléchi sur tout le demi-espace pour le flux incident dans l'angle solide Ω qui est très petit.

Pour le flux transmis, la transmittivité monochromatique directionnelle s'exprime :

$$\tau_\lambda(s, \underline{\Delta}') = \frac{\int_{2\pi} L_\lambda^{\text{trans}}(s, \underline{\Delta}'') \cos \theta'' d\Omega''}{\int_{\Omega} L_\lambda(s, \underline{\Delta}') \cos \theta' d\Omega'} = \frac{Q_{\lambda, \text{trans}}}{Q_{\lambda, \text{inc}}} \quad (2.20)$$

avec $L_\lambda(s, \underline{\Delta}') \cos(\theta') d\Omega'$ la densité de flux d'énergie incident .

L'absorptivité monochromatique directionnelle est définie :

$$\alpha_\lambda(s, \underline{\Delta}) = \frac{Q_{\lambda, \text{abs}}}{Q_{\lambda, \text{inc}}} \quad (2.21)$$

Enfin, l'expression de la conservation de l'énergie donne la relation :

$$\rho_\lambda(s, \underline{\Delta}) + \tau_\lambda(s, \underline{\Delta}) + \alpha_\lambda(s, \underline{\Delta}) = 1 \quad (2.22)$$

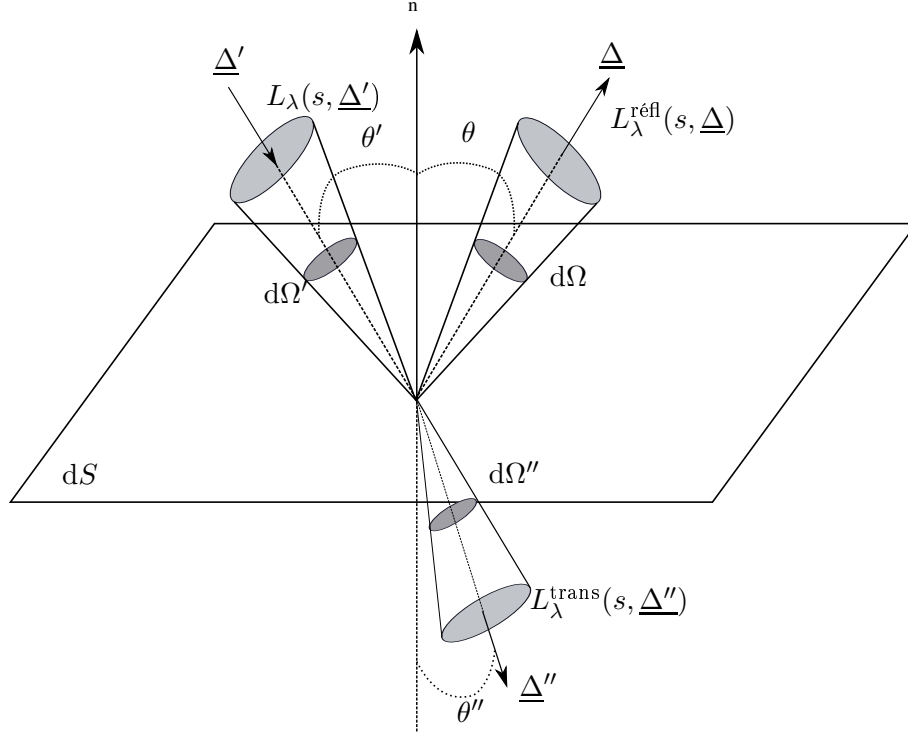


FIGURE 2.6 – Bilan de luminance pour une interface semi-transparente

L'émissivité monochromatique directionnelle est définie comme le rapport entre la luminance monochromatique du matériau et celle du corps noir à la même température :

$$\epsilon_\lambda(s, \underline{\Delta}) = \frac{L_\lambda(s, \underline{\Delta})}{L_\lambda^0(T)} \quad (2.23)$$

De plus, la loi de Kirchhoff-Draper (2.4) nous donne l'égalité entre émissivité et absorptivité monochromatique directionnelle.

Nous pouvons également définir les grandeurs bidirectionnelles, qui seront utilisées ultérieurement. Il s'agit de la réflectivité monochromatique bidirectionnelle : rapport de la luminance monochromatique du rayonnement réfléchi dans une direction donnée, $\underline{\Delta}$, sur la densité de flux radiatif monochromatique incident sur l'échantillon dans un angle solide élémentaire $d\Omega$:

$$\rho_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}) = \frac{L_\lambda^{\text{réfl}}(s, \underline{\Delta})}{\int_{\Omega} L_\lambda(s, \underline{\Delta}') \cos \theta' d\Omega'} \quad (2.24)$$

De la même façon, la transmittivité monochromatique bidirectionnelle est donnée par :

$$\tau_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}'') = \frac{L_\lambda^{\text{trans}}(s, \underline{\Delta}'')}{\int_{\Omega} L_\lambda(s, \underline{\Delta}') \cos \theta' d\Omega'} \quad (2.25)$$

Les coefficients directionnels sont reliés aux coefficients bidirectionnels par :

$$\rho_\lambda(s, \underline{\Delta}') = \int_{\Omega} \rho_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}) \cos \theta d\Omega \quad (2.26)$$

$$\tau_\lambda(s, \underline{\Delta}') = \int_{\Omega} \tau_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}'') \cos \theta'' d\Omega'' \quad (2.27)$$

Ceux-ci sont calculés à partir des relations de Descartes et de Fresnel. Notons toutefois que tous ces coefficients dépendent, dans le cas général, de la température, même si elle n'apparaît pas explicitement dans ces expressions afin d'alléger l'écriture.

2.3.2 Conditions aux limites radiatives

Elles sont décrites par Modest (2003). Une source de rayonnement dont l'intensité dépend du temps, caractérisée par une luminance L_λ^{ext} est imposée à l'extérieur de la frontière. Le rayonnement à l'interface, *i.e.* en s , est lié à :

- l'émission propre de la frontière,
- la réflexion, pouvant être diffuse ou spéculaire, du rayonnement par la frontière et dirigée vers le milieu,
- le rayonnement transmis par la frontière et provenant de la source extérieure.

On en déduit :

$$\begin{aligned}
 L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) &= \epsilon_\lambda(s, \underline{\Delta}) \left(\frac{n_\lambda}{n_\lambda^{\text{ext}}} \right)^2 L_\lambda^0(T_s(t)) \\
 &+ \int_{\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}' < 0} \rho_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}) L_\lambda(s, \underline{\Delta}', t) |\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}'| d\Omega' \\
 &+ \int_{\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}' > 0} \tau_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}) \left(\frac{n_\lambda}{n_\lambda^{\text{ext}}} \right)^2 L_\lambda^{\text{ext}}(\underline{\Delta}', t) |\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}'| d\Omega'
 \end{aligned} \tag{2.28}$$

avec $T_s(t)$: température de surface au point considéré, d'abscisse s ,

$\epsilon_\lambda(s, \underline{\Delta})$: émissivité monochromatique directionnelle au point considéré,

$\rho_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta})$: réflectivité monochromatique bidirectionnelle au point considéré,

$\tau_\lambda''(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta})$: transmittivité monochromatique bidirectionnelle au point considéré,

$\underline{n}_{\text{int}}$: la normale unitaire à l'interface dirigée vers l'intérieur du milieu,

n_λ^{ext} : l'indice de réfraction monochromatique du milieu extérieur,

n_λ : l'indice de réfraction monochromatique du milieu à la température considérée.

L'ensemble des conditions aux limites radiatives possibles est développé ici afin de rester général. Cependant, si certains de ces cas ont été traités dans le cadre de validations intermédiaires sur des cas tests, dans le cas du verre, nous travaillons avec des surfaces opaques à réflexion spéculaire et non diffuse. Ainsi l'utilisation des coefficients monochromatiques bidirectionnels n'est pas justifiée pour le verre, les coefficients directionnels $\tau_\lambda(s, \underline{\Delta}')$ et $\rho_\lambda(s, \underline{\Delta}')$ sont privilégiés et la relation (2.28) s'écrit :

$$\begin{aligned}
 L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) &= \epsilon_\lambda(s, \underline{\Delta}) \left(\frac{n_\lambda}{n_\lambda^{\text{ext}}} \right)^2 L_\lambda^0(T_s(t)) \\
 &+ \rho_\lambda(s, \underline{\Delta}) L_\lambda(s, \underline{\Delta}', t) \\
 &+ \tau_\lambda(s, \underline{\Delta}) \left(\frac{n_\lambda}{n_\lambda^{\text{ext}}} \right)^2 L_\lambda^{\text{ext}}(\underline{\Delta}, t)
 \end{aligned} \tag{2.29}$$

Les notations employées sont celles de la figure 2.6 ; notons que $\underline{\Delta}$ et $\underline{\Delta}'$, respectivement direction d'observation (réfléchie) et direction incidente, sont symétriques l'une de l'autre.

Cette écriture de la condition aux limites radiative n'est pas conventionnelle mais elle permet d'avoir une vision globale des différents cas possibles. En effet, elle s'adapte aux différents types de frontières selon la valeur des coefficients, les cas les plus classiques étant décrits dans le tableau 2.1.

Type de surface	Émissivité	Réfectivité	Transmittivité
Noire	$\epsilon_\lambda = 1$	$\rho_\lambda = 0$	$\tau_\lambda = 0$
Opaque	$\epsilon_\lambda \neq 0$	$\rho_\lambda \neq 0$	$\tau_\lambda = 0$
Transparente	$\epsilon_\lambda = 0$	$\rho_\lambda = 0$	$\tau_\lambda = 1$
Semi-transparente	$\epsilon_\lambda = 0$	$\rho_\lambda \neq 0$	$\tau_\lambda \neq 0$

TABLEAU 2.1 – Types de surfaces et coefficients caractéristiques

2.3.3 Conditions aux limites thermiques

Afin d'établir ces conditions aux limites, un bilan énergétique à l'interface est réalisé avec une source de rayonnement de luminance L_λ^{ext} provenant de l'extérieur qui agit sur la frontière. Plusieurs types d'échanges y sont mis en jeu :

- des pertes radiatives : dues à l'émission propre de la paroi vers l'extérieur et traduites par la fonction $f(T)$, où T est la température de l'interface ;
- des pertes ou gains conductifs : liés à la conductivité thermique du milieu $k_{\text{cond}}(T)$;
- des pertes convectives : liées au coefficient d'échange convectif h_{conv} avec le milieu extérieur et à la température ambiante de ce milieu T_∞ ;
- les gains par rayonnement : exprimés au travers de la fonction g .

L'expression générale de la condition aux limites thermique est donc la suivante :

$$-k_{\text{cond}}(T) \frac{\partial T}{\partial n_{\text{ext}}} + g = h_{\text{conv}}(T)(T - T_\infty) + f(T) \quad (2.30)$$

Détaillons les termes liés au rayonnement :

- Rayonnement absorbé provenant du milieu :

$$\int_\lambda \int_{\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta} < 0} (1 - \rho_\lambda^{\text{milieu} \rightarrow \text{ext}}(s, \underline{\Delta}) - \tau_\lambda(s, \underline{\Delta})) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) |\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}| d\Omega d\lambda \quad (2.31)$$

- Rayonnement émis par le milieu extérieur et absorbé par le milieu ⁴ :

$$\int_\lambda \int_{\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta} > 0} (1 - \rho_\lambda^{\text{ext} \rightarrow \text{milieu}}(s, \underline{\Delta}) - \tau_\lambda(s, \underline{\Delta})) L_\lambda^{\text{ext}}(\underline{\Delta}, t) |\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}| d\Omega d\lambda \quad (2.32)$$

La fonction g est constituée de la somme des deux termes précédents.

- Émission propre de l'interface respectivement vers l'intérieur et l'extérieur du milieu :

$$\begin{aligned} f(T_s) &= \int_\lambda \int_{\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta} > 0} \epsilon_\lambda(s, \underline{\Delta}) n_\lambda^2 L_\lambda^0(T_s) |\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}| d\Omega d\lambda \\ &+ \int_\lambda \int_{\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta} < 0} \epsilon_\lambda(s, \underline{\Delta}) (n_\lambda^{\text{ext}})^2 L_\lambda^0(T_s) |\underline{n}_{\text{int}} \cdot \underline{\Delta}| d\Omega d\lambda \end{aligned} \quad (2.33)$$

Le verre présente un comportement spectral qui correspond en pratique à des fenêtres de transparence ou à un comportement opaque ou semi-transparent sur des plages de longueurs d'onde. Cette complexité physique qui nécessite de caractériser le verre étudié, s'avère être un certain atout. En effet, il est du coup possible de réduire les calculs en n'intégrant les termes précédemment cités que sur la bande de longueur d'onde nécessaire.

⁴Le terme L_λ^{ext} peut éventuellement prendre en compte une source extérieure

2.4 Conclusion

Le vocabulaire propre au transfert de chaleur ainsi que les phénomènes physiques qui lui sont associés ont été décrits et mis en équation au travers de ce chapitre. Le modèle thermique applicable au thermoformage du verre est donc parfaitement décrit dans le cas général : il s'agit d'un milieu semi-transparent non-gris nécessitant la prise en compte du rayonnement par la résolution de l'ETR pour la part radiative, couplée à la résolution de l'équation de la chaleur avec des conditions aux limites adaptées aux différentes surfaces qu'il est possible de rencontrer. Ce modèle est donc basé sur quatre équations : l'ETR (2.13), l'équation de la chaleur (2.18) et les conditions aux limites respectives correspondantes (2.29) et (2.30).

Nous allons, dans le chapitre suivant, nous intéresser au modèle mécanique permettant de décrire la déformation du verre soumis à son propre poids et à un cycle de température adapté.

Chapitre 3

Paramètres de modélisation : détermination expérimentale et données bibliographiques

Les propriétés du matériau sont un élément essentiel du modèle, ainsi, après avoir décrit le modèle complexe thermomécanique, un certain nombre de propriétés et paramètres doivent être identifiés. Dans un premier temps, ils sont tous regroupés au sein du tableau 3.1, qui se veut le plus exhaustif possible, avant d'être détaillés un à un. Nous insisterons particulièrement sur la manière dont nous les avons déterminés qu'il s'agisse de références bibliographiques ou de mesures effectuées dans le cadre de ce travail.

Propriétés mécaniques	module d'Young E coefficient de Poisson ν fonction de relaxation ou retard en cisaillement C_s, S_s fonction de relaxation ou retard en pression hydrostatique C_d, S_d coefficient de dilatation solide et liquide β_l ou v viscosité η
Paramètres de Narayanaswami	temps de relaxation λ_i coefficients de pondération c_i température de référence $T_{\text{réf}}$ et constante x
Autres propriétés	masse volumique ρ_v température de transition vitreuse T_g
Propriétés de contact	coefficient de frottement f résistance thermique R_{contact}
Propriétés optiques et thermiques	conductivité k_{cond} chaleur massique c_p propriétés radiatives de surface $\rho, \tau, \alpha, \epsilon$ indices optiques n, k
Propriétés de l'environnement	coefficient de convection de l'air h_{conv} conductivité thermique du moule $k_{\text{cond}}^{\text{moule}}$

TABLEAU 3.1 – Récapitulatif des paramètres et propriétés caractéristiques nécessaires à la mise en place du modèle thermomécanique complet

3.1 Composition chimique du verre étudié

Dans le cadre de cette étude nous travaillons sur du verre silico-sodo-calcique produit par AGC Flat Glass (anciennement Glaverbel). Le lecteur peut se reporter à l'annexe C pour prendre connaissance des données fournies par le fabricant.

Comme cela sera vu ultérieurement, si une partie des propriétés de notre verre a pu être déterminée expérimentalement avec l'équipement dont nous disposons, nous avons été contraints par ailleurs de nous reposer sur la bibliographie pour la majorité de celles-ci. Comme l'a montré Scholze (1980) les propriétés sont fortement dépendantes de la composition chimique, aussi nous avons recensé les compositions chimiques des verres dont les propriétés sont disponibles dans notre bibliographie afin de nous assurer de la légitimité de ces valeurs trouvées dans la littérature.

3.1.1 Bibliographie sur du verre silico-sodo-calcique

Les compositions chimiques en pourcentage de masse pour des verres silico-sodo-calcique étudiés par différents auteurs sont présentées dans le tableau 3.2.

Référence	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Sb ₂ O	Al ₂ O ₃	SO ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	C	BaO
Noiret (1996)	70,5	11,6	8,7	7,7	1,1	0,2	0,2				
Van Iseghem (2000)	72	9	13	*	*	*	*	*	*	*	*
Borde (1984)	71,4	9,6	13,88	0,1		0,4	0,54	4,05	0,06	0,02	
Duffrene (1994)	71,09	9,7	13,8					4			
Carré (1996)	71	10	14					4			
Feulvarch <i>et al.</i> (2005)	70	11,6	8,7								
Zanotto (1998)	73,2	10,6	13,4	0,8		1,3		0,7	0,1		
Shen (2003)	71	11,8	14,7	0		1,65		0,07			0,23
Sekkat (1992)	73,21	11,1	12,48			1,36					

TABLEAU 3.2 – Compositions chimiques en pourcentage massique de verres silico-sodo-calciques issues de la bibliographie

3.1.2 Résultats des essais sur la microsonde de Castaing

La détermination de la composition chimique de notre verre a été réalisée au Service Commun de Microscopies Electroniques et de Microanalyses (SCMEM) de l'Université Henri Poincaré de Nancy avec l'aide du technicien en charge du matériel.

Une microsonde électronique de Castaing peut être considérée comme un microscope électronique à balayage équipé de spectromètres à dispersion de longueur d'onde (ou *Wavelength Dispersive Spectrometer*, *WDS*) et muni d'une régulation de courant. Les faisceaux X diffractés en conditions de Bragg sont analysés par cinq spectromètres, chacun étant équipé d'un monochromateur (équivalent à un filtre énergétique). La phase de calibration se base sur les spectres recueillis avec des composés étalons de composition chimique connue. Cela implique donc de connaître à l'avance le type d'atomes présents dans le matériau à analyser. La composition atomique de l'échantillon est déterminée de manière qualitative et quantitative à l'échelle du micromètre cube (μm^3) pour tous les éléments compris théoriquement entre le bore et l'uranium. En pratique, seuls les éléments à partir du numéro atomique du sodium sont détectés. Notons également que l'oxygène est déduit par calcul stoechiométrique car il est trop léger pour être détecté. Cette technique non destructive permet d'atteindre des seuils de détections de l'ordre de 100 ppm mais nécessite de travailler sur des matériaux solides, l'analyse se faisant sous vide secondaire¹.

¹Ce vide correspond généralement à une pression comprise entre 1 et 10^{-5} Pa.

3.1. COMPOSITION CHIMIQUE DU VERRE ÉTUDIÉ

La préparation de l'échantillon consiste à déposer du carbone sur la surface de l'échantillon à analyser qui aura été préalablement poli et rectifié ; il s'agit de permettre la conduction des électrons qui n'est pas intrinsèque dans le cas du verre.

Dans un premier temps, l'homogénéité du verre a été évaluée en mode électron secondaire. Bien entendu, notre verre présente une certaine inhomogénéité locale mais la dispersion pouvant en résulter pour la quantification atomique va être comblée par des mesures statistiques. Ainsi on choisit une zone de mesure carrée de 2,5 mm de côté et on réalise une analyse tous les 500 μm (soit 36 mesures), les résultats étant ensuite moyennés.

On a pu déterminer grâce à ce dispositif expérimental le pourcentage massique, moyenné sur 36 mesures, de chaque élément comme le montre le tableau 3.3 :

Eléments	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Ba	Sn	O
% massique détecté	9,31	2,53	0,33	33,92	0,018	0,04	6,00	0,062	0,002	1,41	46,48
Écart-type*	0,13	0,06	0,03	0,15	0,011	0,03	0,09	0,045	0,008	0,20	0,06
Écart-type ⁺	0,06	0,06	0,18	0,013	2,440	2,05	0,06	3,189	18,50	0,12	×
Valeur moyenne de la limite de détection %	0,091	0,047	0,045	0,055	0,034	0,065	0,072	0,184	0,137	0,105	×
Écart-type sur la valeur de la limite de détection	0,006	0,004	0,003	0,003	0,004	0,008	0,007	0,024	0,007	0,007	×

* lié à l'échantillon : calculé à partir des 36 mesures réalisées

⁺ lié à l'étalonnage : moyenne des 36 écart-types obtenus pour chaque élément lors de l'analyse

TABLEAU 3.3 – Composition chimique massique moyenne de notre verre obtenue par analyse à la microsonde électronique de Castaing

Rappelons que l'oxygène est déduit du pourcentage total d'éléments détectés. La connaissance *a priori* des éléments présents dans l'échantillon est donc essentielle et peut entacher d'erreur la quantification qui découle de la mesure.

D'autre part, l'analyse des pourcentages massiques des éléments détectés par la microsonde, présentés dans le tableau 3.3 montre un écart-type important par rapport à la valeur moyenne détectée dans le cas des éléments : S, K, Fe et Ba. Pour éclaircir cette dispersion dans les mesures, il faut se reporter aux deux dernières lignes du tableau 3.3 qui donnent la limite de détection de chaque élément et l'écart-type sur cette valeur. Ainsi, il découle de cette observation que pour S, K, Fe et Ba les quantités « mesurées » se trouvent être inférieures à limite de détection de l'élément pour la microsonde. Ces mesures ne sont donc pas significatives, et il semble nécessaire de rester vigilant sur les concentrations de ces éléments.

Pour déterminer le pourcentage atomique d'un élément on utilise les masses molaires de chacun des éléments reprises dans le tableau 3.4 et on le calcule à partir du pourcentage massique mesuré, les résultats sont présentés dans le même tableau.

Eléments	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Ba	Sn	O
Masse molaire (g/mol)	22,99	24,31	26,98	28,09	32,06	39,10	40,08	55,85	137,33	118,71	16,00
% massique	8,44	2,17	0,25	25,17	0,01	0,02	3,12	0,02	0,0003	0,25	60,53

TABLEAU 3.4 – Composition chimique atomique de notre verre obtenue par analyse à la microsonde électronique de Castaing

Enfin, la stoechiométrie permet de recalculer les masses molaires des molécules présentes dans l'échantillon et donc de remonter à la composition en pourcentage atomique de molécule présentée dans le tableau 3.5.

Molécule	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	SnO	Al ₂ O ₃	SO ₂	MgO	FeO	BaO
Masse molaire (g/mol)	60,09	56,08	61,98	94,19	134,71	101,96	64,06	40,30	153,32	71,85
% massique	72,48	8,39	12,54	0,057	1,60	0,617	0,036	4,19	0,079	0,002

TABLEAU 3.5 – Composition chimique moléculaire de notre verre obtenue par analyse à la microsonde électronique de Castaing

Le constructeur évalue la précision de la mesure à 0,1%. Mais cette valeur est conditionnée par la connaissance *a priori* des éléments atomiques et des molécules présents dans l'échantillon. De plus, il a été montré qu'une analyse des résultats est nécessaire pour vérifier la qualité des mesures et également la limite de détection.

Cependant, cette analyse reste accessible et l'incertitude de la mesure est selon nous bien inférieure à la dispersion des mesures liée au procédé de fabrication lui même (dosage approximatif des matières premières, fort pourcentage de verre recyclé de composition variable,...) et à l'homogénéité discutable des échantillons qui en découlent.

Il est également intéressant de constater que notre verre se rapproche de ceux utilisés par Borde, Duffrène, Carré, Vanlsegheem, même si l'écart peut atteindre 1% pour les composés significatifs (SiO₂, Na₂O, CaO).

3.2 Paramètres d'élasticité : module d'Young et coefficient de Poisson

Le verre solide présente un comportement élastique à faible température. Il est de fait caractérisé par une module d'élasticité ou module d'Young E et un coefficient de Poisson ν .

3.2.1 Influence de la température

Nous avons montré dans un chapitre précédent grâce à la figure 1.2 l'importance de la thermodépendance des paramètres d'élasticité : certains auteurs s'y sont intéressés et leurs résultats sont reportés dans le tableau 3.6.

Auteurs	Méthodes	E (Pa)	ν	gamme
Zhou <i>et al.</i> (2006)	*	$71 \cdot 10^9$	0,19	*
Duffrène (1994)	diffusion Brillouin	$62 \cdot 10^9$ $-4,916 \cdot 10^7 \cdot T + 65,247 \cdot 10^9 (T \text{ en } ^\circ\text{C})$ $-3,611 \cdot 10^7 \cdot T + 82,441 \cdot 10^9$	0,22	$500 - 650^\circ\text{C}$ $T < T_g$ $T > T_g$
Lohegnies <i>et al.</i> (1996)	*	$20 \cdot 10^9$	0,22	$(645 - 655^\circ\text{C})$
Bernard <i>et al.</i> (2005)	*	$-3,61 \cdot 10^7 \cdot T + 9,67 \cdot 10^7 (T \text{ en K})$ $-4,916 \cdot 10^6 \cdot T + 7,1 \cdot 10^{10} (T \text{ en K})$	0,22	$T > 569^\circ\text{C}$ $T < 569^\circ\text{C}$
Guillemet <i>et al.</i> (1993)	*	$9,67 \cdot 10^{10} - 3,611 \cdot 10^7 \cdot T$ $7,1 \cdot 10^{10} - 4,916 \cdot 10^6 \cdot T$	0,22	$T > T_g$ $T < T_g$

* non précisé

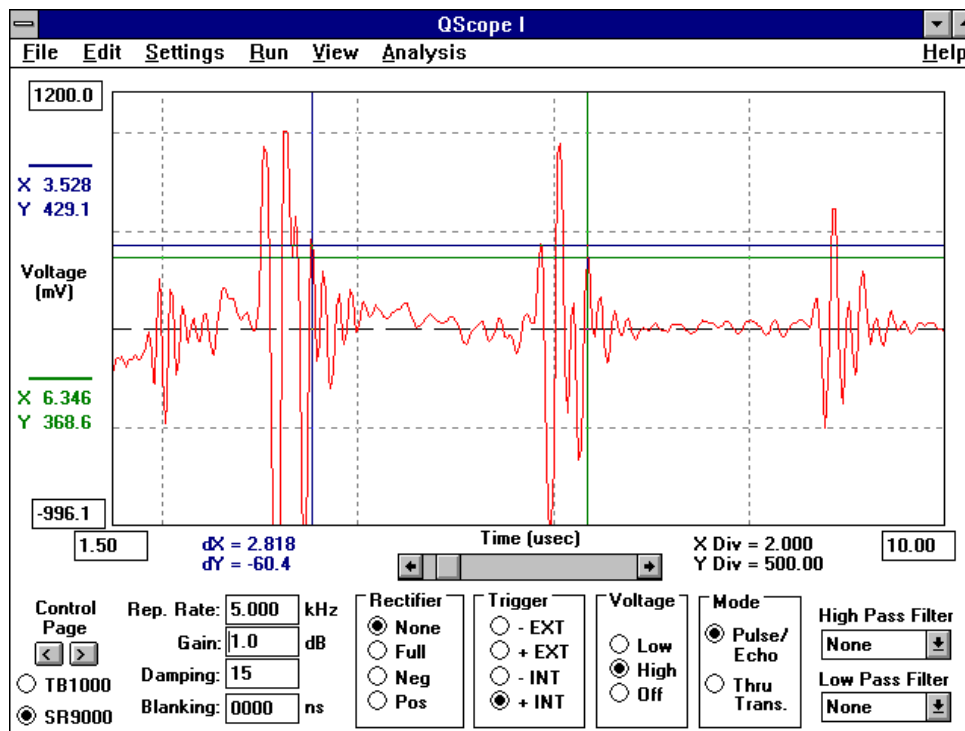
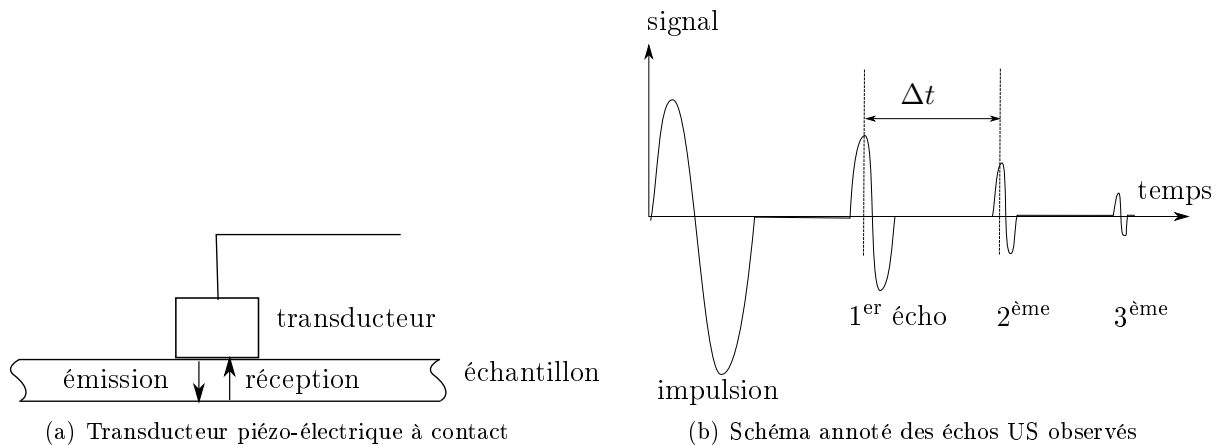
TABLEAU 3.6 – Paramètres élastiques issus de la bibliographie

3.2.2 Détermination expérimentale

Les mesures dynamiques à partir des vibrations longitudinales ou transversales sont très souvent la solution retenue. Parmi les techniques possibles issues de la littérature (Scholze, 1980), la propagation d'ultrasons présente l'avantage d'être non destructive à température ambiante et disponible à l'EEIGM (École Européenne d'Ingénieurs en Génie de Matériaux).

3.2. PARAMÈTRES D'ÉLASTICITÉ : MODULE D'YOUNG ET COEFFICIENT DE POISSON

Ce système permet de déterminer les constantes élastiques à partir de la vitesse de propagation des ondes ultra sonores dans le matériau. Celles-ci sont générées par effet piézoélectrique : les vibrations de la céramique qui constitue le transducteur entraînent la formation d'ondes ultra sonores qui sont ensuite transmises au matériau. Deux transducteurs sont à notre disposition : un pour former des ondes longitudinales qui sollicitent le matériau perpendiculairement à la surface de contact (*i.e.* en compression), l'autre pour des ondes transversales pour lesquelles la sollicitation est parallèle à la surface de contact (*i.e.* en cisaillement). Le récepteur est intégré au sein du transducteur (*cf.* figure 3.1). Le signal, sous forme d'écho, est visualisé grâce à l'interface fournie par le constructeur. L'intervalle de temps entre deux échos successifs est constant Δt , et caractéristique du mode de propagation de l'onde, on notera : Δt_l pour longitudinal et Δt_t pour transversal les temps entre deux échos auxquels correspondent V_l et V_t les vitesses de propagation des ondes fonctions de l'épaisseur de l'échantillon.



(c) Écran de mesure

— signal — curseur 1 — curseur 2

FIGURE 3.1 – Caractérisation des propriétés élastiques par ultrasons

À partir de cette mesure on peut remonter aux caractéristiques élastiques grâce aux relations empiriques suivantes (Zarzycki, 1982) :

$$E = \rho_v V_t^2 \frac{3V_l^2 - 4V_t^2}{V_l^2 - V_t^2} \quad (3.1)$$

$$\nu = \frac{1}{2} \frac{V_l^2 - 2V_t^2}{V_l^2 - V_t^2} \quad (3.2)$$

avec ρ_v la masse volumique de l'échantillon.

Résultats de nos mesures

Nous avons réalisé une campagne de mesures à température ambiante (illustrées sur la figure 3.2) dont les résultats sont reportés dans le tableau 3.7.

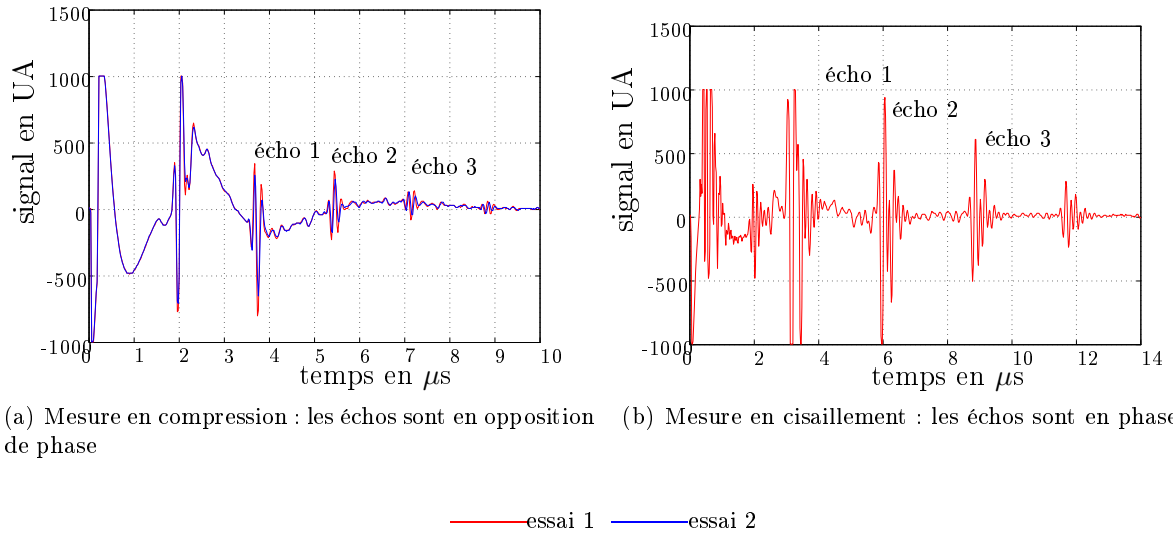


FIGURE 3.2 – Deux exemples de signal mesuré

grandeur	ρ_v	épaisseur	Δt_{long}	Δt_{trans}	v_{long}	v_{trans}	E	ν
unité	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	mm	μs	μs	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	GPa	
valeur	2527,50	4,9	1,7025	2,8255	5756	3468	73,885	0,215

TABEAU 3.7 – Résultats de nos mesures des propriétés élastiques à température ambiante

Il nous semble important de noter que le signal est reproductible mais que les valeurs calculées sont très sensibles à la masse volumique, et à l'épaisseur de la plaque de verre.

3.3 Coefficients de dilatation

3.3.1 Détermination expérimentale

Généralement, deux types de méthodes se distinguent : les méthodes relatives et les méthodes absolues. Dans le premier cas, il est possible d'effectuer plusieurs types d'essais :

- les essais dynamiques impliquent un chauffage linéaire la pièce de diamètre proche de 5 mm à la vitesse de chauffe de $5^\circ\text{C}/\text{min}$;
- les essais statiques consistent à effectuer une mesure après avoir maintenu la pièce à 300°C pendant 20 minutes ;

D'autres méthodes, basées sur le principe de cofusion d'un verre échantillon avec un verre étalon ou sur la méthode du double fil (*cf.* Scholze, 1980) peuvent être utilisées. En ce qui concerne les mesures absolues, elles sont basées sur des mesures interférométriques du matériau. Celles-ci permettent de mesurer des variations de longueur de 10nm. On citera par exemple la méthode de Brillouin décrite et utilisée par Duffrene (1994).

La détermination la plus classique du coefficient de dilatation est normalisée et peut être faite à l'aide d'un dilatomètre. Cet instrument nous permettra également de déterminer la température de transition vitreuse T_g .

Le principe de la mesure repose sur la mesure de l'allongement relatif d'un étalon et de l'échantillon selon le schéma 3.3. L'étalon est dans notre cas un cylindre d'alumine de 6 mm de diamètre et de 25 mm de longueur. L'échantillon doit se rapprocher le plus possible de la géométrie de l'étalon. L'échantillon est placé dans le porte-échantillon de tel sorte qu'il soit maintenu d'un côté et en contact avec le poussoir en alumine qui permet la liaison mécanique avec le capteur inductif de déplacement. Ainsi lors de la dilatation de l'échantillon, le poussoir transmet son mouvement au capteur qui enregistre l'allongement qui sera alors converti en déformation. Une enceinte thermostatée permet d'imposer la température de l'échantillon qui est relevée par un thermocouple afin de pouvoir remonter au coefficient de dilatation (*cf.* relation (1.22)).

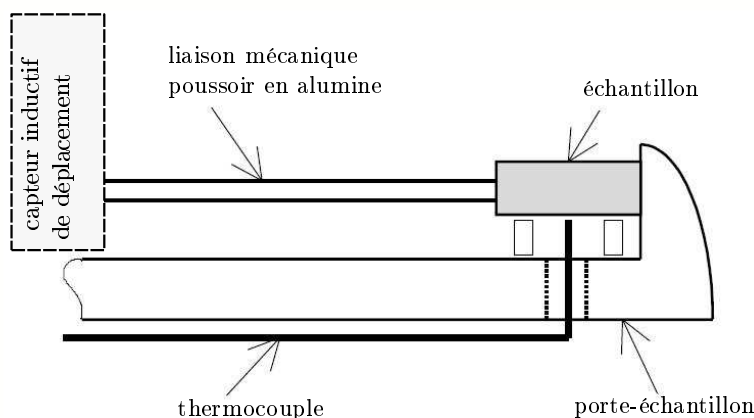
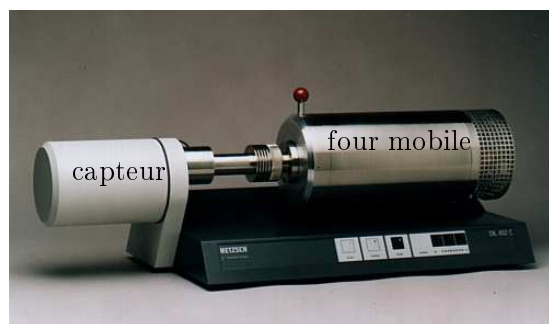


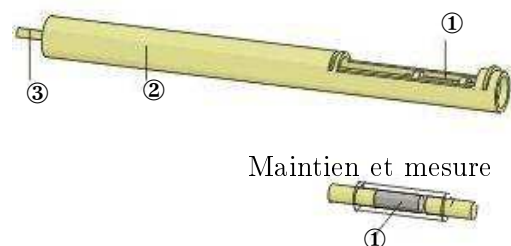
FIGURE 3.3 – Schéma de principe de mesure de dilatométrie

Ainsi pour réaliser une expérience de dilatométrie il est nécessaire de connaître la longueur initiale de l'échantillon l_0 à 0,1% près, l'allongement Δl doit lui être déterminé avec une précision de 0,002%. L'échantillon doit présenter une température constante dans tout le volume à ± 3 K.

Les mesures qui ont été effectuées avec le dispositif de l'EEIGM (présenté sur la figure 3.4) ont été réalisées sur des échantillons de verre issus d'une même plaque ayant subi préalablement différents traitements thermiques : non recuit, recuit à 450°C pendant 4h, recuit à 470°C pendant 24h. Les résultats expérimentaux associés à la variation de l'allongement relatif de l'échantillon avec la température ainsi que la variation du coefficient de dilatation sont représentés sur la figure 3.5. Au vu des différents résultats associés au verre recuit et non recuit, nous en déduisons que le verre fourni par AGC Flat Glass n'est pas totalement relaxé. Cette information peut s'avérer importante quant à l'exploitation des résultats expérimentaux et numériques du thermoformage.



(a) photo du dispositif complet



(b) Système porte-échantillon

① échantillon ② tube alumine porte-échantillon

③ liaison mécanique avec le capteur - poussoir en alumine

FIGURE 3.4 – Le dispositif de dilatométrie de l'EEIGM

Les courbes présentées sur la figure 3.6 permettent de déterminer graphiquement :

- les coefficients de dilatation solide et liquide (β_g et β_l) qui correspondent aux pentes de la courbe d'allongement relatif en fonction de la température prise respectivement avant et après la température de transition vitreuse ;
- la température de transition vitreuse T_g qui est le point d'intersection des deux droites de pentes β_g et β_l ;
- la température de ramollissement dilatométrique associée à l'allongement relatif maximum..

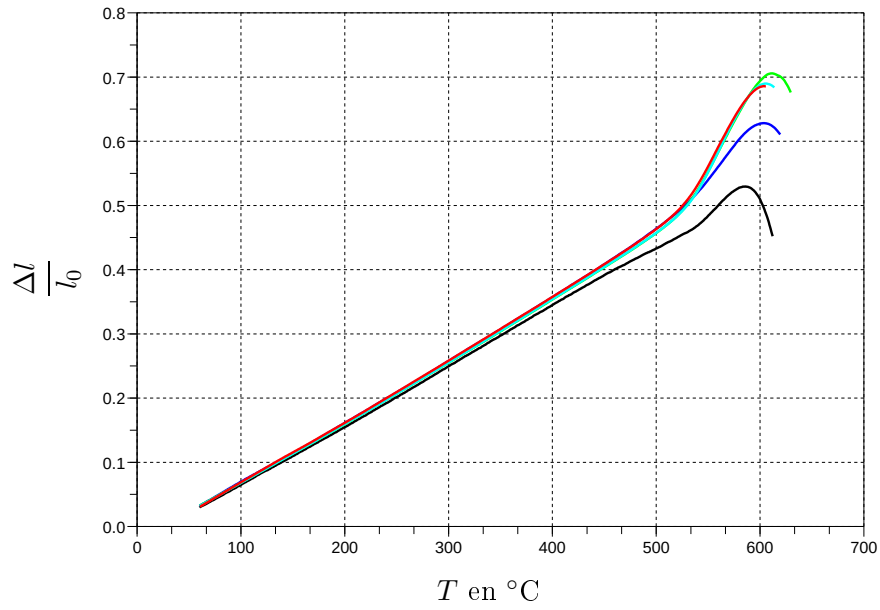
Au delà de celle-ci le verre colle au poussoir et commence même à fluer ;

Les résultats associés à notre verre sont regroupés dans le tableau 3.8.

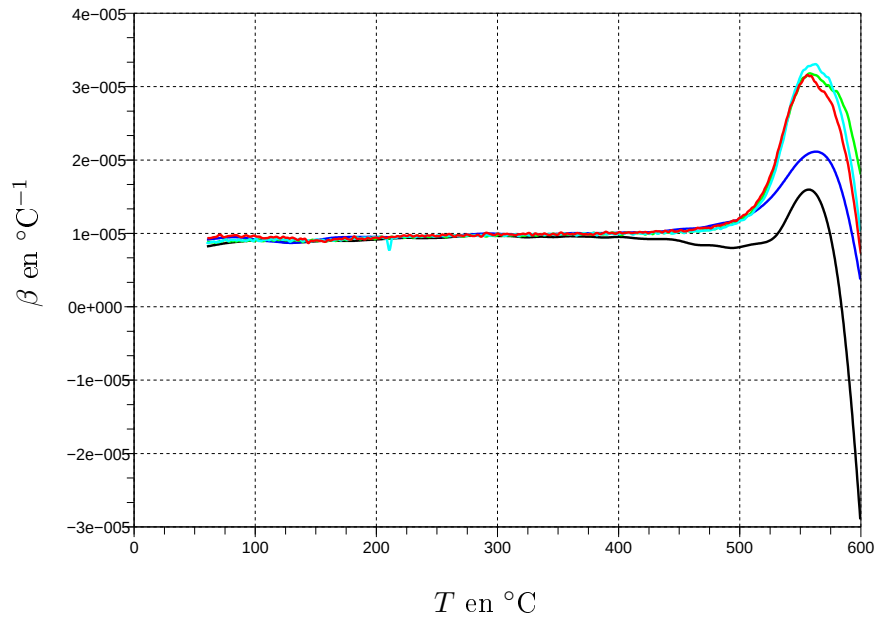
Grandeur	$\beta_g \cdot 10^{-5}$ *	$\beta_l \cdot 10^{-5}$ *	T_g^+	$T_{\text{ramollissement dilatométrique}}^+$
essai1	0,952898	3,159985	523,5	598,5
essai2	0,955329	3,272036	525,5	592
essai3	0,962362	3,122143	521,5	590
essai4	0,943857	1,763685	541	580,5
essai5	0,936728	1,685908	550,5	577
essai6	0,971989	2,137062	516	595,5
essai7	0,962367	2,153871	516	591
essai8	0,952898	3,159985	523,5	598,5
essai9	0,955329	3,272036	525,5	592
essai10	0,962362	3,122143	521,5	590
essai11	0,959849	3,06722	521	594,5
moyenne	0,955997	2,71964	526	590,9
écart-type	0,009924	0,639129	10,5	6,7
écart-type relatif	1%	24%	2%	1%

* en $^{\circ}\text{C}^{-1}$ et + en $^{\circ}\text{C}$

TABLEAU 3.8 – Résultats de dilatométrie



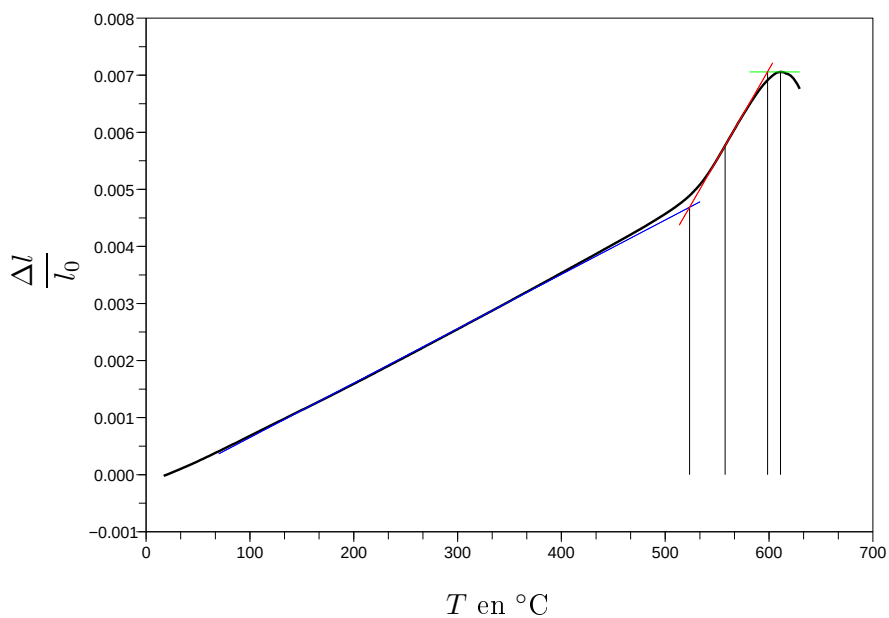
(a) Déformation en fonction de la température



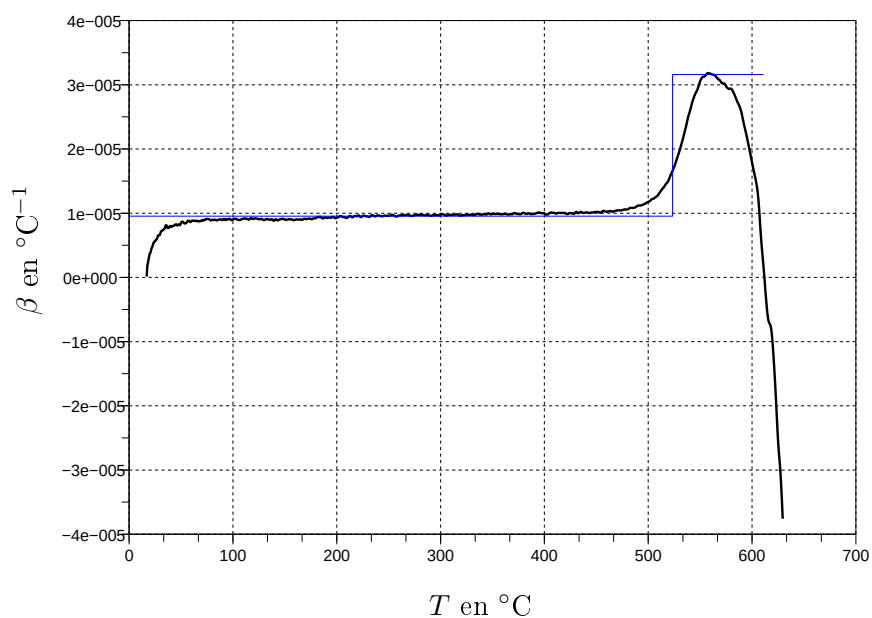
(b) Dérivée de la courbe précédente : coefficient de dilatation en fonction de la température

— non recuit — recuit 4h à 450°C
 recuit 24h à 470°C : — cyan — vert — rouge

FIGURE 3.5 – Résultats de nos essais de dilatométrie sur un verre ayant subi différents recuits



(a) Déformation en fonction de la température



(b) Dérivée de la courbe précédente : coefficient de dilatation en fonction de la température

FIGURE 3.6 – Résultats sur un verre recuit (24h à 470 $^{\circ}\text{C}$)

3.3.2 Données bibliographiques

Comme nous l'avons déjà abordé, le verre est abondamment étudié dans la littérature, le tableau 3.9 regroupe les principaux résultats utiles dans notre cas :

Référence	T_g (°C)	coefficient de dilatation ($^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10^6$)	
		β_l	β_g
Van Iseghem (2000)	577	25	9
Borde (1984)	*	*	8,5
Bernard <i>et al.</i> (2005)	569	32	9
Duquennoy <i>et al.</i> (2006)	*	25	9

* non précisé

TABLEAU 3.9 – Coefficients de dilatation solide et liquide issus de la bibliographie

3.4 Coefficient de chaleur massique - capacité calorifique

Les résultats issus de la bibliographie sont regroupés dans le tableau 3.10 et représentés sur la figure 3.7.

Auteurs	gamme	c_p ($\text{J kg}^{-1}^{\circ}\text{C}^{-1}$)
Zhou (2006)	*	$1200 + 6,5 \cdot 10^{-3} \cdot T$ (T en K)
Guillemet <i>et al.</i> (1993)	$T > T_g$	$909,81 + 0,34682 \cdot T - 1,7641 \cdot 10^7 / T^2$
	$T < T_g$	1430,1
Noiret (1996)	*	1200
Carré (1996)	$T > 577$	$1,433 + 6,5 \cdot 10^{-3} \cdot T$ (K)
	$T < 577$	$893 + 0,4 \cdot T - 1,8 \cdot 10^{-7} / T^2$
Bernard <i>et al.</i> (2005)	$T > 569$	$1433 + 6,5 \cdot 10^{-3} \cdot T$ (T en K)
	$T < 569$	$893 + 0,4 \cdot T - 1,8 \cdot 10^{-7} / T^2$
Duquennoy <i>et al.</i> (2006)	$T > T_g$	$1433 + 6,5 \cdot 10^{-3} \times T$
	$T < T_g$	$893 + 0,4 \cdot T - 1,8 \cdot 10^7 / T^2$
Mann <i>et al.</i> (1992)	*	1350

* non précisé

TABLEAU 3.10 – Coefficient de chaleur massique issus de la bibliographie

D'autre part, une campagne de mesures a été effectuée sur la calorimétrie différentielle à balayage (en anglais, Differential Scanning Calorimetry donc DSC) à l'EEIGM mais n'étant pas terminée, ces résultats ne pourront pas figurer dans ce manuscrit.

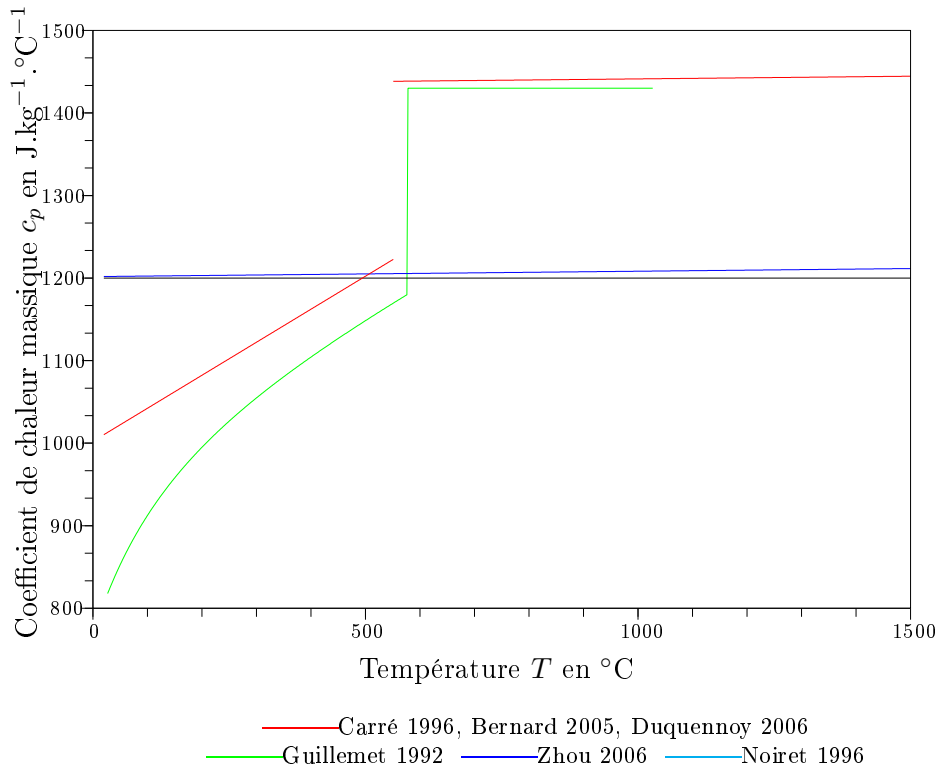


FIGURE 3.7 – Courbes du coefficient de chaleur massique c_p en fonction de la température tracées à partir des résultats bibliographiques

3.5 Conductivité thermique

L'étude bibliographique a permis de regrouper un certain nombre de données dans le tableau 3.11 et certaines données ont été représentées sur la figure 3.8.

Auteurs	conductivité thermique ($\text{W m}^{-1}\text{°C}^{-1}$) k_{cond}
Zhou <i>et al.</i> (2006)	$2 + 1,770.10^{-8} \cdot (T + 273,15)^2$
Noiret (1996)	1,8
Carré (1996)	$0,975 + 8,58.10^{-4} \cdot T$ (en °C)
Bernard <i>et al.</i> (2005)	$0,975 + 8,58.10^{-4} \cdot (T - 273)$ (en K)
Duquennoy <i>et al.</i> (2006)	$0,975 + 5,58.10^{-4} \cdot (T - 273)$ (en K)
Mann <i>et al.</i> (1992)	$1,14 + 6,24.10^{-4} \cdot (T - 273)$ (en K)
Cesar De Sa (1986)	déduit d'autres paramètres <i>cf.</i> article

TABLEAU 3.11 – Conductivité thermique issue de la bibliographie

L'équipe du LEMTA, partenaire du projet MIPI et de REVELOR qui travaille sur le remplissage de moule, sera en mesure d'évaluer la conductivité thermique par la méthode de mini plaque chaude.

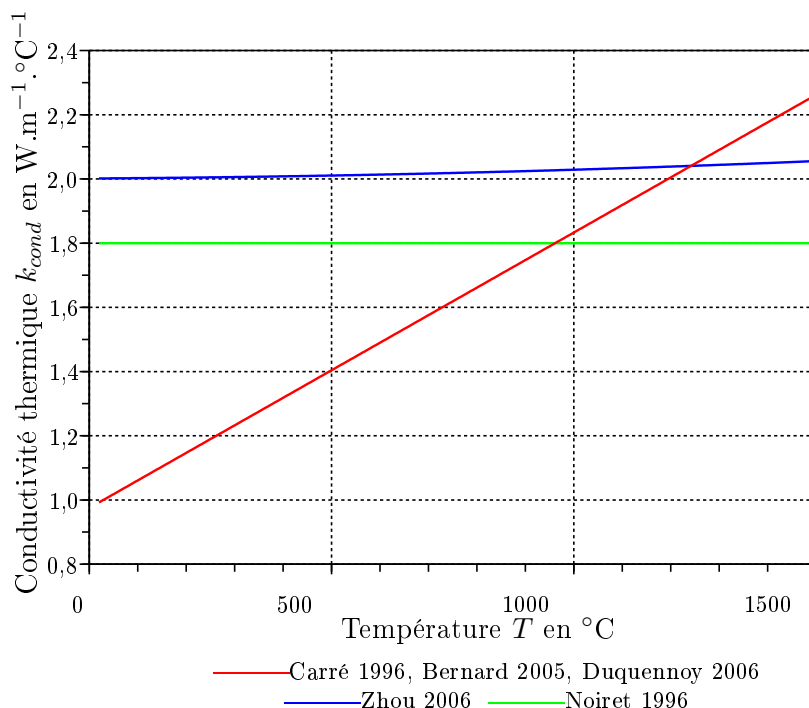


FIGURE 3.8 – Courbes de la conductivité thermique k_{cond} en fonction de la température tracées à partir des résultats bibliographiques

3.6 Viscosité

La viscosité, notée η , est une propriété centrale qui régit l'écoulement et conditionne ainsi fortement la fabrication et la mise en forme du verre. Elle est également extrêmement dépendante de la nature chimique du verre et de la « structure » du verre, elle-même consécutive au procédé de fabrication (histoire thermique).

3.6.1 Influence de la température

Comme nous avons pu le constater sur la figure 3, les valeurs de viscosité varient sur quatorze décades entre la température ambiante et la température de fusion, l'influence de celle-ci est donc indiscutable. Pour déterminer son expression théorique, les scientifiques se sont appuyés sur une approche soit empirique soit thermodynamique théorique. Nous ne détaillerons pas l'ensemble de ce qui existe dans ce domaine, le lecteur pourra se reporter aux ouvrages de Scholze (1980), Zarzycki (1982), Guillemet et Barton (2005) pour plus de détails.

Les travaux les plus couramment cités sont ceux de Vogel, Fuchler et Tammann qui ont proposé une équation du même nom abrégée VFT et présentée précédemment (1.36). Celle-ci s'exprime sous la forme suivante, et est généralement préconisée pour décrire les variations de viscosité avec la température au-dessus de la transition vitreuse.

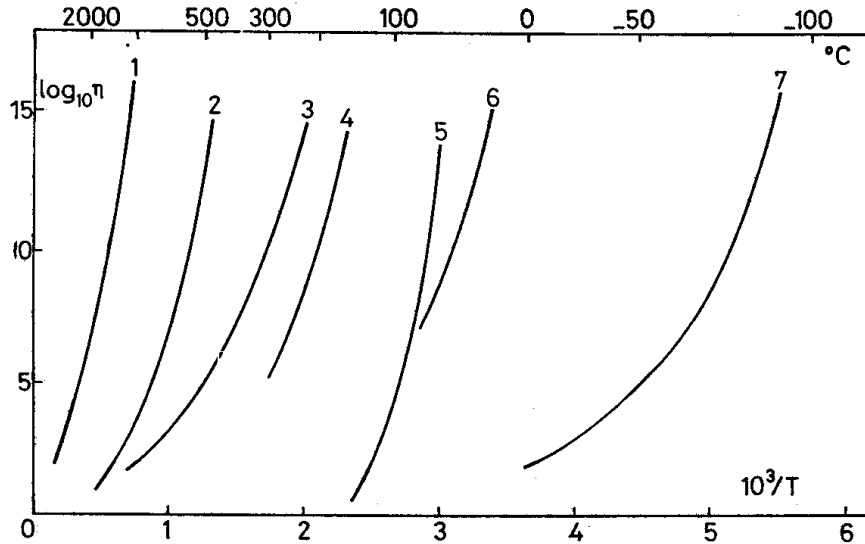
$$\log(\eta(T)) = A + \frac{B}{T - T_0}$$

où A , B et T_0 sont des coefficients empiriques, sans signification physique, ajustés aux mesures par méthode des moindres carrés. Comme le montre la figure 3.9, la viscosité dépend également fortement de la composition chimique. Scholze (1980) a paramétré et répertorié le triplet (A, B, T_0) en fonction de la composition chimique, créant ainsi une base de données importante.

Au-dessous de T_g , le modèle d'Arrhénius (1.35) est généralement préconisé.

$$\eta(T) = \eta_0 \exp \left(\frac{-\Delta H}{k_B T} \right)$$

où k_B est la constante de Boltzmann, ΔH l'énergie d'activation et T la température en K.



1) SiO_2 , 2) silico-sodo-calcique, 3) B_2O_3 , 4) As_2S_3 , 5) $\text{KNO}_3\text{-Ca}(\text{NO}_3)_2$, 6) Se, 7) Glycérol

FIGURE 3.9 – Influence de la composition chimique du verre sur la courbe viscosité-température d'après Scholze (1980)

3.6.2 Détermination expérimentale

Les valeurs de viscosité s'étendant sur une gamme très large, une mesure complète sur toute la gamme est impossible, il faut choisir la technique en fonction de la gamme de température souhaitée. Ainsi il existe de nombreuses méthodes, nous en avons répertorié quelques unes ici, en nous basant sur les ouvrages de références déjà cités (Zarzycki, 1982 ; Guillemet et Barton, 2005) au sein du tableau 3.12.

Méthode	domaine de viscosité en Pa·s
cylindres coaxiaux	$\eta < 10^4$
chute d'une bille	$\eta < 10^4$
vitesse d'allongement d'une baguette	$10^5 < \eta < 10^{14}$
plateaux parallèles	$10^5 < \eta < 10^{14}$
flexion d'une barre prismatique	$10^9 < \eta$

TABLEAU 3.12 – Principales méthodes de mesure de viscosité et leur domaine d'application en température

3.6.3 Valeurs bibliographiques à disposition

La figure 3.10 retrace l'évolution de la viscosité avec la température pour les paramètres identifiés pour la VFT dans différents domaines de températures dans la littérature pour différents types de verre.

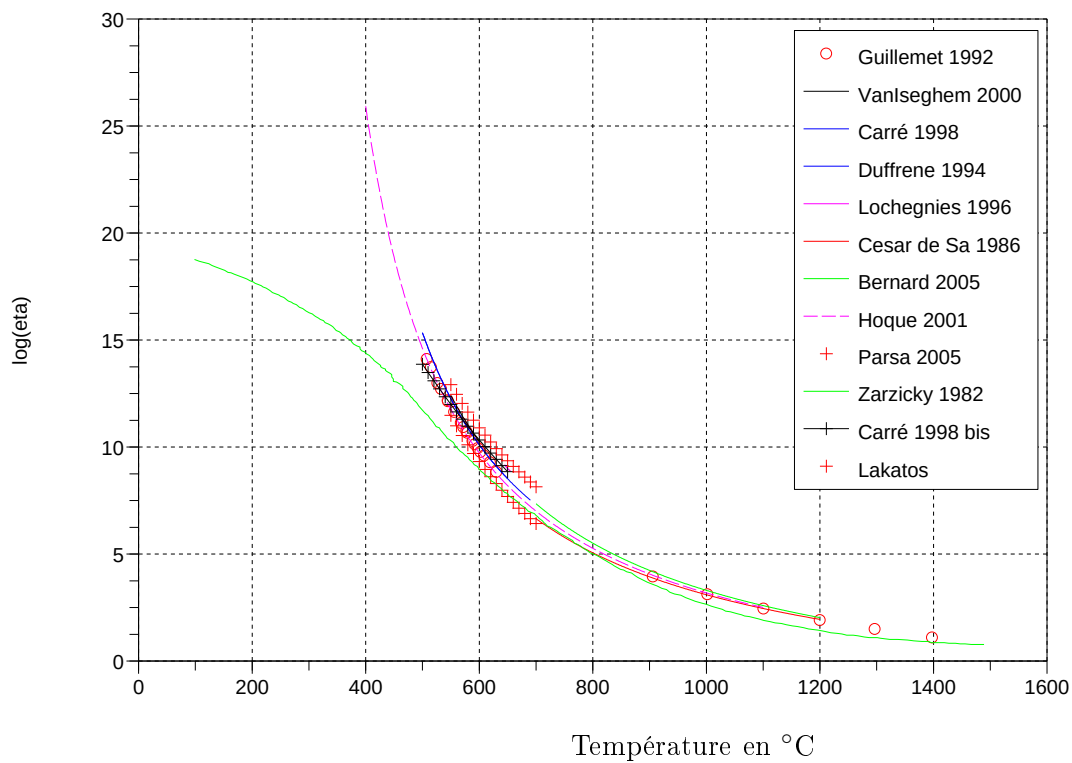


FIGURE 3.10 – Courbes traçant le logarithme de la viscosité η en fonction de la température tracées à partir des résultats bibliographiques

On peut noter qu'en dessous de T_g la loi VFT donne des valeurs inadéquates comparativement aux résultats expérimentaux de Zarzycki (1982).

3.7 Coefficients du modèle viscoélastique

Les coefficients repris ici sont issus de la bibliographie, les plus utilisés sont ceux de Duffrene (1994), ils figurent dans l'équation (1.65) du chapitre 1. Nous tenons à préciser que dans le cadre d'une collaboration avec le professeur S. Etienne du LPM de Nancy, un banc expérimental de détermination des modules de cisaillement, sur une plage de température variant entre 20 et 1600°C, va être monté à l'EEIGM. Ce banc est basé sur des essais en fréquence sur un pendule de torsion ; ces résultats viendront donc se greffer au projet ultérieurement, pour l'heure nous nous contenterons d'utiliser les résultats bibliographiques regroupés dans le tableau 3.13.

	Duffrene (1994)	Bernard <i>et al.</i> (2005)	Duquennoy <i>et al.</i> (2006)
T °C	596	503,36	491
Cisaillement			
w1	$5,523 \cdot 10^{-2}$	0,0438	0,0427
t1	$6,628 \cdot 10^{-5}$	19	19
w2	$8,205 \cdot 10^{-2}$	0,0611	0,0596
t2	$1,197 \cdot 10^{-3}$	291,9	291,9
w3	$1,215 \cdot 10^{-1}$	0,0899	0,0877
t3	$1,514 \cdot 10^{-2}$	1843	1843
w4	$2,286 \cdot 10^{-1}$	0,2516	0,2454
t4	$1,672 \cdot 10^{-1}$	11800	11800
w5	$2,860 \cdot 10^{-1}$	0,2974	0,2901
t5	$7,497 \cdot 10^{-1}$	49490	49490
w6	$2,266 \cdot 10^{-1}$	0,2561	0,2498
t6	3,292	171700	1030200
Pression hydrosatique			
w1	$2,22 \cdot 10^{-2}$	0,0307	0,0427
t1	$5,01 \cdot 10^{-5}$	$1,14 \cdot 10^2$	114
w2	$2,24 \cdot 10^{-2}$	0,0428	0,0596
t2	$9,95 \cdot 10^{-4}$	$1,75 \cdot 10^3$	1751,4
w3	$2,87 \cdot 10^{-2}$	$6,29 \cdot 10^{-2}$	0,0877
t3	$2,02 \cdot 10^{-3}$	$1,11 \cdot 10^4$	11058
w4	$2,14 \cdot 10^{-1}$	$1,76 \cdot 10^{-1}$	0,2454
t4	$1,93 \cdot 10^{-2}$	$7,08 \cdot 10^4$	70800
w5	$3,94 \cdot 10^{-1}$	$2,08 \cdot 10^{-1}$	0,2901
t5	$1,20 \cdot 10^{-1}$	$2,97 \cdot 10^5$	296940
w6	$3,19 \cdot 10^{-1}$	$1,79 \cdot 10^{-1}$	0,2498
t6	2,033	1030200	1030200

TABLEAU 3.13 – Coefficients du modèle viscoélastique de Maxwell à 6 paramètres issus de la bibliographie

3.8 Coefficients du modèle de Narayanaswamy

Le modèle présenté au chapitre précédent est essentiellement utilisé dans le cas de trempe thermique du verre. Cette revue bibliographique a permis de réunir des données intéressantes, regroupées dans le tableau 3.14 qui permettront de paramétrer notre modèle afin d'étudier l'in-

fluence de la relaxation structurale au cours du refroidissement de la pièce de verre thermoformée.

	Jain et Yi (2006)	Guillemet <i>et al.</i> (1993)	Carré (1996)	Bernard <i>et al.</i> (2005)	Duquennoy <i>et al.</i> (2006)
T (°C)	680	490,51	595,85°C	503,36°C	491°C
$\Delta H/R$	47000	*	55000	*	75483,09179
x	0,45	*	0,5	0,5	0,5
w1	0,07	0,0427	0,05523	0,0438	0,0427
t1	0,0534	19	0,0005965	171	171
w2	0,93	0,0596	0,08205	0,0611	0,0596
t2	0,0538	219,9	0,01077	2627,1	2627,1
w3		0,0877	0,1215	0,0899	0,0877
t3		1843	0,1362	16587	16587
w4		0,2454	0,2286	0,2516	0,2454
t4		11800	1,505	106200	106200
w5		0,2901	0,286	0,2974	0,2901
t5		49490	6,747	445410	445410
w6		0,2498	0,2265	0,2561	0,2498
t6		171700	29,63	1545300	1545300

* non précisé

TABLÉAU 3.14 – Coefficients du modèle de Narayanaswamy issus de la bibliographie

3.9 Masse volumique

Par définition, il s'agit de la masse par unité de volume, elle est notée ρ_v et s'exprime en $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. La masse volumique est une grandeur qui intervient dans les équations thermique (2.18) et mécanique (1.3).

3.9.1 Données à notre disposition

Le tableau 3.15 reprend les principales références trouvées avec la température en K.

Van Iseghem (2000)	2410
Zhou <i>et al.</i> (2006)	$2583 \times (1 - 9,05 \cdot 10^{-5}(T - 1300))$
Noiret (1996)	2450
Duquennoy <i>et al.</i> (2006)	2550
Lee et Viskanta (2001)	$2250 \times (1 + 5.1 \cdot 10^{-5} \times (T - 1473))$

TABLEAU 3.15 – Masse volumique issue de la bibliographie

3.9.2 Détermination expérimentale

Disposant au LPM de Nancy d'un dispositif permettant cette mesure, nous avons réalisé plusieurs essais pour vérifier à température ambiante les valeurs disponibles dans la littérature. De plus, comme cela a été présenté précédemment, cette valeur est très importante pour la détermination des paramètres d'élasticité à température ambiante par mesures ultrasonores.

Le matériel utilisé est un Ultrapycnomètre 1000 de QUANTACHROME INSTRUMENTS, basé sur le principe d'Archimède de déplacement des fluides il mesure le volume et la densité réelle de l'échantillon solide. Nous utilisons ici l'hélium (gaz neutre de petites dimensions atomiques), dont le comportement est proche d'un gaz parfait. Cette particularité est à la base de notre mesure puisque dans une cellule de mesure contrôlée en pression et volume, on réalise des mesures comparatives de pression, avec et sans la présence de l'échantillon, et également en présence d'une sphère calibrée en s'appuyant sur la loi de Mariotte, on peut ainsi remonter au volume de l'échantillon (même s'il est poreux).

Nos résultats sont reproductibles avec un écart-type relatif inférieur à 1% et conformes aux valeurs de la littérature. Toutefois, des améliorations sont possibles : en utilisant des échantillons plus grands, et en équipant l'appareil d'une enceinte thermostatée. D'après la loi des gaz parfaits, la mesure est fortement dépendante de la température. Une dérive de 10°C de la température a pu être observée au cours d'une mesure.

3.10 Propriétés optiques

Le coefficient d'absorption κ_λ de différents types de verres est proposé par Rubin (1985). Celui-ci est relativement faible dans le visible il augmente rapidement dans le proche infrarouge, il est représenté sur la figure 3.11 dans la gamme spectrale $[\lambda = 0\mu\text{m}, \lambda_{lim} = 5\mu\text{m}]$.

Le verre est considéré comme opaque au rayonnement pour les longueurs d'ondes supérieures à la longueur d'onde dite de coupure λ_{lim} . Elle est de l'ordre de $5\mu\text{m}$ pour les verres, ceci est dû aux fortes valeurs du coefficient d'absorption spectral qui sont alors atteintes. L'émissivité dans la région opaque est supposée constante, on a : $\epsilon_{lim} = \alpha_{lim} = 0,9$ pour le verre à haute température. Cette valeur de l'émissivité est un paramètre susceptible de changer selon la composition chimique du verre.

Les valeurs de n et κ pour le verre clair (verre à vitrage) et le verre vert (verre à bouteille) sont données dans le tableau 3.17 pour la gamme spectrale $[\lambda = 0\mu\text{m}, \lambda_{lim} = 5\mu\text{m}]$, fractionnée

N°	volume en cm ³	masse volumique kg m ⁻³
1	1,4664	2535,4
2	1,4669	2534,6
3	1,4693	2530,5
4	1,4656	2536,8
5	1,4706	2528,2
6	1,4703	2528,8
7	1,4709	2527,8
8	1,4667	2535,0
9	1,4709	2527,7
10	1,4720	2525,9
11	1,4722	2525,5
12	1,4728	2524,5
13	1,4709	2527,7
14	1,4688	2531,3
15	1,4708	2527,8
16	1,4744	2521,7
17	1,4746	2521,3
18	1,4745	2521,5
19	1,4755	2519,8
20	1,4762	2518,6
moyenne	1,4710	2527,5
écart-type	0,0031	5,3

TABLEAU 3.16 – Résultats des mesures de densité par ultrapycnométrie

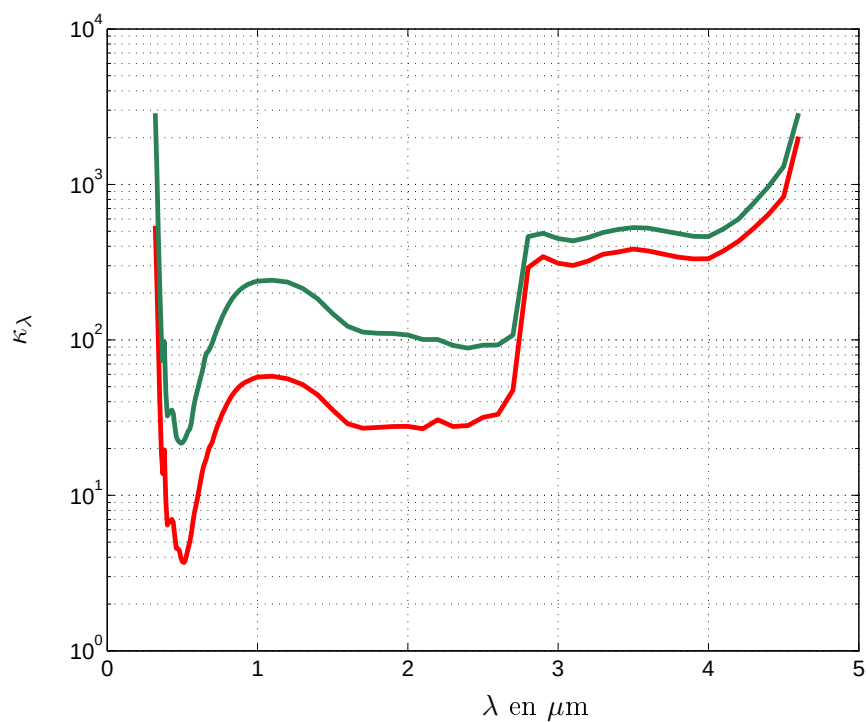


FIGURE 3.11 – Coefficient d'absorption spectral des verres clair et vert

en dix bandes spectrales. Ces valeurs nous ont permis de calculer $\rho_\lambda(\Psi)$ et $\tau_\lambda(\Psi)$. En toute rigueur, l'indice optique complexe du verre dépend aussi de la température. Dans cette étude cet aspect ne sera pas pris en compte, les variations étant supposées faibles. Elles sont, en outre, difficilement mesurables.

N° de bande	λ (μm)	n	k	κ (m^{-1})
1	0,25 – 0,75	1,520	$1,39.10^{-7}$	3,5
2	0,75 – 1,25	1,485	$4,77.10^{-6}$	60
3	1,25 – 1,75	1,463	$3,94.10^{-6}$	33
4	1,75 – 2,25	1,447	$4,14.10^{-6}$	26
5	2,25 – 1,75	1,428	$5,97.10^{-6}$	30
6	2,75 – 3,25	1,410	$7,16.10^{-5}$	300
7	3,25 – 3,75	1,395	$1,06.10^{-4}$	380
8	3,75 – 4,25	1,375	$9,87.10^{-5}$	310
9	4,25 – 4,75	1,352	$2,86.10^{-4}$	800
10	4,75 – 5,25	1,324	$2,98.10^{-3}$	7500

TABLEAU 3.17 – Bandes spectrales pour le verre clair d'après Berour (2005)

D'autre part, notre équipe au LEMTA a, depuis plusieurs années, développé des moyens de caractérisations optiques importants notamment en ce qui concerne les mesures des coefficients de réflexion, transmission et émission à température ambiante (Guilbert, 1985).

Dans le cadre de ce projet, le montage existant a été adapté pour effectuer ces mesures à températures plus élevées ; les résultats sont présentés sur la figure 3.12 et pour plus de détails concernant la mesure, le lecteur voudra bien se reporter à l'annexe E. La figure permet d'identifier les raies caractéristiques du laser utilisé pour le chauffage, de la vapeur d'eau et du dioxyde de carbone présents dans l'air.

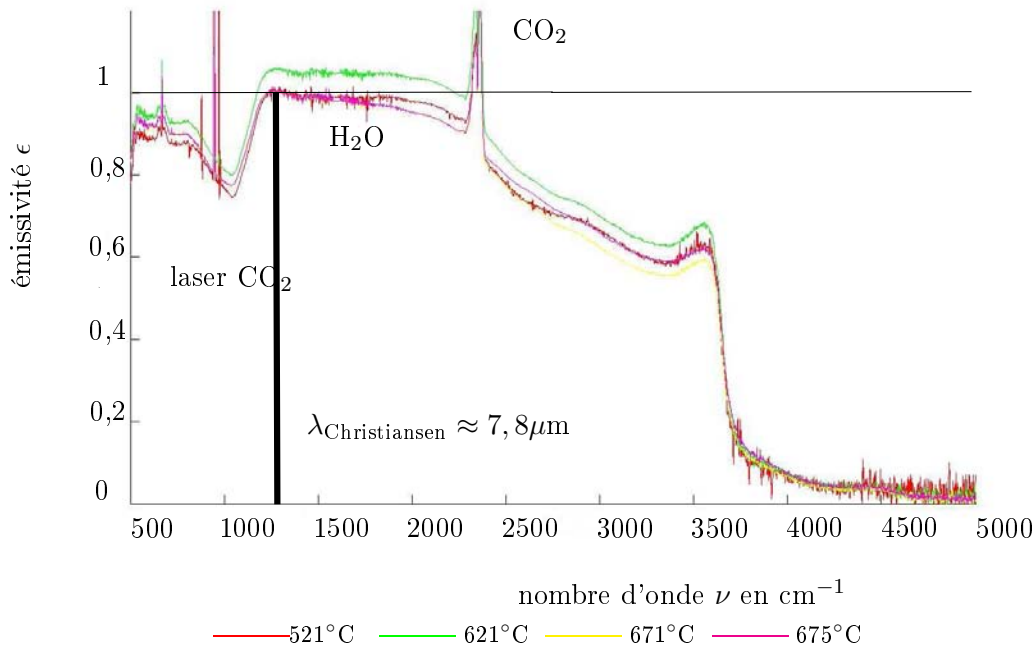


FIGURE 3.12 – Courbes caractéristiques de l'émissivité en fonction de la température et de la longueur d'onde pour un verre silico-sodo-calcique blanc « float », utilisées en thermoformage

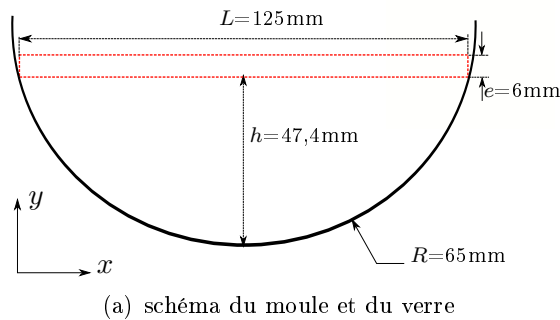
Deuxième partie

Simulation numérique

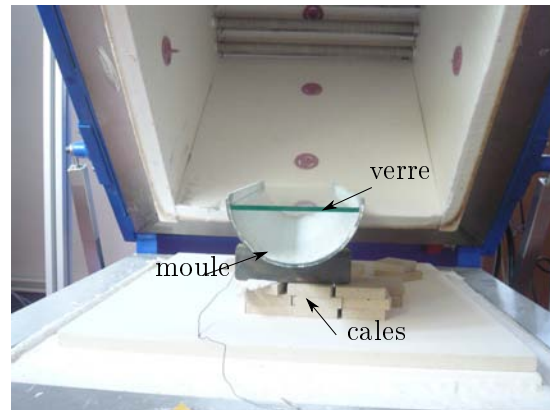
Introduction

L'objet de cette étude est le thermoformage du verre dans sa mise en œuvre artisanale, *i.e.* dans le cas d'une plaque de verre placée dans un four de thermoformage sur un moule adapté et soumise à un cycle classique, tel que celui présenté en introduction sur la figure 4. Cette précision paraît nécessaire à l'heure où les produits verriers thermoformés industriellement arrivent en masse sur le marché européen. La technique et les enjeux sont complètement différents puisque dans ce cas, le verre est placé sur une ligne de production et passe consécutivement dans différents fours à différentes températures. Il s'agit bien sur ici de production en très grande série alors que nous nous plaçons en petite ou éventuellement moyenne série.

Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi un moule de forme simple (*cf.* figure 3.13) : un demi-cylindre de 130mm de diamètre sur une longueur de 482mm (valeur maximum possible dans notre four). La plaque de verre a pour dimensions : $125 \times 480 \text{ mm}^2$ et pour épaisseur 6mm.



(a) schéma du moule et du verre



(b) photo du cas étudié

FIGURE 3.13 – Géométrie du problème

Le cycle de température imposé au four est présenté sur la figure 3.14. Il part de 20°C et monte en deux étapes (300 et 500°C) jusqu'à 680°C ; le palier de formage imposé est de 30 minutes et le refroidissement se fait lentement, conformément à la réalité artisanale actuelle, en profitant de l'inertie thermique du four, avec 3 paliers d'homogénéisation à 550 , 510 et 460°C .

Après avoir décrit la géométrie et les conditions de l'étude, nous présenterons les différentes étapes du développement numérique chapitre par chapitre au travers tout d'abord d'une étude mécanique isotherme, puis couplée avec le modèle de conduction avant de finir par la présentation du développement numérique thermique.

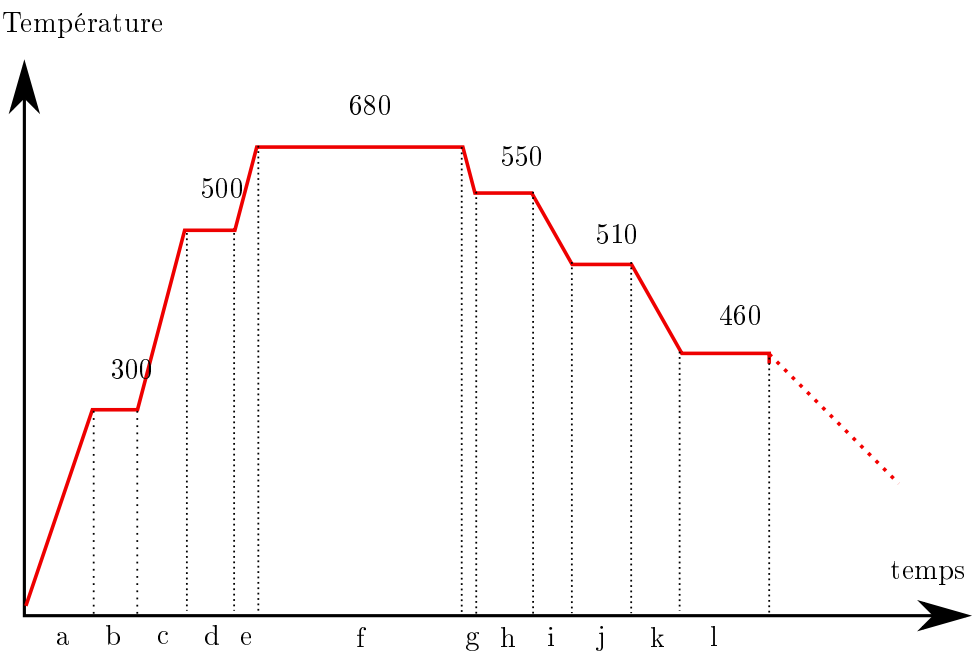


FIGURE 3.14 – Schéma du cycle de thermoformage imposé au four pour cette étude

indice	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l
t (min)	22	10	8	10	0*	10	0*	30	32	10	20	10

* la consigne est un temps nul pour indiquer que le chauffage doit être le plus rapide possible

TABLEAU 3.18 – Durée de chaque palier programmée sur le régulateur du four

Chapitre 4

Développement numérique mécanique

Dans la littérature, de nombreux auteurs ont étudié le comportement mécanique du verre avec des modèles différents en fonction de l'application et de la température maximum du palier de formage. Les plus courants sont les modèles plastique encore appelé visqueux incompressible solide ou liquide et viscoélastique sous différentes formes.

Aux températures supérieures à la transition vitreuse, pour la majorité des auteurs (Cesar De Sa, 1986 ; Simmons 1988 ; Lochegnies 1995 a, b,c ; Lochegnies *et al.*, 1996 ; Noiret, 1996 ; Van Iseghem, 2000 ; Hoque *et al.*, 2001 ; Druma *et al.*, 2004 ; Feulvarch *et al.*, 2005 ; Jain et Yi, 2005 ; Parsa *et al.*, 2005 ; Yi et Jain, 2005) le verre est considéré comme un matériau visqueux avec un comportement newtonien rigide-viscoplastique en mécanique des solides. La modélisation fluide, qui traduit également le comportement visqueux du verre à haute température, a été choisie par Stokes (2000) et Agnon et Stokes (2005).

Ce modèle visqueux n'étant valable qu'à haute température, donc au palier de formage, les autres étapes du cycle thermique sont le plus souvent négligées par les auteurs pré-cités ou dans le meilleur des cas traitées indépendamment. Jain et Yi (2005, 2006) ont par exemple décomposé le cycle de formage selon la température de travail et donc le modèle utilisé.

D'autre part, il a été vu au cours de la première partie de ce mémoire (chapitre 1), qu'un modèle viscoélastique adapté doit permettre de décrire le comportement du verre quelque soit la température et donc tout au long du cycle de thermoformage. Plusieurs auteurs se sont d'ailleurs intéressés à ce modèle sous différentes formes pour des températures intermédiaires voire inférieure à T_g : Carré (1996), Kurkjian (1963), Shen (2003) pour les modèles viscoélastiques rhéologiques et Borde (1984) pour les modèles thermodynamiques. Duffrene (1994) a étudié les différentes formes de ce modèle pour conclure sur l'adéquation du modèle rhéologique de Maxwell généralisé à 6 paramètres. Enfin, Jain et Yi (2005) ont également récemment choisi le modèle viscoélastique pour une application à plus basse température.

Aussi ce chapitre a pour but de mettre en œuvre un code de calcul par l'étude du thermoformage selon le cas présenté en introduction. Nous utilisons le logiciel MSC MARC© pour la simulation numérique au sein duquel nous avons introduits les paramètres des lois de comportement adaptées présentées en première partie et nous procéderons en deux étapes. Tout d'abord nous présentons une étude isotherme lors d'un cycle de thermoformage réel qui a pour objectif de mettre en évidence l'apport de notre modèle (1.65) par rapport au modèle rigide-plastique (1.31), de viscosité équivalente, dans le cas qui nous intéresse. On rappelle ici les modèles en question :

- modèle viscoélastique : $C(t) = \sum_{i=1}^n E_i \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right)$
- modèle rigide-plastique : $\sigma_{ij}^s(t) = p\delta_{ij}(t)$ et $\sigma_{ij}^d(t) = 2\eta\dot{\epsilon}_{ij}$. La viscosité équivalente est telle que : $\eta = \sum_{i=1,6} \tau_i E_i$.

Nous tenterons également d'évaluer l'influence des différents modèles envisagés dans la partie théorique lors d'un cycle de thermoformage réel : prise en compte de la dilatation élastique (un seul coefficient β_g), viscoélastique (deux coefficients β_g et β_l selon la température et l'état du verre), de la partie hydrostatique, du modèle de Narayanaswami (§1.2.5.2), de la loi d'Arrhénius(1.67). Dans un deuxième temps, nous mettrons en place un code de calcul thermomécanique couplé qui prend en compte uniquement la conduction au sein du verre.

4.1 Étude isotherme

4.1.1 Présentation du cas traité

La description du cas traité a été donnée en introduction de cette partie. Nous traitons ici un cas de thermoformage sans l'aspect thermique qu'il soit conductif ou radiatif. La prise en compte de la température est supposée uniforme et évolue conformément à la courbe présentée sur la figure 4.2. Cette dernière représente un relevé expérimental de la température de l'air au niveau de la zone de thermoformage en fonction du temps au cours d'un cycle réel de thermoformage (figure 3.14). Bien que nous nous placions dans le cas d'un matériau à température uniforme, la prise en compte de la température est cependant nécessaire et de fait, la conductivité est prise unitaire et les phénomènes thermiques transitoires sont annulés en prenant un coefficient de chaleur massique c_p nul. La masse volumique est prise constante et égale à 2500 kg.m^{-3} (Carré, 1996).

Le maillage de la plaque de verre présentée en introduction est constitué d'un maillage triangulaire structuré. Elle a dans un premier temps été maillée en carré de 1mm de côté puis chaque carré a été divisé en 4 triangles isocèles. On se retrouve ainsi avec un maillage composé de 3000 triangles et 1632 noeuds.

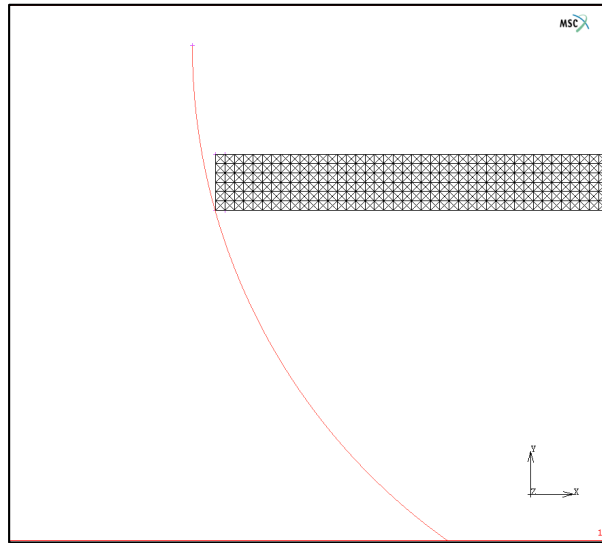
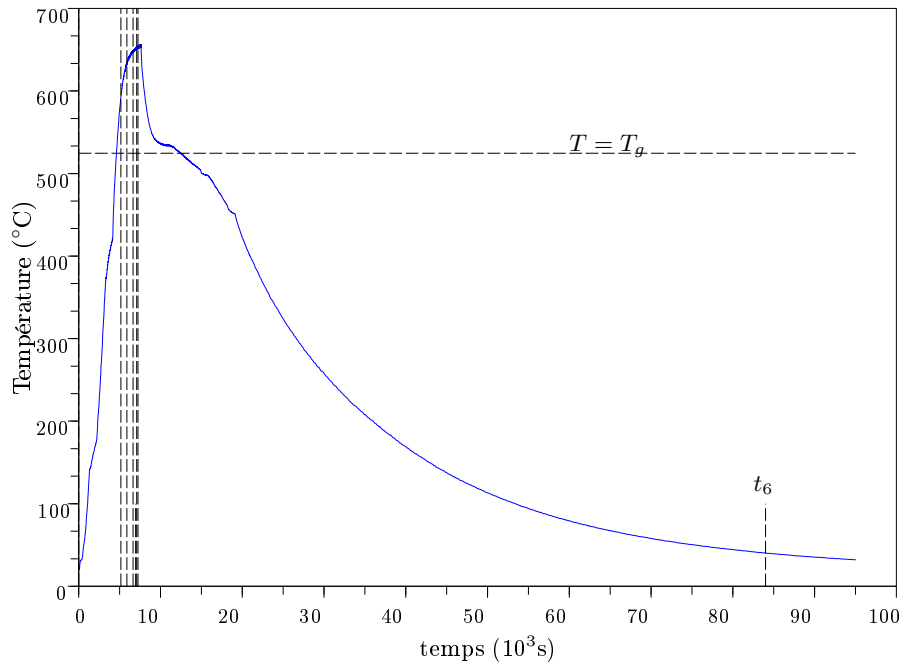


FIGURE 4.1 – Maillage utilisé pour la simulation du thermoformage

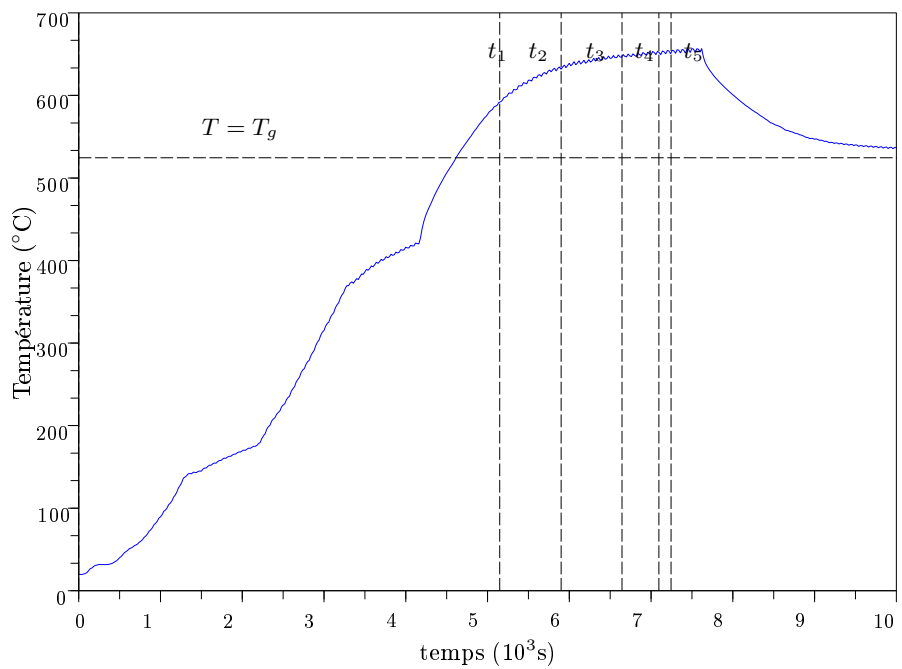
Le verre est soumis à son poids propre, il est en contact glissant avec le moule (il s'agit là d'une première approximation basée sur certains résultats de la littérature tels que Jain et Yi (2005) et Lochegnies et Cable (2004)). Nous avons choisi de simplifier le problème et de limiter les temps de calcul en considérant un moule indéformable, structure rigide non soumise à la déformation. La simulation 2D est effectuée sous l'hypothèse de déformations planes.

Le calcul est réalisé en grande déformation, et suivi Lagrangien, avec un pas de temps adaptatif selon un critère de convergence mécanique et thermique¹.

¹ce dernier a été mise en place en prévision des travaux ultérieurs.



(a) Cycle complet



(b) Zoom sur le chauffage et le palier

FIGURE 4.2 – Chargement thermique imposé avec indication des temps d'observations

Les conditions aux limites du modèle sont :

- température imposée à tous les nœuds de la frontière selon le chargement thermique de la figure 4.2,

- la structure est soumise à l'accélération de la pesanteur $g=9,81 \text{ ms}^{-2}$,
- et les noeuds du centre de la structure sont bloqués en déplacement horizontal et en rotation autour de l'axe z pour éviter les mouvements de corps solide.

	t_1	t_2	t_3	t_4	t_5	t_6
temps en s	0,03	5150	6645	7095	7395	84000
T_{verre} en °C	19,8	591	647	651	653	40

TABLEAU 4.1 – Indications sur les temps d'observation pour la comparaison des modèles mécaniques étudiés

Pour une question de lisibilité des figures, nous avons choisi de référencer les modèles testés comme indiqué dans le tableau 4.2.

N°	modèle	partie hydrostatique	décalage en température	dilatation
V1	viscoélastique	constante	loi d'Arrhénius	non
V2		Zener à 6 paramètres		β_g
V3				β_g et β_l
V4				
V5		modèle de Narayanswami		
R1	rigide-plastique	non	loi d'Arrhénius	non

TABLEAU 4.2 – Récapitulatif des modèles étudiés

4.1.2 Résultats

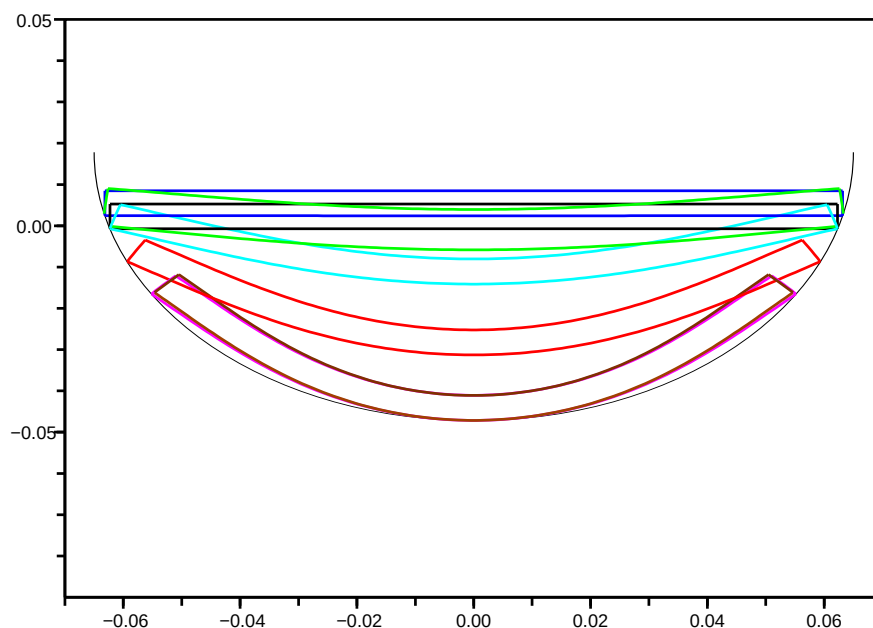
La figure 4.3 présente les résultats obtenus en terme de déformée de la plaque de verre à différents instants pour le modèle V5.

De manière générale, le comportement du verre est conforme à nos attentes :

- lors du chauffage le verre commence par se dilater ce qui le conduit à se soulever sur toute sa surface. Ce comportement est lié aux hypothèses de travail, à savoir un contact glissant et un moule indéformable. En effet, les contraintes induites dans le verre par la dilatation volumique se traduisent par une déformation et donc un déplacement. Les hypothèses de travail induisent un déplacement dirigé vers le haut ;
- puis le fluage intervient au delà de la température de transition vitreuse, de manière progressive tout au long du palier ;
- lorsque le formage est terminé, la pièce n'est pas en contact sur toute sa surface inférieure avec le moule, il aurait fallu imposer un palier plus long ou une température de formage plus élevée ;
- enfin, lors du retour à la température ambiante, le verre se rétracte conformément au phénomène de thermoviscoélasticité et les coins inférieurs droit et gauche de la structure ne touchent plus le moule.

On peut également noter que le contact au centre du moule a lieu après la fin du palier de formage, pendant la descente en température. Là encore, cette observation est directement liée au chargement thermique imposé.

Nous allons à présent comparer les différents modèles présentés dans le tableau 4.2. Pour ce faire, nous nous appuierons sur les figures 4.5 et 4.6 représentant respectivement les structures déformées des modèles V1, V3, V5, R1 et le déplacement selon l'axe z d'un noeud inférieur au centre noté P de la structure (représenté sur la figure 4.4) en fonction du temps. Le tableau 4.3 permet de quantifier les déplacements du noeud inférieur central aux temps caractéristiques et de comparer les temps de contact des différents modèles.



	t_1	t_2	t_3	t_4	t_5	t_6	t_7
temps (s)	0,03	51510	6645	7095	7395	84000	juste après contact

FIGURE 4.3 – Visualisation de la déformation de la structure complète aux instants d'observation, les positions sont données en mètre

Cas	V1	V2	V3	V4	V5	R1
t_c^* en s	7630	7630	7690	7980	7980	
U_y t1 (mm)	0	0	0	0	0	0
U_y t2 (mm)	0	0	1,7	2,3	2,4	-0,2
U_y t3 (mm)	-5,8	-5,8	-3,6	-2,3	-2,3	-3
U_y t4 (mm)	-17,7	-17,7	-15,4	-14,1	-14,3	-4,5
U_y t5 (mm)	-33	-33	-31	-30,1	-30,4	-6,6
U_y t6 (mm)	-47,4	-47,4	-47,4	-47,4	-47,4	-33,3

* temps correspondant au contact verre-moule

TABLEAU 4.3 – Récapitulatifs des temps de contact et des déplacements maximum du nœud inférieur central P aux différents temps d'observation pour chaque modèle étudié

Nous avons, dans un premier temps, étudié le modèle viscoélastique en modélisant sa partie hydrostatique, soit par une constante (V1), soit par un modèle de Zener à 6 paramètres (V2). Il se trouve que les résultats sont identiques comme on peut le voir dans le tableau 4.1. Ainsi le matériau peut être considéré comme incompressible et ceci explique pourquoi il ne figure pas sur les figures 4.5 et 4.6.

La comparaison des modèles V1 et R1 montre que l'influence de la viscoélasticité est loin d'être négligeable dans notre cas particulier (pour chargement thermique imposé et les paramètres matériaux utilisés). En effet, la forme finale n'est pas la même selon le modèle (*cf.* figure 4.5) et les déplacements verticaux non plus comme le montre la figure 4.7. Il est important de noter qu'avec une température de palier plus haute, le fluage aurait été « complet » avec le modèle

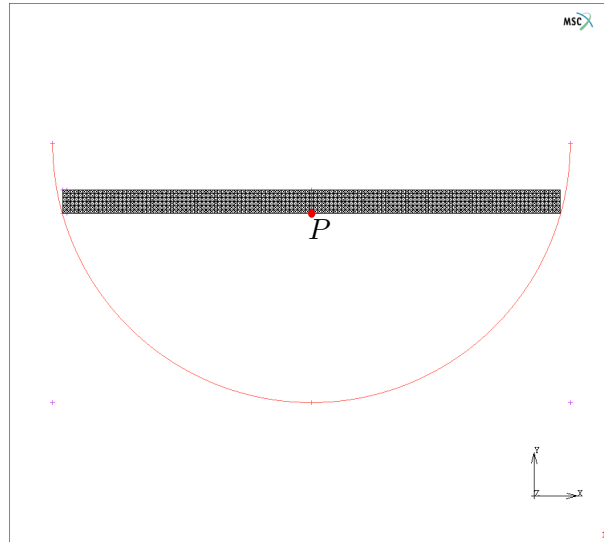


FIGURE 4.4 – Visualisation du nœud étudié sur la structure maillée

R1. En effet, si on augmente la température, les temps de relaxation du modèle diminuent de même que la part viscoélastique de la déformation, jusqu'à devenir négligeable devant la viscosité comme le montre le schéma 4.8.

Ceci rejoint ce qui a été présenté en première partie au chapitre 1 et illustré sur la figure 1.20. Cette étude sera reprise avec des paramètres plus en adéquation avec le cas réel traité lorsque nous les aurons obtenus.

L'étude de l'influence de la dilatation sur les modèles V2 à V5 montre que la forme finale est identique qu'elle soit prise en compte ou pas et quelque soit la manière de la définir (*cf.* figure 4.5). En revanche, selon la manière de la prendre en compte², modèles V3 à V5, le comportement transitoire n'est pas superposable puisque les temps de contact et les déplacements intermédiaires diffèrent comme le montrent les figures 4.5 et 4.6 et le tableau 4.1. La dilatation retarde le temps de contact puisqu'elle entraîne une remontée maximum du verre de 3mm par rapport à sa position initiale.

Le modèle de Narayanaswami n'apporte rien dans ce cas précis puisque la température est par hypothèse. Ainsi, il n'existe pas de gradients de température au sein du verre et donc pas de contrainte résiduelle. Cependant, dans MSC MARC©, le codage est différent dans les cas V4 et V5 pour prendre en compte les deux coefficients de dilatation β_l et β_g . Dans le cas V4 elle a été modélisée sous la forme d'une fonction discontinue au niveau de T_g . La seule conclusion possible est donc que les résultats sont superposables dans ces deux cas.

À présent nous allons prendre en compte la partie thermique du verre au travers de la conduction, celle-ci conduira à un champ non uniforme de la température dans le verre et donc à un gradient de température au sein du matériau dont l'influence peut s'avérer très importante sur le comportement mécanique (*cf.* chapitre 1).

4.2 Étude thermomécanique : couplage de la mécanique avec la conduction

4.2.1 Présentation du cas traité

Il s'agit ici de traité un cas de thermoformage, toujours sur la même géométrie, mais cette fois-ci en prenant en compte la conduction au sein du verre. Le modèle matériau choisi est le

²un seul coefficient de dilatation ou deux selon que la température du verre est inférieure ou supérieure à T_g

4.2. ÉTUDE THERMOMÉCANIQUE : COUPLAGE DE LA MÉCANIQUE AVEC LA CONDUCTION

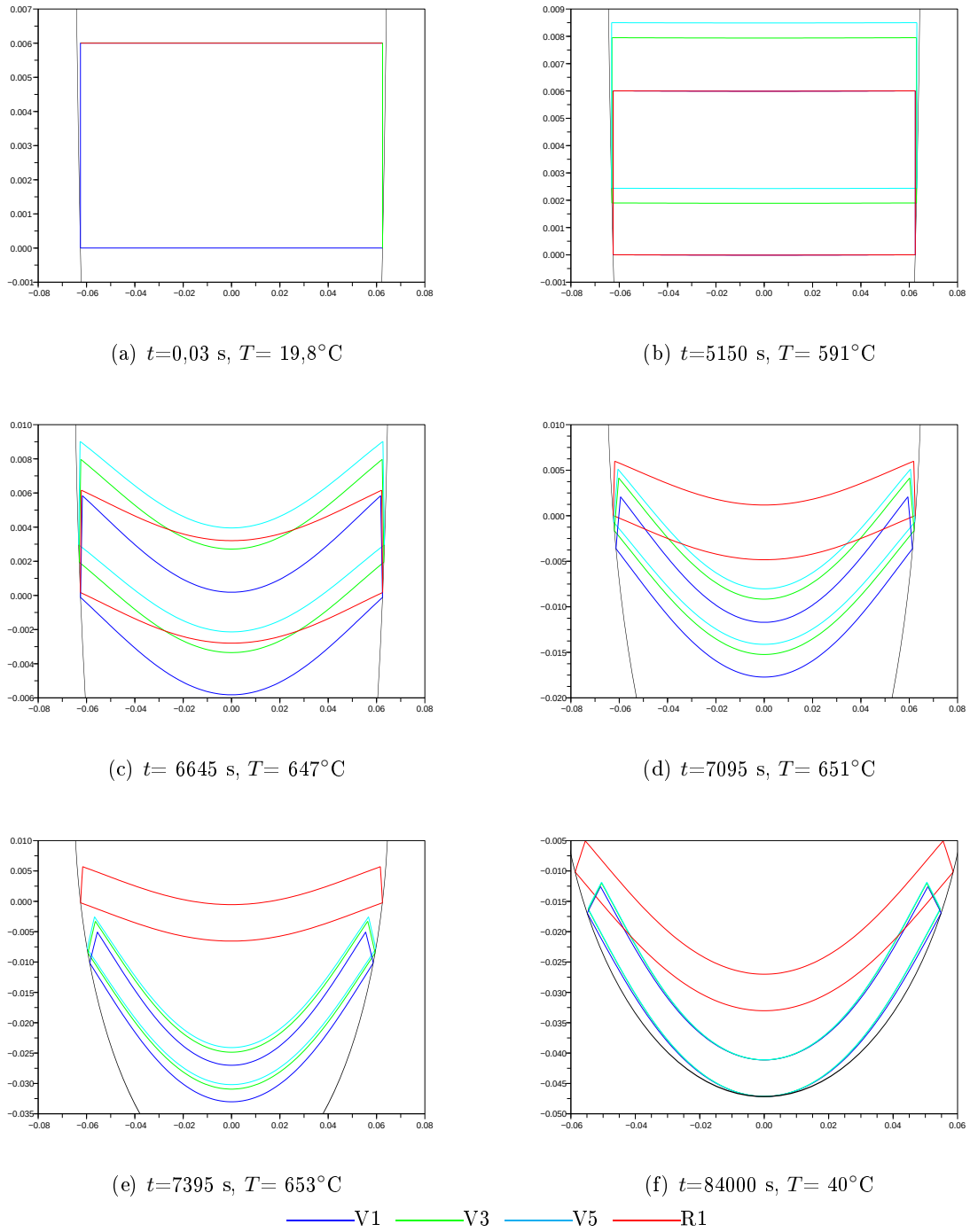


FIGURE 4.5 – Comparaison de la structure déformée obtenus avec quatre des modèles viscoélastique et rigide-plastique sur 6 temps caractéristiques, les positions sont données en mètre

modèle viscoélastique V5 décrit dans le paragraphe précédent. Les propriétés thermiques sont celles choisies par Carré (1996) :

- conductivité thermique (phonique) $k_{\text{cond}} = 0,975 + 8,58 \cdot 10^{-4}(T - 273)$ avec T en K selon (Andre, 1992)
- chaleur massique $c_{p,l} = 1433 + 6,5 \cdot 10^{-3}T$ pour $T > T_g$ et $c_{p,s} = 893 + 0,4T - \frac{1,8 \cdot 10^{-7}}{T^2}$ pour $T < T_g$ avec T en K selon (Guillemet *et al.*, 1992)

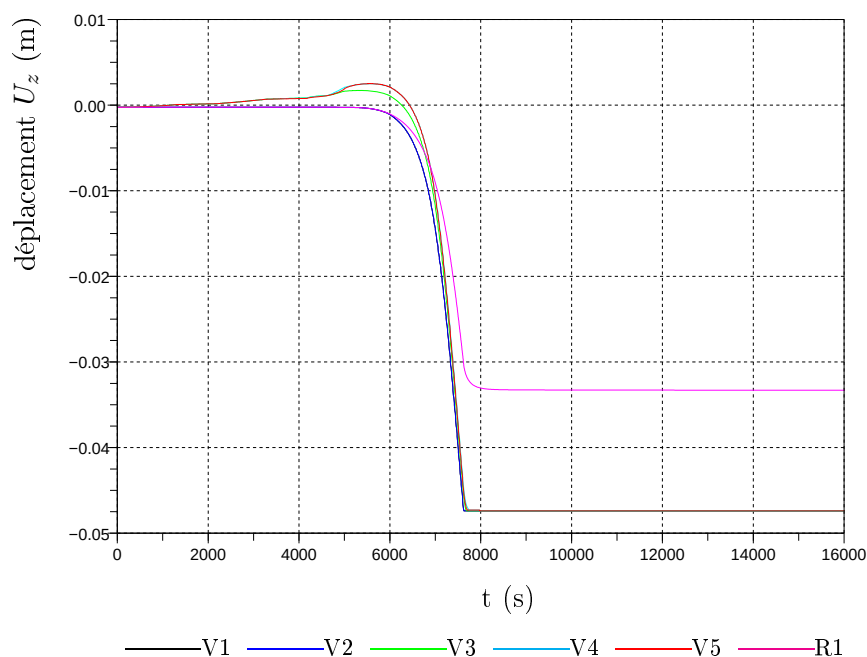


FIGURE 4.6 – Comparaison du déplacement vertical de P en fonction du temps pour tous les modèles sur 12000s

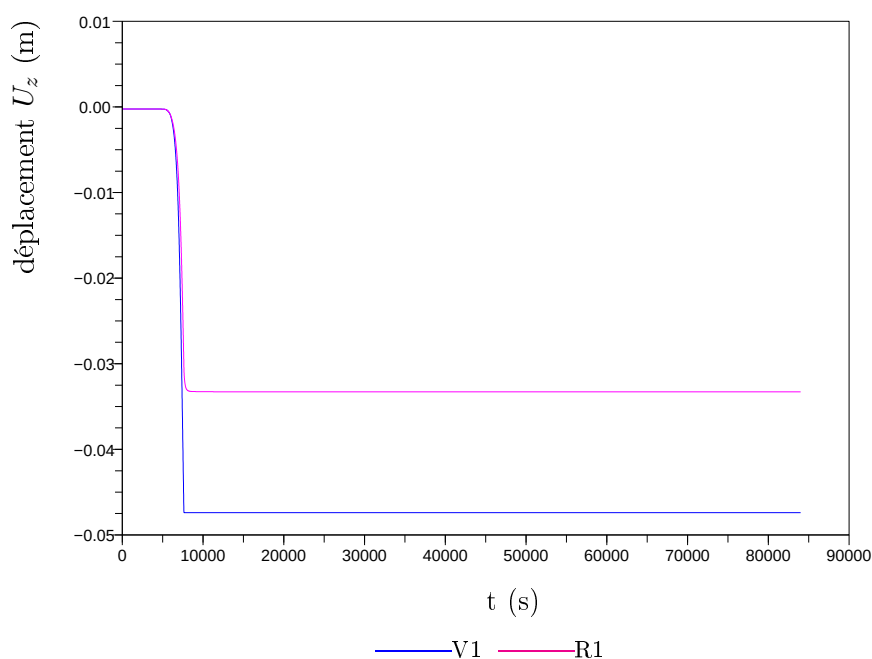


FIGURE 4.7 – Déplacement du noeud P en fonction du temps pour les modèles V1 et R1 sur la durée complète du procédé

La masse volumique est prise constante et égale à 2500 kg.m^{-3} . Les conditions de calcul sont les mêmes qu'au paragraphe précédent, seules les CL thermiques changent. Les températures imposées sur les faces supérieure et inférieure du verre sont reportées sur la figure 4.9, de même que la température de l'air ambiant pour la CL convective. Bien que cela ne soit pas facile à

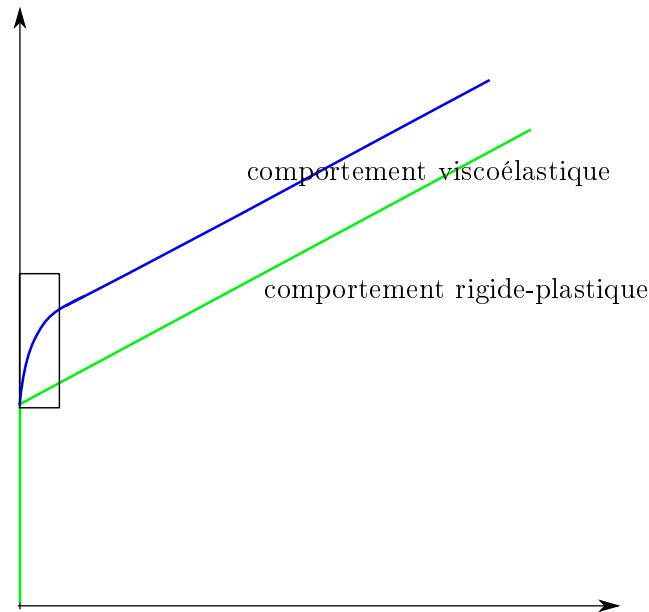


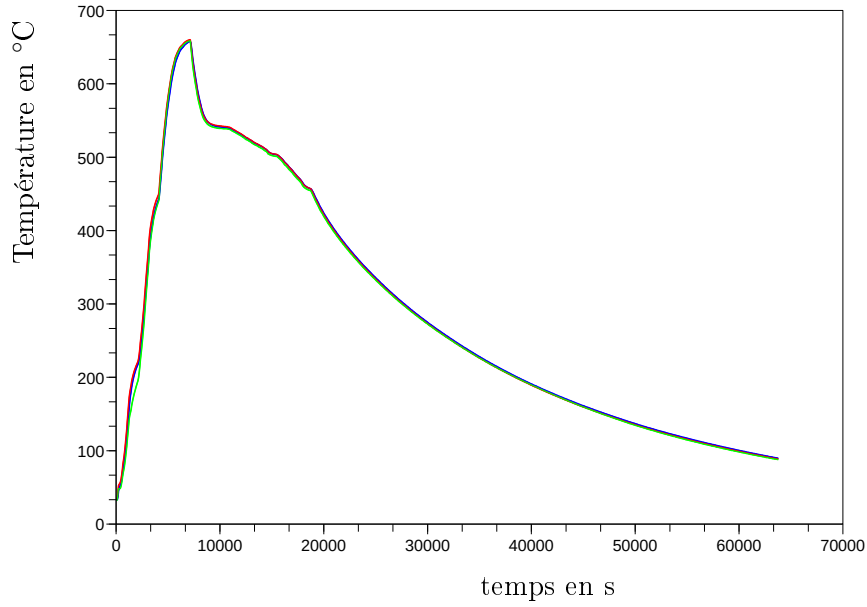
FIGURE 4.8 – Schéma comparant la déformation théorique des modèles R1 et V1

observer sur la figure, il convient de noter que des températures différentes ont été mesurées, avec des thermocouples au cours d'un cycle réel de thermoformage, entre les face inférieure et supérieure, ces écarts pouvant atteindre 30°C . Le coefficient de convection libre de l'air a été pris égale à $20\text{W.m}^{-2}.\text{°C}^{-1}$ selon Yi et Jain (2005).

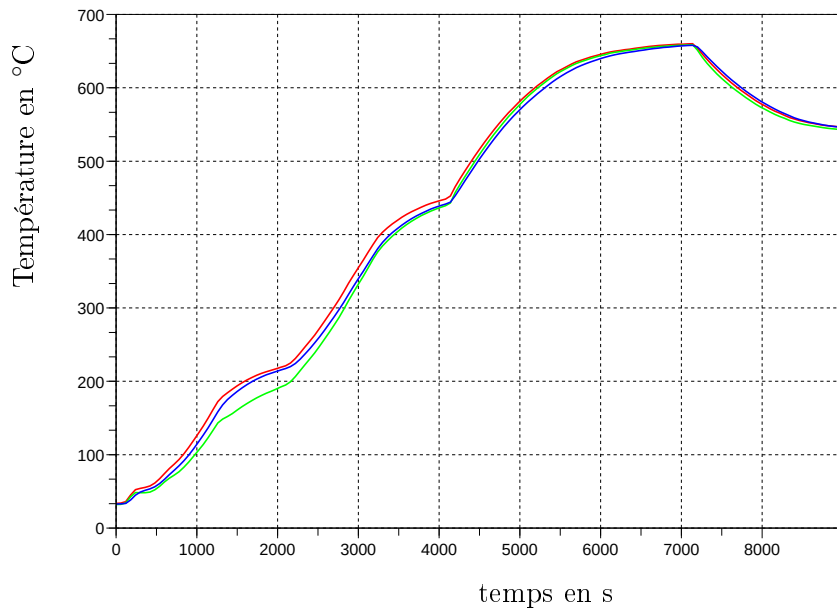
4.2.2 Résultats

La figure 4.10 présente les résultats obtenus en terme de déformée de la plaque de verre à différents instants.

Nous avons ensuite choisi d'évaluer l'influence du couplage conducto-mécanique sur les résultats obtenus en comparant le cas avec et sans conduction. Pour ce faire, nous avons imposé une température uniforme à la structure égale à la moyenne entre les surfaces supérieure et inférieure. Les résultats sont présentés sur la figure 4.12 en déformée, sur la figure 4.11 en déplacement vertical d'un nœud inférieur central en fonction du temps et le tableau 4.4 reprend les déplacements des temps d'observation et les temps de contact. Les gradients de température ont une importance prépondérante sur la thermoviscoélasticité puisqu'il existe un facteur de 1,7 entre les déplacements verticaux obtenus dans les deux cas. D'autre part, malgré un déplacement positif plus grand, le temps de contact du calcul avec prise en compte de la conduction est inférieur à celui sans conduction. D'autre part, avec les températures imposées ici, le verre adopte complètement la forme du moule. L'effet de la thermoviscoélasticité au niveau des bords supérieurs est de fait moins visible mais elle est cependant bien présente.



(a) Graphique complet



(b) Zoom

— T de la face inférieure — T de la face supérieure — T de l'air (CL de convection)

FIGURE 4.9 – Températures mesurées sur les faces inférieure et supérieure et dans l'air suite au chargement de la figure 3.14

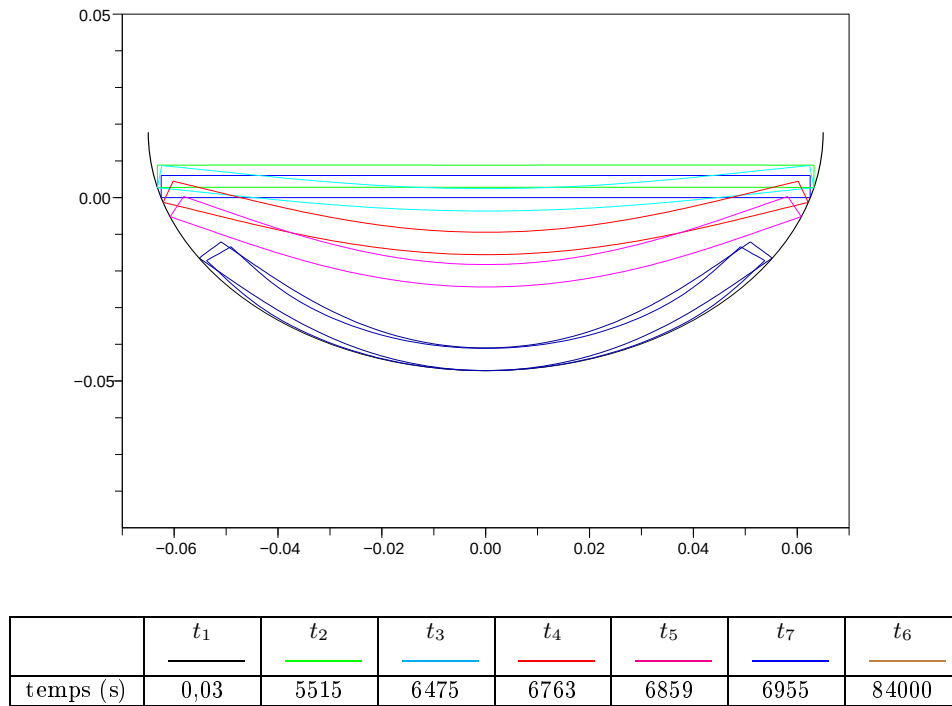


FIGURE 4.10 – Visualisation de la déformation de la structure complète aux instants d’observation, les positions sont données en mètre

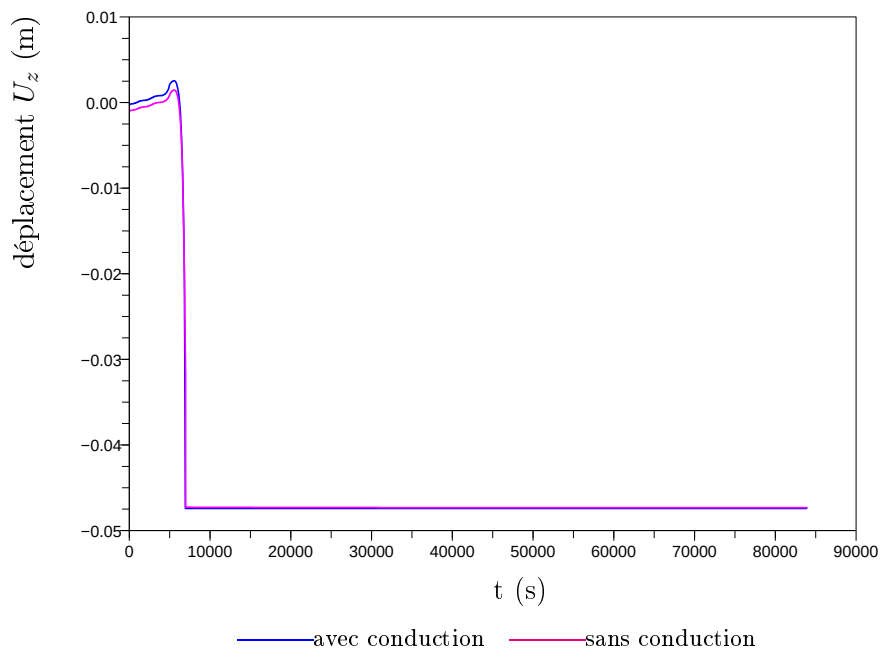


FIGURE 4.11 – Comparaison du déplacement vertical du nœud P en fonction du temps pour modèle V5 avec et sans conduction

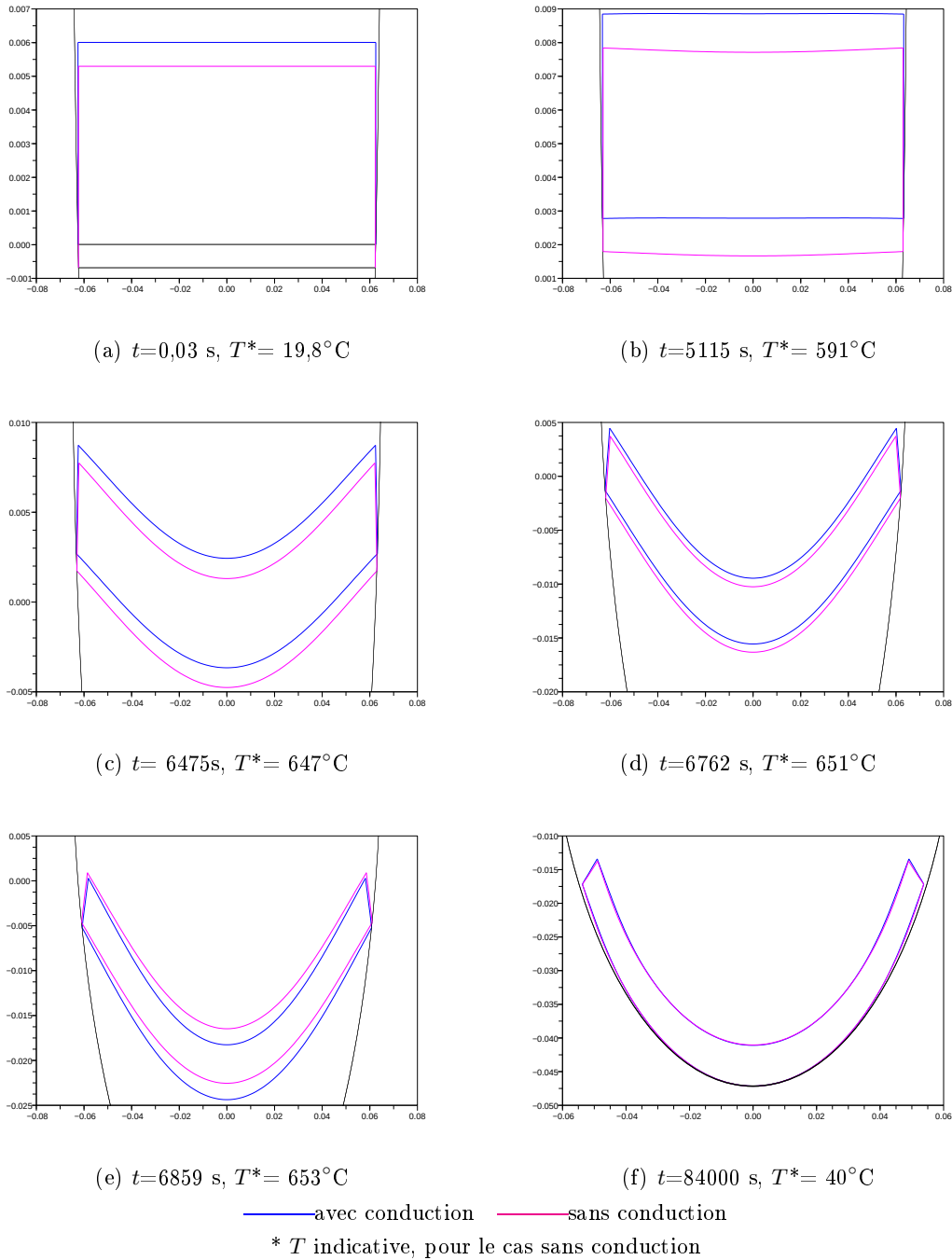


FIGURE 4.12 – Comparaison de la structure déformée du modèle V5 avec et sans couplage conducto-mécanique sur 6 temps caractéristiques, les positions sont données en mètre

Cas	avec conduction	sans conduction
t_c^* en s	6946	6985
U_y t1 (mm)	0	0
U_y t2 (mm)	2,6	1,5
U_y t3 (mm)	-3,8	-5
U_y t4 (mm)	-15,7	-16,5
U_y t5 (mm)	-24,5	-22,8
U_y t6 (mm)	-47,4	-47,4

* temps correspondant au contact verre-moule

TABLEAU 4.4 – Récapitulatifs des temps de contact et des déplacements maximum du nœud P aux différents temps d'observation pour chaque modèle étudié

4.3 Conclusion

Ce chapitre a permis de montrer l'intérêt de notre modèle par rapport à un modèle plastique. En effet, il est en meilleure adéquation avec le cas de l'étude d'un cycle complet pour lequel le temps de fluage et le comportement transitoire sont des données importantes. D'autre part, la modélisation par un modèle rhéologique de Zener à 6 paramètres n'apparaît pas justifiée au vu des résultats, l'hypothèse d'incompressibilité consistant à prendre comme constante la partie hydrostatique du modèle viscoélastique est donc justifiée. Enfin, le fait de complexifier le modèle par la prise en compte de la dilatation élastique et viscoélastique semble fondamentale car elle met en avant une variation de volume importante (avec un déplacement u_z pouvant atteindre 1mm) tant au chauffage qu'au refroidissement. L'efficacité du modèle de Narayanaswami n'a pas pu être testée, dans le premier cas la température est uniforme dans tout le matériau et dans le deuxième cas, nous n'avons pas mené d'étude comparative avec et sans ce modèle.

La prise en compte de la conduction au sein du verre a montré que l'effet des gradients de température est important pour l'étude du comportement transitoire de la structure. En effet, les temps de contact, les déplacements et la thermoviscoélasticité en sont modifiés mais la prise en compte du transfert conductif n'induit que de faibles écarts sur la forme finale (*cf.* figure 4.11).

Chapitre 5

Développement numérique thermique

Comme cela a été évoqué en introduction, le thermoformage est un procédé mettant en œuvre un couplage thermomécanique fort faisant appel au transfert de chaleur, lui-même couplé, par conduction et rayonnement. Cette modélisation thermique et l'outil qui en découle ont fait l'objet d'un développement important au sein du laboratoire et en particulier dans le cadre de l'étude du thermoformage du verre. Ce chapitre s'attache donc à décrire le développement des outils numériques nécessaires au calcul de la température en tout point de la structure et à chaque instant. Dans un premier temps, nous évoquerons les deux « modules », permettant le traitement de l'aspect radiatif et conductif, séparément, puis, la mise en place du couplage thermique. Enfin, quelques cas tests seront présentés, ils permettent de comparer les résultats du code ainsi mis en place avec des résultats de la littérature avant de réaliser le couplage thermomécanique complet.

5.1 Présentation des outils numériques

5.1.1 Le code radiatif RAD2D

Le verre est un matériau non gris et semi-transparent (absorbant, émissif et considéré comme non-diffusant) pour lequel la prise en compte du rayonnement s'avère indispensable (Berour, 2005). Dans le cas présent, l'ETR est résolue par le code RAD2D basé sur la méthode des volumes finis. Initialement, ce code de calcul a été développé et validé dans le cas d'un milieu gris purement absorbant et émissif (sans diffusion) bordé uniquement par des surfaces noires (Asllanaj *et al.*, 2007). Le coefficient d'absorption est supposé constant dans le milieu. Le code s'applique aux géométries complexes/quelconques bidimensionnelles et utilise un maillage non structuré composé d'éléments triangulaires. Après résolution de l'ETR, on obtient un terme source radiatif calculé en chaque nœud du maillage. La méthode est présentée plus en détail en annexe D.

Dans le cadre de cette étude, le code RAD2D a été adapté, dans un premier temps, à un milieu gris pouvant présenter des surfaces semi-transparentes et opaques à réflexion spéculaire ou diffuse avant d'être généralisé à un milieu non-gris tel que le verre. Le code est organisé en modules ce qui a facilité sa généralisation ; chaque condition aux limites (CL) est gérée séparément, comme le montre la figure 5.1. Après la phase de paramétrage du problème (définition de la géométrie et du maillage, propriétés des surfaces et du milieu, calcul de l'ordre de parcours au sein du milieu...), on résout l'ETR pour chaque nœud et chaque direction discrète dans le cas simple d'un milieu bordé par des frontières noires. Ainsi, le champ de luminance initial obtenu à la première itération est égal à la luminance du corps noir à la température initiale du milieu.

Puis la luminance est calculée pour chacun des nœuds du maillage en tenant compte du type de frontière, selon les relations présentées préalablement données (2.29) ; un milieu pouvant présenter des CL différentes sur chacune de ses faces. La luminance est déterminée dans tout le milieu pour chacune des directions discrètes de l'espace, à partir de la luminance à la frontière.

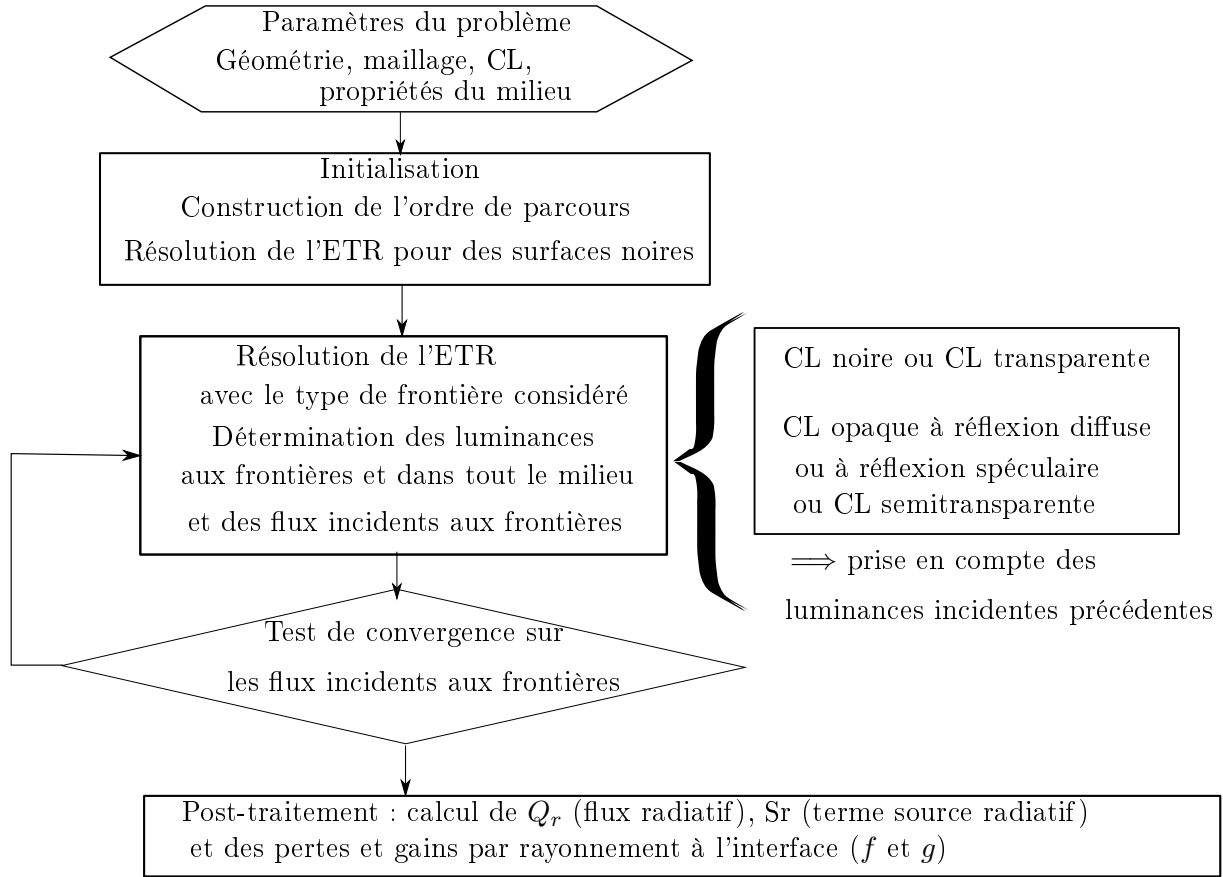


FIGURE 5.1 – Organigramme descriptif du code radiatif

Ce nouveau champ de luminance permet de déduire les flux incidents aux parois qui sont comparés à ceux de l'incrément précédent. S'ils sont suffisamment proches, selon un critère d'arrêt fixé par l'utilisateur¹, on peut passer à la phase de post-traitement qui permet de déterminer le terme source. En revanche, dans le cas contraire, les luminances et/ou les flux incidents correspondant sont utilisés comme conditions initiales pour la résolution de l'ETR et les calculs sont réitérés.

Notons qu'il faut intégrer sur toutes les directions incidentes de la luminance pour obtenir un flux incident. Cela nécessite au préalable d'identifier la direction discrète incidente correspondant à la direction discrète considérée dans la CL radiative (selon le principe de réciprocité).

Concernant les surfaces semi-transparentes, le coefficient de réflexion variant le plus souvent avec l'angle que forme la direction incidente avec la normale au plan, il est nécessaire de le calculer pour chaque direction discrète considérée ce qui implique l'identification de la direction incidente correspondante.

Les modifications apportées au code RAD2D portant sur les CL ont été validées à travers de quelques cas tests issus de la littérature dans le cas du rayonnement seul (non présenté ici) et du couplage avec la conduction, comme cela sera décrit ultérieurement.

Nous avons ensuite généralisé le code à un milieu non gris auquel cas l'ETR est résolue pour chaque longueur d'onde et la luminance spectrale est intégrée pour obtenir une luminance totale et un terme source radiatif total. Le code radiatif généralisé au verre nécessite de résoudre l'ETR par bande de longueur d'onde et d'intégrer le flux radiatif sur tout le spectre de longueur d'onde considéré. Pour plus de détails, le lecteur peut se reporter à (Asllanaj *et al.*, 2008b).

¹Dans nos simulations qui seront présentées dans les sections suivantes, le critère d'arrêt porte sur l'écart relatif maximum en flux et il doit être inférieur en valeur absolue à 10^{-6} .

5.1.2 Le module thermique de MSC MARC©

Le logiciel commercial MSC MARC©, qui a été choisi pour résoudre la partie mécanique du thermoformage, dispose d'un module de thermique qui, en particulier, résout l'équation de conduction en régime instationnaire. Notamment, il permet de définir des propriétés du matériau à travers divers paramètres (ρ , c_p , k_{cond}) ; celles-ci peuvent éventuellement dépendre de la température dans le milieu. Il permet aussi d'ajouter un terme source (radiatif dans notre cas) et de modifier les CL thermiques en prenant en compte les gains et pertes par rayonnement à la frontière. Pour ce faire, on dispose sous MSC MARC© de table de variation ou expression analytique et bien sûr de sous-routines codées par l'utilisateur en Fortran 77. Les sous-routines sont des sous-programmes définis dans l'architecture du programme, *i.e.* seules les entrées et sorties sont déclarées, le programme en lui-même est vide, c'est à nous de le créer. Elles sont ensuite activées à l'endroit idoine au travers de l'interface du logiciel.

Le terme source radiatif est pris en compte par le développement et l'activation de la **subroutine** FLUX qui est appliquée à tous les nœuds du maillage. Les CL thermiques sont :

- de type Dirichlet : il s'agit d'imposer la température aux frontières, on utilise alors la **subroutine** FORCDT ;
- de type flux aussi appelée mixte ou de Neumann : il s'agit d'imposer le flux à la frontière. On utilise alors la **subroutine** FILM ou UFILM qui permet de prendre en compte au travers d'un terme de flux, noté q , la convection, le rayonnement ou encore une source de chaleur, la CL s'écrit :

$$-k_{cond}(T) \cdot \frac{\partial T}{\partial n_{ext}} + q = 0 \quad (5.1)$$

Dans notre cas, un bilan radiatif à chaque nœud de la frontière est nécessaire en prenant en compte des pertes et gain par rayonnement, au niveau de cette paroi, nécessite lui aussi une intégration et dépend des directions incidentes. Ces termes, les fonctions f et g , indispensables au couplage avec la conduction, ainsi que la convection de l'air avec la structure sont introduits dans la CL thermique au travers du terme q .

$$q = h_{conv}(T_{\infty} - T - \frac{f - g}{h_{conv}}) \quad (5.2)$$

Il est également important de noter que la résolution temporelle de l'équation de la chaleur dans MSC MARC© est basé sur un **schéma de discrétisation explicite en temps**.

5.1.3 Implémentation du code radiatif RAD2D au sein de MSC MARC©

Pour un champ de température initial donné, on commence par résoudre l'ETR et ainsi obtenir la luminance et donc le terme source radiatif en tout point de la structure. Ceci est réalisé par le code radiatif RAD2D qui sera donc intégré directement au sein de la subroutine UBGINC. Celle-ci présente l'avantage d'être appelée systématiquement à chaque début d'incrément. Le calcul radiatif est ainsi la première opération réalisée par MSC MARC©, fournissant, sous forme de fichier de données ASCII, le terme source radiatif, le flux radiatif en tout point du milieu et le cas échéant, les pertes et gains par rayonnement à la surface du milieu.

Ensuite, le code MSC MARC© poursuit son déroulement par la prise en compte du terme source radiatif avec la subroutine FLUX et l'application des CL au travers de la subroutine adaptée au cas traité : FORCDT ou UFILM. Notons que MSC MARC© résout l'équation de la chaleur aux points d'intégration. Une étape d'interpolation des valeurs calculées aux nœuds vers ces points est donc nécessaire. Ces étapes sont reprises sur la figure 5.2.

La résolution instationnaire de l'équation de la chaleur fournit le champ de températures au pas de temps courant. Celui-ci servira au calcul radiatif de l'incrément suivant. Ceci constitue une approximation qui est d'autant plus négligeable que le pas de temps est petit et donc que les variations de températures entre deux incréments sont faibles.

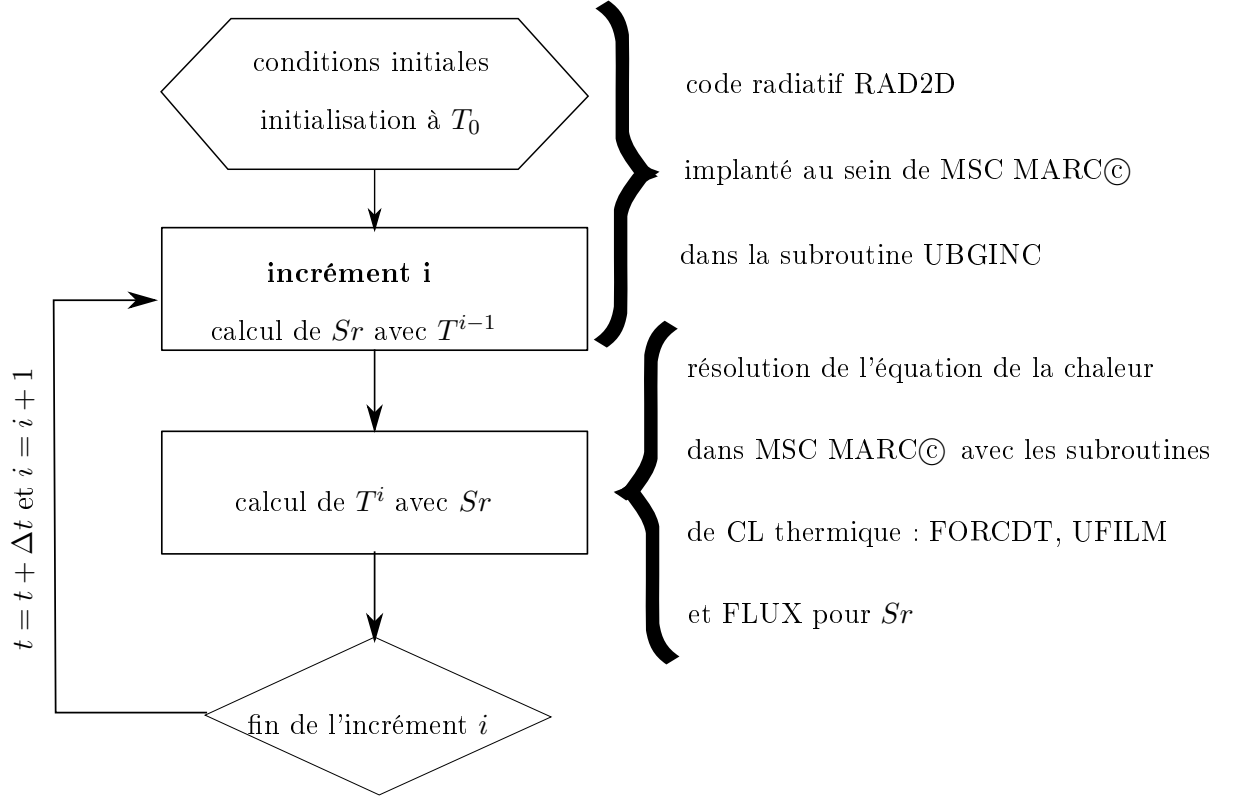


FIGURE 5.2 – Organigramme descriptif du couplage thermique sous MSC MARC©

Les calculs doivent être réitérés pour atteindre le régime stationnaire. Notons que le logiciel MSC MARC© ne dispose pas de test de convergence. L'utilisateur doit donner un temps total d'étude et un nombre d'incréments, et une fois ce temps écoulé le calcul est interrompu. Par contre, il dispose de la possibilité de poursuivre le calcul.

Nous allons maintenant présenter quelques cas tests qui vont permettre de valider cette étape de couplage appliquée, dans un premier temps, au cas d'un milieu gris.

5.2 Validation numérique au travers de quelques cas tests

5.2.1 Application à un milieu gris bordé par des frontières opaques à réflexions diffuses

Nous présentons ici des résultats qui constituent une étape intermédiaire de validation du code. Le cas traité ici concerne le transfert de chaleur couplé par rayonnement et conduction en régime instationnaire au sein d'une cavité carrée de 1 m de côté. Les paramètres ont été choisis pour traiter le cas de manière adimensionnelle, *cf.* annexe D.5 pour plus de détails. Le milieu est gris, absorbant, et non diffusant d'épaisseur optique et d'indice de réfraction égaux à 1. On introduit le nombre de Starck N_s qui définit la part conductive par rapport à la part radiative :

$$N_s = \frac{\sigma_e k_{cond}}{4\sigma_B T_{ref}^3} \quad (5.3)$$

Celui-ci est pris égal à 0,01. Le cas traité est présenté sur la figure 5.3. La paroi chaude est opaque à réflexion diffuse avec une émissivité ϵ égale à 0,1 ou 0,5 selon le cas étudié. Les trois autres parois sont noires. Les températures, ici constantes, sont imposées aux frontières (CL de type Dirichlet).

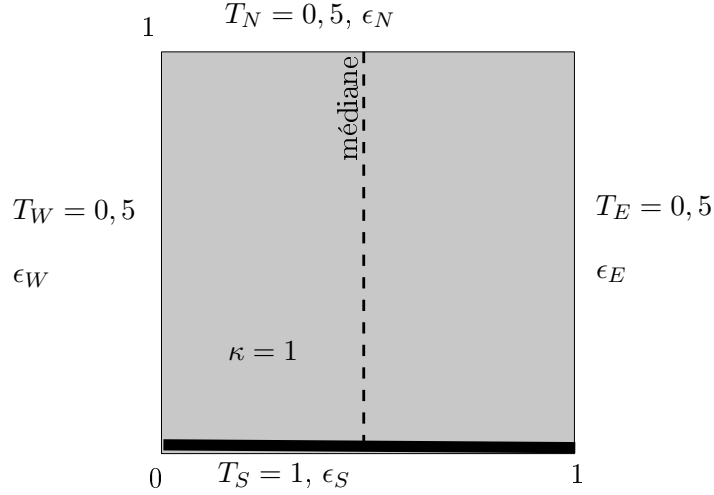


FIGURE 5.3 – Présentation du cas traité

La température de référence (T_{ref}) considérée est la température chaude. Le milieu est initialement à une température de 0,5 K, la face sud voit sa température augmenter de manière idéale à 1K au cours du premier pas de temps adimensionnel ξ .

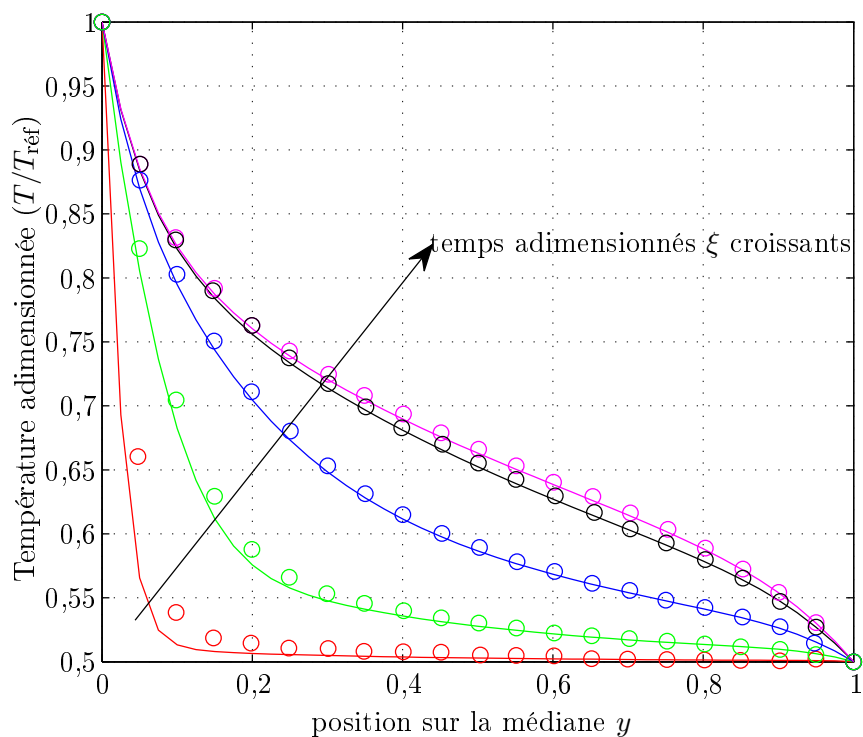
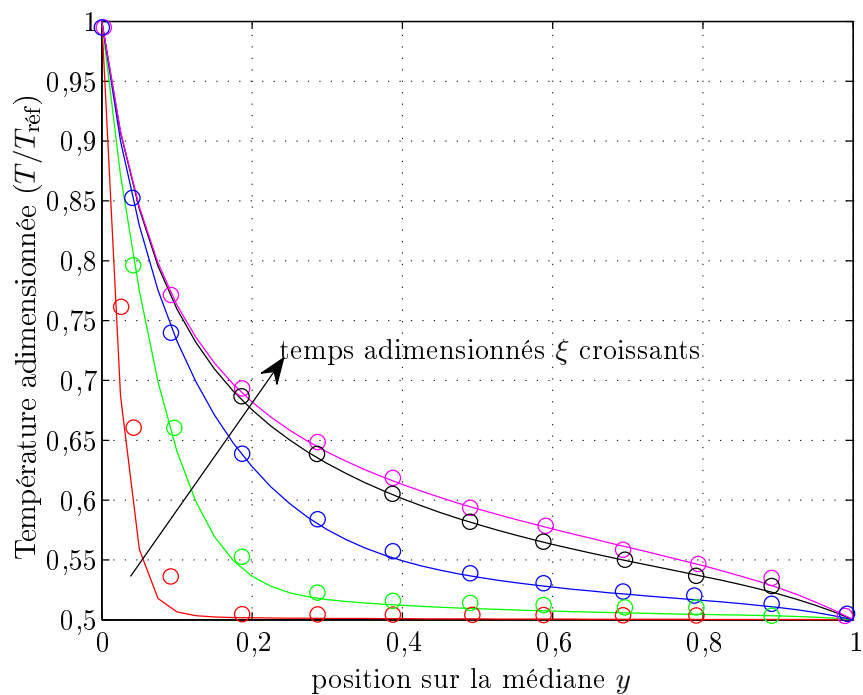
$$\xi = \frac{k_{cond}t}{\rho_v c_p L^2} = \frac{at}{L^2} \quad (5.4)$$

avec a la diffusivité thermique en $m^2.s^{-1}$. Pour cette étude en régime transitoire le pas de temps est pris constant. Mishra *et al.* (2003) ont traité ce cas avec la méthode dite Lattice-Boltzmann, développée pour des structures simples avec un maillage structuré, et ces résultats ont été comparés à ceux obtenus avec la méthode des ordonnées discrètes. Les résultats numériques de Mishra *et al.* (2003) sont pris comme référence pour vérifier nos calculs.

Pour résoudre ce problème, le maillage est constitué de 1701 nœuds et 3240 triangles. La discrétisation angulaire permettant la résolution de l'ETR est uniforme et composée de 24 directions azimutales par 3 directions polaires soit 72 directions discrètes. Le pas de temps adimensionnel est pris constant et égale à 5.10^{-4} et l'étude a été menée jusqu'à l'obtention d'un état stationnaire correspondant à une erreur relative sur la température inférieure en valeur absolue à $10^{-5}K$. L'ensemble de ces conditions est très proche de celle utilisées par Mishra *et al.* (2003).

La figure 5.4 représente l'évolution de la température adimensionnée (T/T_{ref}) le long de la ligne médiane du carré à l'abscisse $x = 0,5$ à différents temps adimensionnés pour un coefficient d'émission à la paroi sud respectivement égal à 0,5 et 0,1. La diminution du coefficient d'émissivité de la face chaude a pour conséquence de retarder l'état stationnaire puisqu'il est atteint 0,0945 pour $\epsilon_s = 0,5$ et 0,1075 pour $\epsilon_s = 0,1$. D'autre part, les gradients de température à proximité de la face chaude sont d'autant plus importants que le coefficient d'émission est faible. Cette figure présente également des résultats qui sont en bonne adéquation pour deux codes de calcul complètement différents. Les écarts très faibles existants peuvent s'expliquer par le schéma de discrétisation en temps : celui utilisé dans MSC MARC© est explicite et donc moins précis. Notons que ces résultats ont été comparés également au code TRC2D (Transient Radiation and Conduction 2D) qui couple le code RAD2D à un autre code de conduction appelé PHAML utilisant un schéma de discrétisation implicite en temps (Asllanaj *et al.*, 2007 ; Asllanaj *et al.*, 2008b). Il existe une bonne adéquation entre les résultats.

Ces résultats permettent donc de valider, par comparaison numérique, le couplage du code radiatif avec le logiciel MSC MARC© dans le cas d'études transitoires en milieu gris avec des surfaces noires et opaques à réflexion diffuse, et des températures imposées aux frontières.


 (a) $\epsilon_s = 0,5$

 (b) $\epsilon_s = 0,1$

— $\xi = 0,001$ — $\xi = 0,005$ — $\xi = 0,015$ — $\xi = 0,04$ — état stationnaire
 o (Mishra *et al.*, 2003) — ce travail

 FIGURE 5.4 – Évolution de la température le long de la ligne centrale (en $x=0,5$) à différents instants pour $N=0,01$

5.2.2 Application au verre : étude des fours verriers

Disposant d'un code adapté au milieu non-gris (Asllanaj *et al.*, 2008a ; Asllanaj *et al.*, 2008b), et à tous types de frontières : noire, opaque à réflexion diffuse ou spéculaire, semi-transparente, transparente, la modélisation du verre est donc possible. Une étape supplémentaire de validation nous a semblé nécessaire pour vérifier que le nouveau code radiatif a bien été implémenté dans le code commercial MSC MARC®. Nous avons donc comparé nos résultats numériques obtenus avec TRC2D avec ceux de la littérature dans le cas des fours verriers parmi eux, Berour *et al.* (2006), Lacroix *et al.* (2006) et Lee et Viskanta (2001). Les résultats obtenus étant très proches de ceux de la littérature, ils ne sont pas présentés ici mais le lecteur peut se référer à Asllanaj *et al.* (2008b) et Asllanaj *et al.* (2008a). Après la présentation du four verrier en terme de géométrie, modèle, hypothèses, le cas test et les résultats obtenus seront abordés et une discussion clôturera ce chapitre.

5.2.2.1 Description du four verrier

La géométrie et les différentes caractéristiques du four verrier modélisé sont précisées sur la figure 5.5. Il s'agit d'une coupe transverse d'un four verrier de type « float », destiné à la production de verre plat. La partie supérieure du four, constituée de gaz chauds, flammes et délimitée par des parois réfractaires, rayonne en direction du bain de verre. Cette zone est modélisée par un corps noir à la température de T_{gaz} . Le milieu est considéré homogène. Les parois latérales et la paroi inférieure sont constituées de matériaux réfractaires. L'interface entre le bain de verre et la zone de combustion est supposée semi-transparente pour $\lambda < \lambda_{\text{lim}} = 5\mu\text{m}$ car le coefficient d'absorption spectral devient très grand (le verre devient opaque). L'émissivité dans la région opaque est supposée constante, on a : $\epsilon_{\text{lim}} = \alpha_{\text{lim}} = 0,9$ pour le verre à haute température. Cette valeur de l'émissivité est un ordre de grandeur susceptible de changer selon la composition chimique du verre. En toute rigueur, l'indice optique complexe du verre dépend aussi de la température. Dans cette étude cet aspect ne sera pas pris en compte, les variations étant supposées faibles.

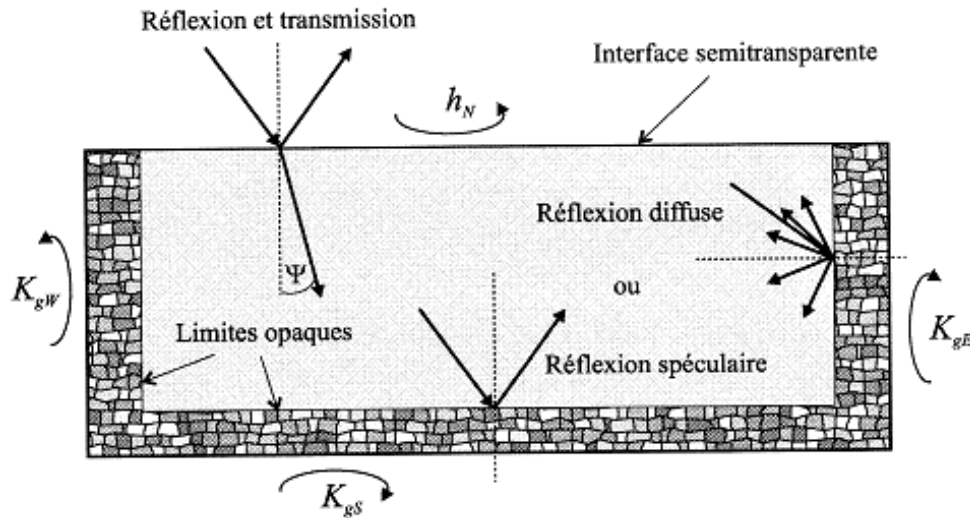


FIGURE 5.5 – Conditions aux limites radiatives et thermiques dans un four verrier - extrait de Berour (2005)

Les caractéristiques thermiques et optiques du verre sont, comme cela a été dit précédemment, thermodépendantes et spectrales, les valeurs prises pour ce cas test sont issues des publications de Mann *et al.* (1992), Rubin (1985) et reprises par Berour *et al.* (2006), Lacroix *et al.* (2006), Lee et Viskanta (1999) et Lee et Viskanta (2001) :

- conductivité thermique : $k_{\text{cond}}(T) = 1,14 + 6,24 \times 10^{-4}(T - 273)$ en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$,
- indice optique et coefficient d'absorption : cf. tableau 3.17 avec un modèle à 10 bandes,
- masse volumique : $\rho(T) = 2250 \cdot (1 + 5.1 \cdot 10^{-5} \times (T - 1473))$ en kg.m^{-3} ,
- chaleur massique constante : $c_p = 1350$ en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Pour les expressions de la masse volumique et la conductivité thermique, T représente la température du corps en Kelvin.

Nous considérons les transferts de chaleur par rayonnement et conduction (sans convection) au sein d'un four verrier réduit à la région bidimensionnelle représentée sur la figure 5.5. Les parois du four sont constituées de briques réfractaires, nous les supposons noires. Le bain de verre est chauffé par des gaz à haute température. Les pertes de chaleur à travers les parois latérales et inférieure se font par conduction et convection alors l'interface semi-transparente que représente la face supérieure est soumise à un bilan radiatif.

Les résultats obtenus avec notre code en régime instationnaire ont été comparés à ceux de Berour *et al.* (2006) et Lee et Viskanta (2001) obtenu en régime stationnaire. Aussi seule la comparaison avec Lacroix *et al.* (2006) qui a réalisé l'étude en régime instationnaire est présentée ici avec les paramètres suivants :

- température des gaz chauds, $T_{\text{gaz}} = 1000$ K ;
- température de l'air extérieur, $T_{\text{ext}} = 300$ K ;
- coefficient d'échange convectif à la limite supérieure, $h_n = 10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$;
- coefficients d'échange global aux frontières latérales et sud sont égaux, on a $K_g = 5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$;
- maillage structuré constitué de 45×45 nœuds ;
- discrétisation angulaire : 8 directions polaires et 4 directions azimutales ;
- pas de temps : $\Delta t = 5$ s.

Lacroix *et al.* (2006) ont résolu l'ETR par la méthode des ordonnées discrètes (MOD) avec un schéma exponentiel modifié, et l'équation de la chaleur par la méthode des différences finies avec un schéma en temps de Crank-Nicholson (ordre 2). Pour des raisons de stabilité de calcul, nous avons été contraints de prendre un maillage structuré composé de 50×100 nœuds, respectivement sur l'axe vertical et horizontal, le maillage quadrangulaire devient triangulaire en divisant chaque rectangle en 2 triangles rectangles.

5.2.2.2 Résultats

Nous pouvons constater un écart avec les résultats de Lacroix *et al.* (2006). Il est communément admis dans la littérature que : la MOD est moins précise que la MVF pour la résolution de l'ETR, notamment, l'intégration sur l'angle solide de l'ETR est réalisée de manière exacte pour la MVF et de manière approchée pour la MOD. La MVF est une méthode conservative, la MOD peut présenter davantage de problèmes de diffusion numérique. De plus, nous tenons à ajouter que pour une étude en régime stationnaire, la même équipe a préféré développer la MVF pour ces raisons de précision (Berour *et al.*, 2006). Enfin, d'autres aspects pouvant accentuer ces écarts sont :

- les maillages différents : en effet, Lacroix *et al.* (2006) ont réalisé un maillage resserré au niveau de la paroi chaude, qui est une zone de fort gradient ;
- le module conductif de MSC MARC© utilise un schéma temporel explicite connu pour être moins précis.

Notons encore une fois que le même problème a été résolu avec le code TRC2D et les résultats obtenus dans ce cas sont soumis à publication (Asllanaj *et al.*, 2008a) et sont également plus précis que les résultats présentés ici et donc en meilleur adéquation avec les résultats de Lacroix *et al.* (2006).

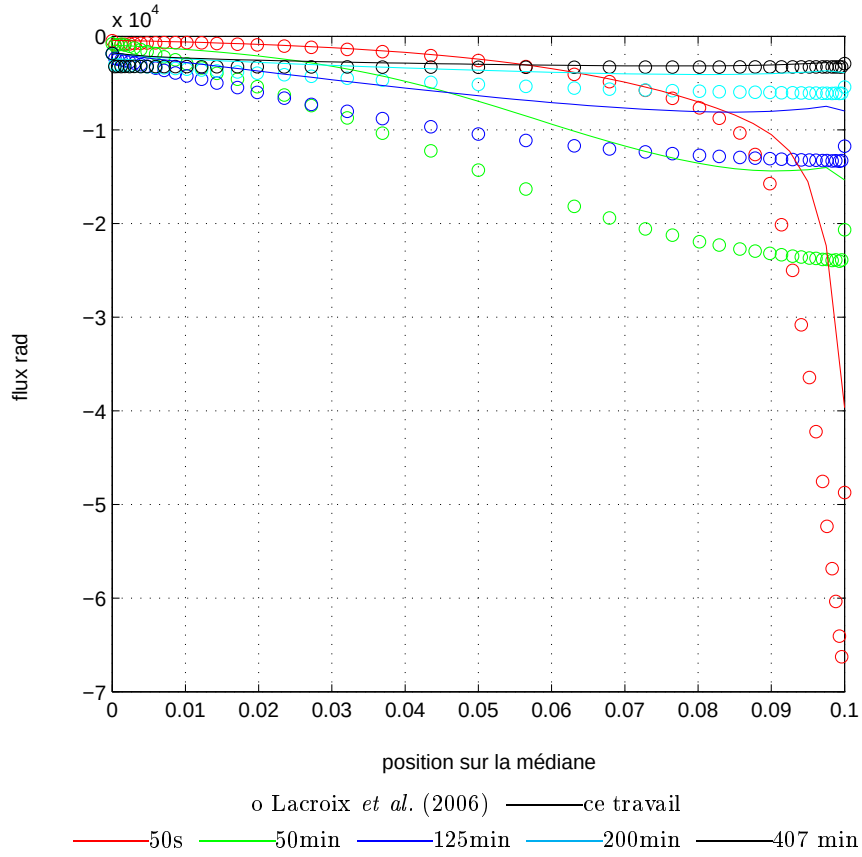


FIGURE 5.6 – Comparaison des flux radiatifs à différents instants

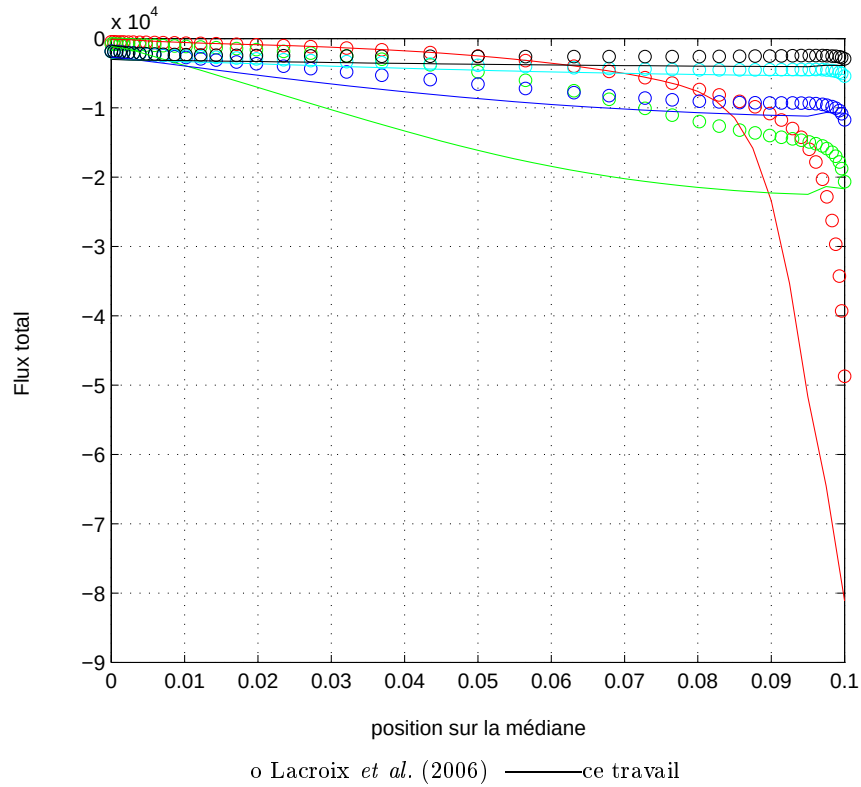


FIGURE 5.7 – Comparaison des flux totaux à différents instants

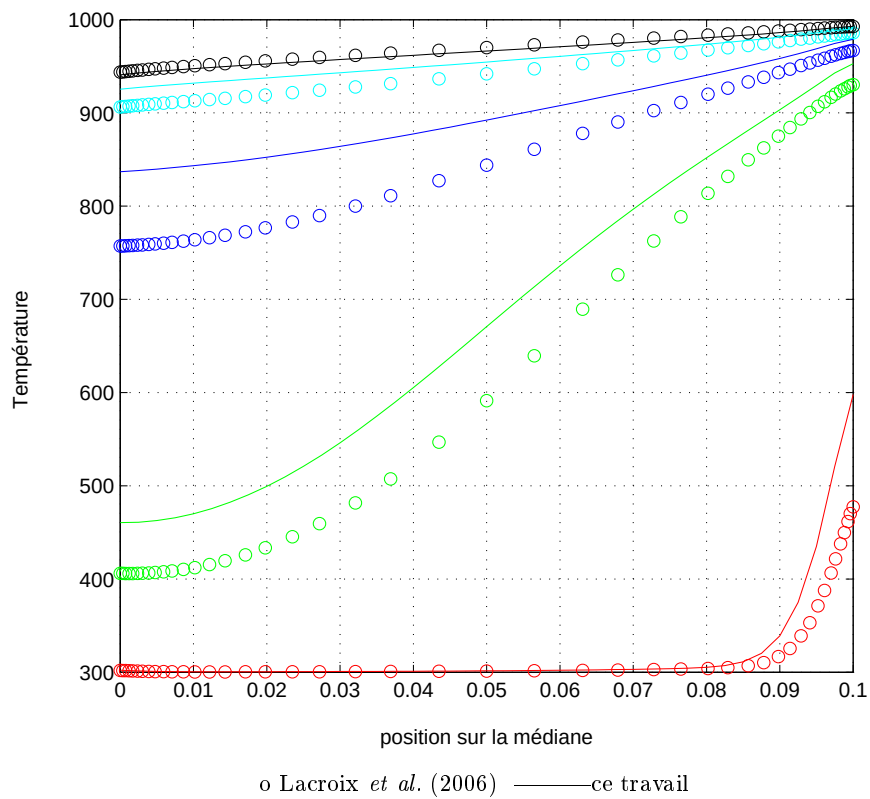


FIGURE 5.8 – Comparaison des températures sur la ligne médiane à différents instants

5.2.3 Application à une plaque de thermoformage

Nous présentons ici un cas d'étude basé sur la géométrie et le chargement thermique du thermoformage afin de montrer que le couplage entre les codes RAD2D et MSC MARC© nous permet de calculer les champs de température dans un verre utilisé pour le thermoformage. Nous étudions les échanges thermiques par rayonnement et conduction au sein d'une plaque de verre d'épaisseur de 6mm et de largeur de 0,2m. Elle ne se déforme pas car le couplage avec la mécanique n'est pas encore réalisé. Les conditions aux limites sont les suivantes (*cf.* figure 5.9) :

- le verre est placé dans un four qui rayonne comme un CN à une température qui varie avec le temps selon le cycle de thermoformage présenté sur la figure 5.10 ;
- les paramètres du matériau (ρ_v , c_p , k_{cond} ...) sont les mêmes que ceux utilisés précédemment pour le four verrier ;
- les quatre faces de la plaque sont semi-transparentes et soumises à des échanges convectifs et radiatifs avec l'air chaud ;
- le maillage est constitué de 2761 éléments triangulaires et 5000 nœuds ;
- le pas de temps est fixe et égal à 60s.

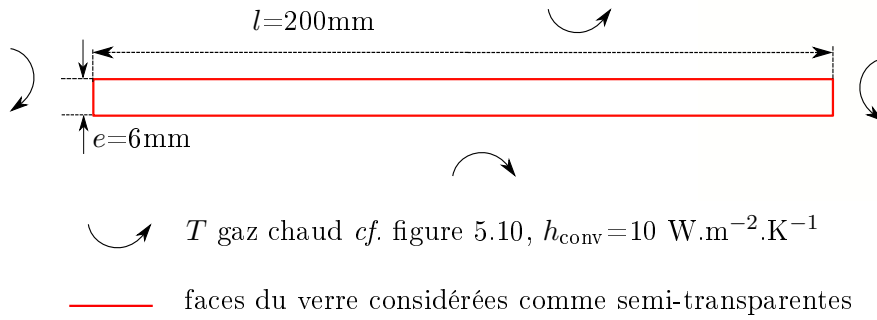


FIGURE 5.9 – Caractéristiques de la plaque de verre de 6mm utilisée pour le thermoformage en conduction-rayonnement sans déformation mécanique

Nous présentons ici les résultats de nos simulations en représentant les champs de températures dans la plaque de verre à différents instant, figure 5.11 ; les profils de températures sur la médiane et sur une face latérale du verre, figure 5.12 ; les flux radiatifs, conductifs et totaux le long de la médiane et enfin la part radiative selon y relativement au flux total engagé sur cette médiane pour des temps particuliers qui seront reportés sur les figures 5.13, 5.14.

La distribution de température dans l'épaisseur du verre apparaît relativement homogène. Aussi nous semble-t-il important de préciser que :

1. lorsque nous changeons l'épaisseur et/ou la longueur du verre, des phénomènes thermiques plus complexes apparaissent comme cela est montré par Asllanaj *et al.* (2008a) ;
2. les conditions de calculs sont simplifiées par rapport à la réalité du procédé comme le chapitre 8 le prouve grâce à la caractérisation du four en température en en flux, entraînant une inhomogénéité en température dans la hauteur qui pourrait influencer de manière importante sur la distribution de température au sein de la plaque de verre en cours de déformation ;
3. enfin, la part radiative apparaît comme non négligeable dans les étapes transitoires comme le montre la figure 5.14.

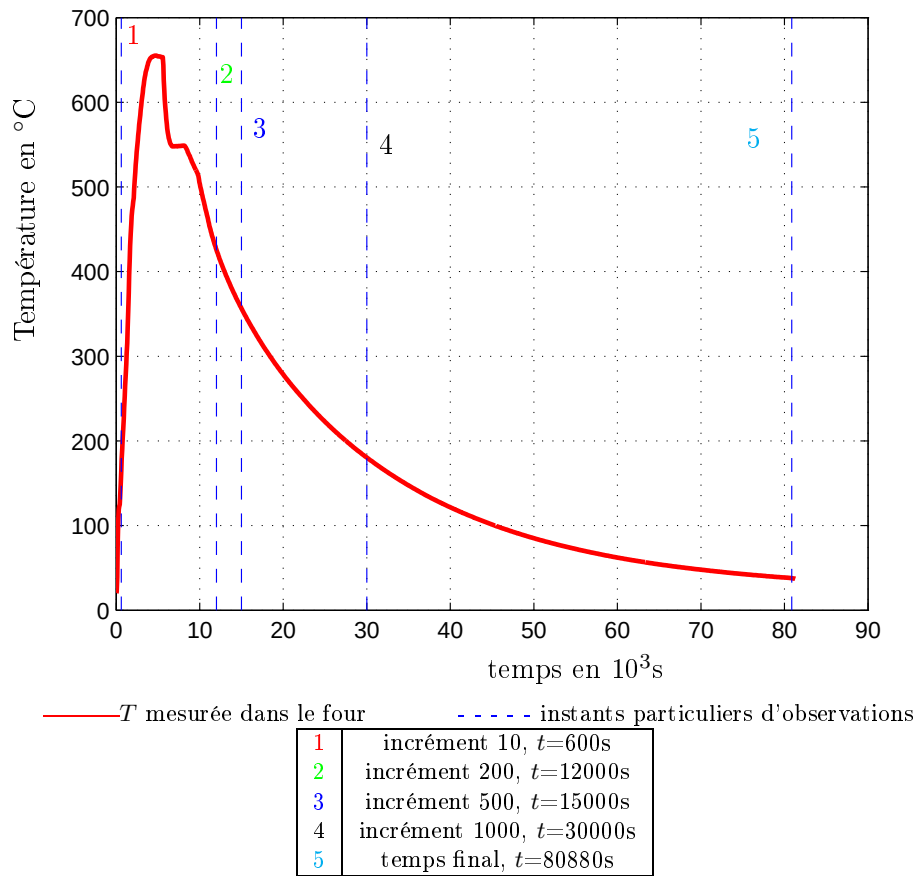


FIGURE 5.10 – Température de gaz chaud imposé au verre

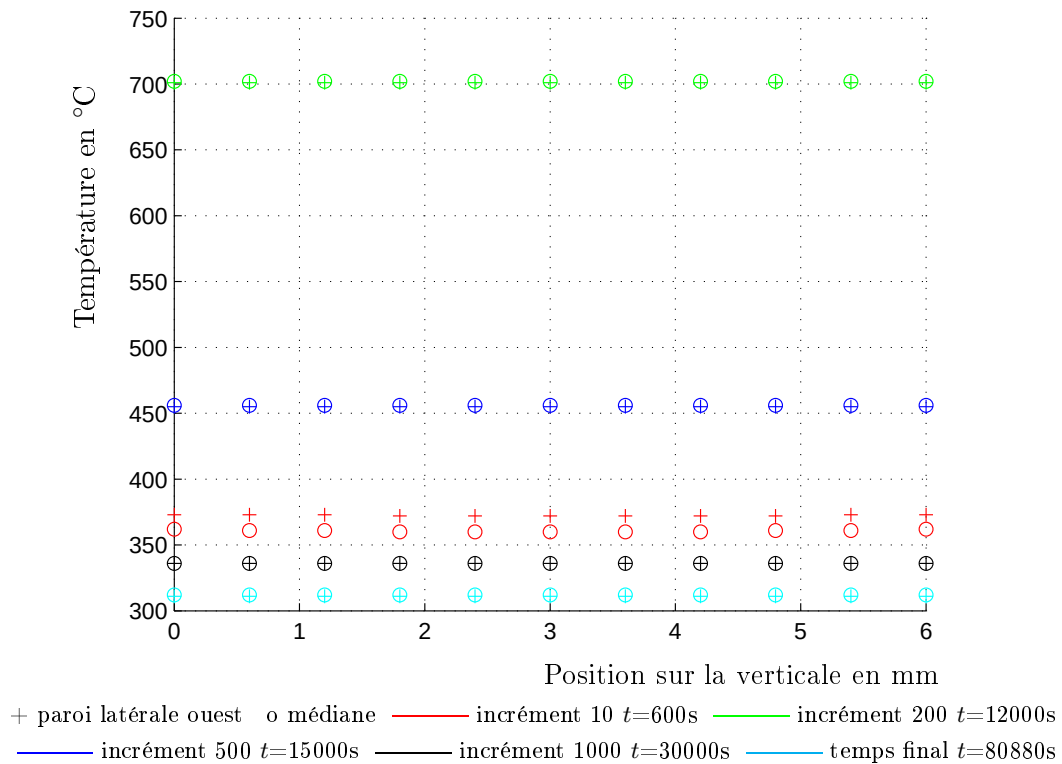


FIGURE 5.12 – Profils de température sur une ligne verticale (médiane ou face latérale) à différents incréments

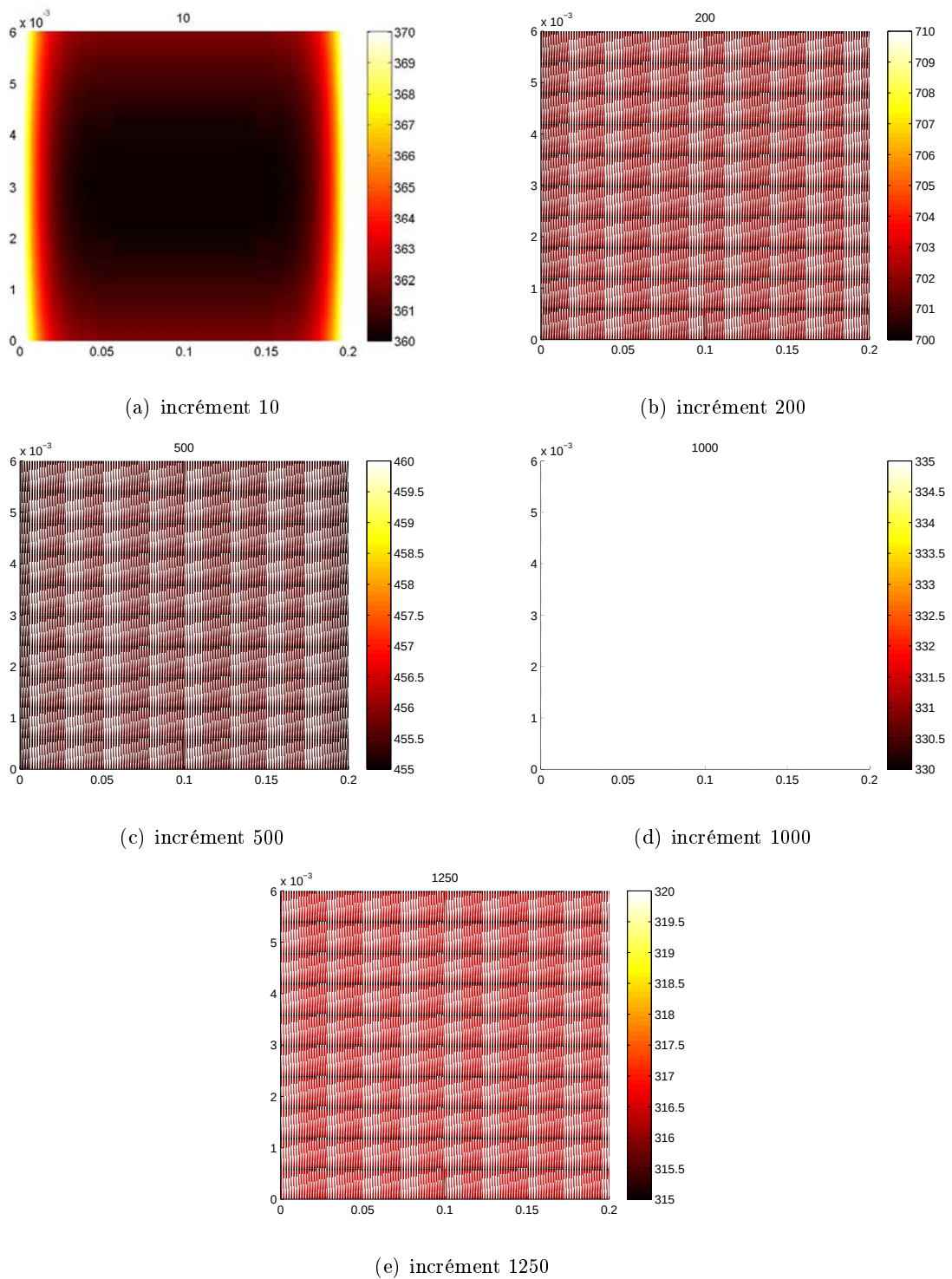
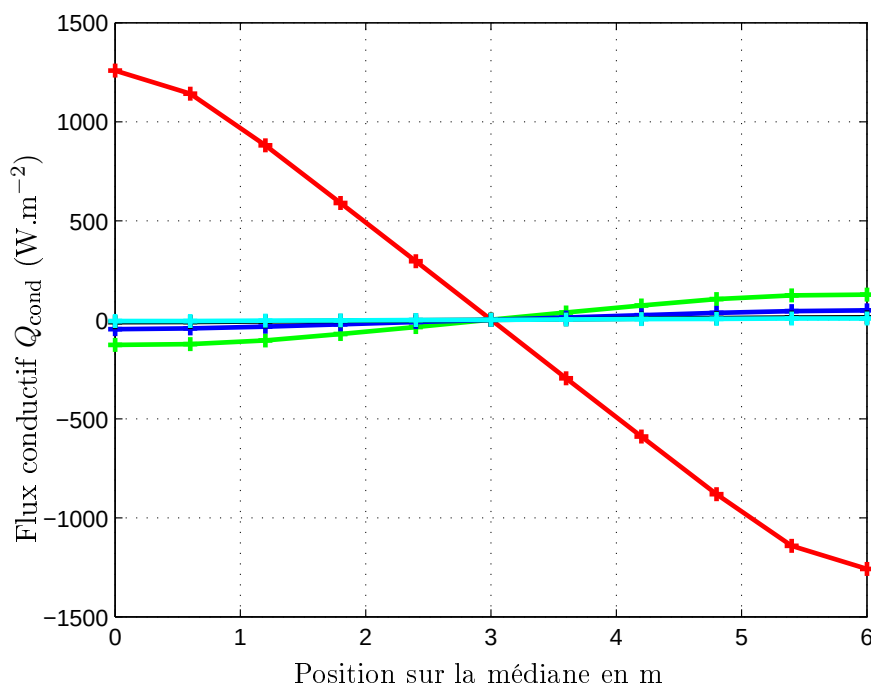
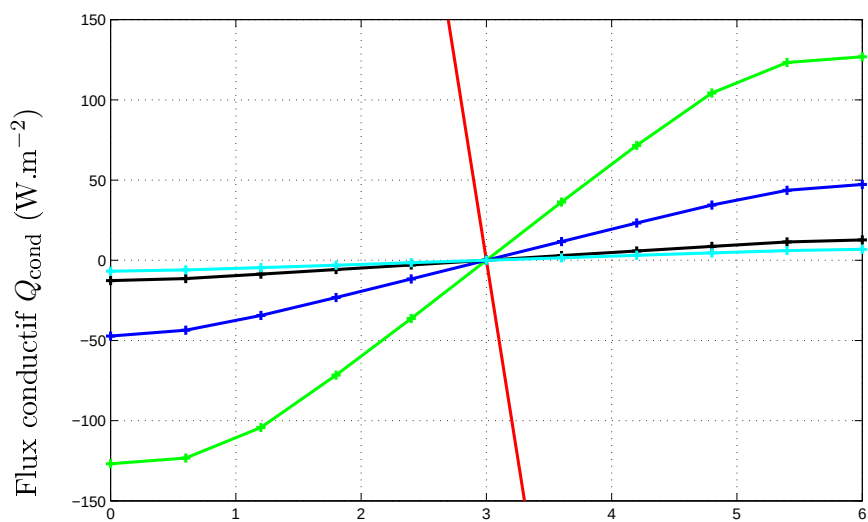


FIGURE 5.11 – Champ de température dans le verre à différents instants



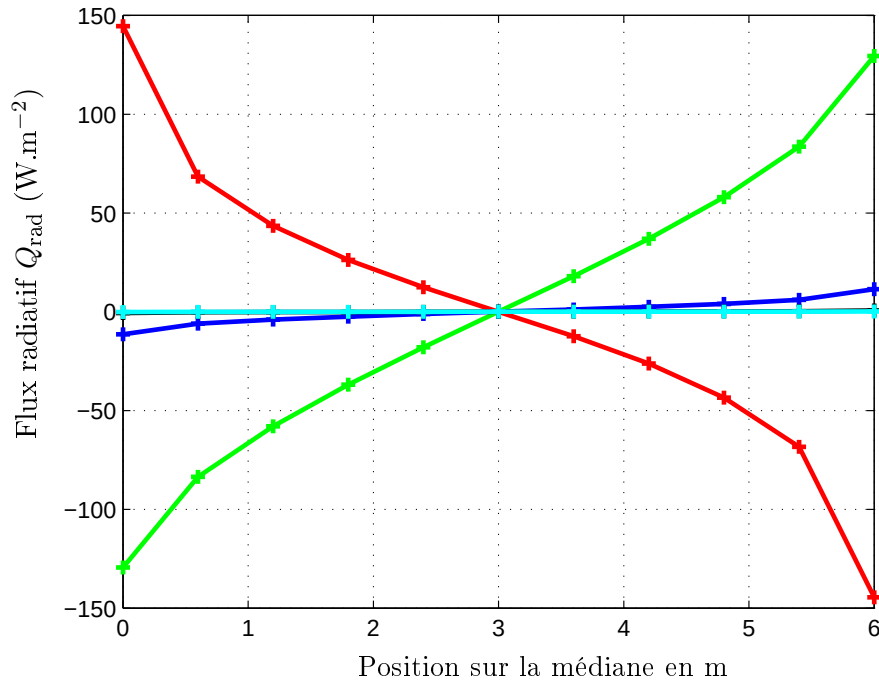
(a) Vue d'ensemble



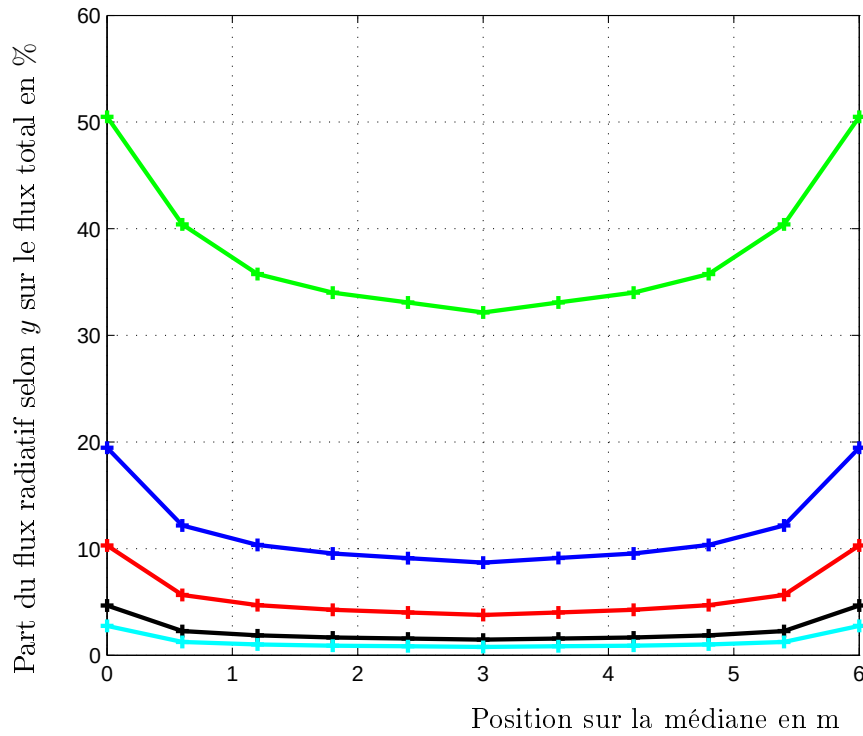
(b) Vue zoomée

— incrément 10 $t=600s$ — incrément 200 $t=12000s$ — incrément 500 $t=15000s$ —
 incrément 1000 $t=30000s$ — temps final $t=80880s$

FIGURE 5.13 – Profil du flux conductif le long de la médiane à différents incréments



(a) Profil du flux radiatif selon y le long de la médiane à différents incréments



(b) Part du flux radiatif selon y sur le flux total en %

— incrément 10 $t=600s$ — incrément 200 $t=12000s$ — incrément 500 $t=15000s$ —
 incrément 1000 $t=30000s$ — temps final $t=80880s$

FIGURE 5.14 – Evaluation de la part radiative

5.3 Conclusion

Nous disposons d'un code thermique couplé rayonnement-conduction adapté aux géométries complexes et au verre. Il a été validé pour un milieu non-gris, semi-transparent à surfaces semi-transparente ou opaque. Nous avons montré sa capacité à simuler un cas proche du thermoformage. Ce code est encore en cours de développement, puisqu'il faut réaliser une étude de sensibilité aux paramètres de simulations : discrétisation angulaire et spatiale, longueur d'onde, pas de temps. Il est aussi fondamental d'effectuer le couplage complet.

Troisième partie

Étude expérimentale et comparaison avec les résultats numériques

Introduction

Le banc expérimental doit permettre d'obtenir un maximum d'informations sur le comportement thermomécanique du verre au cours de son thermoformage. L'idéal est de se placer dans des conditions proches de la réalité artisanale du procédé et de comparer ces mesures aux résultats issus de la simulation numérique afin de permettre la validation et/ou l'amélioration des modèles existants et à terme l'optimisation du procédé artisanal. Dans le cadre de cette étude, l'objectif est de développer un banc expérimental original et performant, permettant les premières comparaisons avec nos simulations numériques. Les grandeurs fondamentales (obtenues par la simulation) sont les champs de température et de déplacement en tout point de la structure. Dans l'idéal, il s'agit de mesurer ces deux champs au sein de la plaque de verre tout au long du procédé. Cependant, de telles mesures volumiques sont extrêmement difficiles voir impossible à mettre en œuvre, c'est pourquoi nous nous sommes concentrés sur les mesures surfaciques de champ.

Bien entendu des contraintes inhérentes au procédé sont à prendre en compte : le four est fermé et il n'est pas possible de l'ouvrir même temporairement car cela risquerait d'entraîner une forte perturbation. D'autre part, les mesures doivent être effectuées à hautes températures (jusqu'à 700°C) ce qui rend difficile l'installation du matériel de mesure au sein même du four.

La problématique expérimentale est donc la suivante : caractériser thermiquement et mécaniquement par des mesures judicieuses, une plaque de verre tout au long d'un chargement thermique au sein d'un four de thermoformage qui est une enceinte close.

Après un rapide état de l'art passant par la description d'un four de thermoformage « classique », des techniques et instruments de mesures existantes et du choix qui a été fait, le banc expérimental que nous avons réalisé sera présenté avec les modifications apportées au four classique pour permettre les mesures. Enfin un chapitre à part entière est consacré aux mesures expérimentales réalisées.

Chapitre 6

Dispositifs et techniques de mesure

6.1 Le four

Le thermoformage « artisanal », *i.e.* tel que le CERFAV l'enseigne (*cf.* www.idverre.net), est exclusivement réalisé avec des fours cloches électriques à chauffage radiant par le haut. Ce type de chauffage est particulièrement adapté au procédé : le chauffage par le haut du verre plat de faible épaisseur (comprise entre 1 et 20 mm) n'entraîne pas de trop forts gradients de température au sein de la pièce. D'autre part, l'emploi de chauffage électrique par rayonnement IR présente l'avantage d'être très rapide.

Il existe différents modèles et constructeurs sur le marché, tous conçus de la même façon. Ils comportent, comme le montre la figure 6.1, une sole en matériau réfractaire ①, des résistances de chauffage ②, un support ⑥ et habillage en acier ⑦ isolé avec du matériau réfractaire ⑤ et un régulateur ④ permettant la programmation du cycle thermique de formage.

Les hublots ③, de l'ordre de 2,5 cm de diamètre, permettent le suivi du procédé et la ventilation pendant la phase de refroidissement. Les fours existent dans toutes les tailles selon les besoins des artisans. Si les grands fours (jusqu'à 2 m sur 1 m) permettent la mise en forme de grandes pièces, ils sont essentiellement utilisés pour rentabiliser leur temps de travail (le cycle dure en moyenne une journée) en réalisant plusieurs pièces en même temps.

6.2 Systèmes et techniques de mesures existants

6.2.1 Objectifs et contraintes

L'analyse thermique passe inéluctablement par la mesure de la température du matériau, de même l'analyse mécanique est conditionnée par l'état de déformation du matériau.

La mesure de déformation peut être volumique, surfacique et ponctuelle. Cette dernière est la plus couramment utilisée (grâce à des jauges de déformation par exemple) mais ne donne que peu d'information. La mesure volumique quant à elle reste actuellement impossible. Ceci nous amène à nous concentrer sur les mesures surfaciques basées sur des méthodes dites plein champ. Les contraintes liées au procédé de thermoformage sont : les températures très élevées du matériau au cours du procédé, et le fait que la pièce soit placée dans un four fermé. Ceci impose donc des mesures soit à l'intérieur du four avec des systèmes supportant un environnement pouvant atteindre 750°C, soit à l'extérieur du four et dans ce cas sans contact. Enfin, dernier inconvénient, le verre est un matériau non conducteur (électriquement parlant), et transparent dans le visible.

Ainsi nous nous intéresserons à des systèmes de mesures plein champ et sans contact adaptées au verre. Les techniques utilisées devront permettre une mesure fine et précise sur une large gamme de températures comprise entre 20 et 780°C et de déplacement de 0 à 100 mm.



FIGURE 6.1 – Quelques fours classiques de thermoformage

6.2.2 Caractérisation thermique

Parmi les systèmes de mesure de température, il existe :

- les capteurs fixes et ponctuels tels que les thermocouples,
- les thermomètres portables,
- et autres pyromètres infrarouges.

Ils ne sont bien sûr pas suffisants puisqu'ils ne fournissent qu'une information ponctuelle, ou alors il faudrait implémenter un système permettant le balayage de toute la surface étudiée en un temps suffisamment faible pour que l'on perde un minimum d'information.

De fait, nous nous sommes tournés vers la thermographie infrarouge qui consiste à analyser le rayonnement thermique recueilli par le capteur. Ce rayonnement dépend des propriétés thermophysiques de l'échantillon en particulier sa température, son émissivité, son homogénéité... Dans notre cas, c'est la température qui est la grandeur à mesurer : les autres paramètres doivent donc être connus avec la plus grande précision possible. L'émissivité est une grandeur qui varie avec la longueur d'onde, la direction d'observation, la composition chimique, l'état de surface du matériau, la température... Le verre présente la particularité d'avoir une émissivité qui dépend fortement de la longueur d'onde (milieu non gris). Ainsi une simple caméra IR ne suffira pas à donner une information « juste » de température puisqu'elle intègre sa mesure sur une gamme étendue de longueur d'onde. Nous devons effectuer des corrections sur l'émissivité, ceci sera abordé dans le paragraphe consacré à la description du système de mesure.

6.2.3 Caractérisation mécanique

L'analyse mécanique passe par l'étude du tenseur tridimensionnel de déformation. Malheureusement les mesures surfaciques du champ de déplacement ne donnent pas accès à la matrice complète des déformations. Seule une information partielle sera accessible à l'issue des mesures envisagées.

Parmi les systèmes de mesure de déplacement existants, on peut citer :

- les capteurs capacitif, inductif ou à courant de Foucault ne sont pas adaptés au verre qui ne conduit pas le courant,
- le capteur à fil tendu,
- les systèmes de détection de contact,
- les capteurs optiques LED ou laser,
- les micromètres laser,
- les scanners de profil.

Ce type d'instruments ne nous convient pas car il ne permet que des mesures locales : ponctuelles ou de champ très réduit (quelques centimètres carré). De plus une majeure partie d'entre eux ne supporte pas la température intérieure du four.

Aussi nous nous sommes tournés vers les méthodes optiques. Ces techniques connaissent depuis plusieurs années un essor fulgurant lié aux progrès réalisés en informatique et sur les détecteurs optiques et à leur coût en forte baisse. Les techniques citées ici sont parmi les plus courantes, sans aucune volonté d'exhaustivité, elles ont été envisagées ou proposées lors de nos recherches.

- L'interférométrie de Speckle (Jacquot, 2008)

C'est une technique d'imagerie qui utilise la lumière laser et le phénomène d'interférence. Elle a l'avantage d'être déjà en place au LSGS. Elle permet de visualiser et quantifier les déplacements à la surface d'un objet entre deux états en réalisant des acquisitions à cadence régulière. Malheureusement, les amplitudes totales mesurées restent faibles : de l'ordre de plusieurs centaines de microns, elle n'est donc pas compatible avec le procédé de thermoformage qui entraîne des déplacements verticaux pouvant atteindre plusieurs centimètres.

- Les méthodes de grilles ou de suivis de marqueurs (Avril *et al.*, 2004)

Elles consistent toutes les deux à placer sur l'échantillon soit une grille soit des marqueurs dont les déplacements permettent de donner une information sur la déformation de la pièce. Les principaux inconvénients de ces techniques sont : la préparation des échantillons, le choix du pas de la grille ou quantité de marqueurs qui sont directement liés au déplacement mesuré et à la précision de la mesure, l'influence de la grille sur le comportement du matériau. Enfin, dans notre cas la fixation de la grille sur l'échantillon est un obstacle conséquent du fait des propriétés du verre et de la température de travail.

- La corrélation d'image (Roux *et al.*, 2002)

La méthode consiste à suivre une série de motifs aléatoires (champ de granularité ou mouchetis) grâce à des corrélations numériques d'images obtenues avec une caméra CCD. L'aspect de champ de granularité en surface de la pièce étudiée peut-être naturel, ou réalisé au moyen de projection de peinture en surface (mouchetis) pour les pièces de couleur uniforme. Si la pièce est rugueuse, l'éclairement par un laser des rugosités forme un champ de granularité par diffusion de la lumière. La mesure est plein champ, avec des déplacements pouvant aller de 1 μm à plusieurs dizaines de mm (selon le système optique de prise de vue). Cette technique est envisageable de deux façons selon la face qui est étudiée.

Il est envisageable de mesurer le déplacement de points de la tranche de la plaque de verre, malheureusement les conditions expérimentales et l'épaisseur de la plaque de verre étudiée ne s'y prêtent pas. En effet, la réalisation d'un mouchetis acceptable sur la tranche du verre qui fait 6mm d'épaisseur et qui tient en température est difficilement réalisable. De plus outre cette difficulté technique, la mesure risque d'être corrompue par les effets de bord.

En revanche, la deuxième façon d'exploiter ce procédé pour réaliser une caractérisation dans

le cadre de notre étude est de réaliser les mesures sur la surface supérieure du verre. Celle-ci s'y prête très bien puisque ses dimensions permettent la réalisation d'un mouchetis acceptable. L'information ainsi recueillie est le champ de déplacement 2D du verre dans son plan. Le résultat concret est donc la mesure de déplacement dans le plan image en coordonnées pixels.

– La projection de franges ou mesure par triangulation (Robinson (1983) ; Surrel (2000))

Cette technique simple de mesure de forme est basée sur le principe de moiré géométrique et de figures d'interférences. Des franges périodiques sont projetées sur une surface diffusante (blanc mat dans l'idéal). La lumière diffusée est observée sous une autre incidence. Les deux dernières techniques décrites ont été retenues pour l'étude, elles sont donc détaillées ultérieurement.

6.3 Méthodes de mesures employées

Comme cela a été rapidement abordé précédemment, une caméra infra-rouge et la projection de frange couplée à la corrélation d'images sont les techniques choisies pour réaliser des mesures de température et déplacements plein champ sur la face supérieure du verre. Ces mesures étant optiques, trois ouvertures ont dû être réalisées dans la paroi supérieure du four et une dans la sole pour permettre la calibration de nos appareils. Les modifications apportées n'étant présentées que dans le chapitre suivant, le lecteur voudra bien intégrer à sa lecture le fait que des ouvertures ont été réalisées pour permettre la mesure, la solution technique complète lui sera présentée ultérieurement.

6.3.1 Système de mesure de température sans contact

Afin d'effectuer cette mesure, nous captons le flux radiatif pour le convertir en une mesure de température. La mesure de champ est effectuée au moyen d'une caméra infra-rouge. Classiquement, celle-ci utilise l'émission moyenne sur toute sa gamme de longueur d'onde pour obtenir une cartographie de température de l'échantillon après corrections des valeurs d'émissivité. Ce procédé présente dans notre cas une certaine imprécision du fait du caractère non gris du matériau. En effet, les propriétés radiatives du verre, et principalement l'émission, dépendent de la longueur d'onde et de la température, comme par exemple on peut le voir pour l'émissivité, sur les mesures que nous avons réalisées au LEMTA et représentées sur la figure 3.12 de la page 72.

À la longueur d'onde de Christiansen, qui est indiquée sur la figure 3.12 et vaut environ $7,8\mu\text{m}$ quelque soit la température, le verre présente la propriété de se comporter comme un corps noir *i.e.* d'avoir un coefficient d'émission égal à 1 et la température est liée au flux monochromatique radiatif par la relation (2.14) avec :

$$L_\lambda = \frac{2hc^2}{\lambda^5(\exp(hc/k_B\lambda T) - 1)} \quad (6.1)$$

et la constante de Boltzmann :

$$k_B \approx 1,38 \times 10^{-23} \text{J.K}^{-1}$$

Un filtre passe-bande permet d'isoler le flux radiatif correspondant à cette longueur d'onde.

Ainsi grâce à la caméra et au filtre, un signal brut est obtenu qui peut être corrélé à une température grâce à une courbe d'étalonnage préalablement établie en utilisant un corps noir étalonné. Cette courbe nous donne la relation entre le signal brut mesuré avec le filtre et la température du corps noir. Enfin, une correction *a posteriori* s'impose pour pouvoir prendre en compte l'émissivité réelle de l'échantillon (qui est proche de un mais pas exactement égale à un) afin d'obtenir la température réelle de l'échantillon.

Du fait de l'utilisation du filtre dit « de Christiansen », la gamme spectrale du détecteur infrarouge qui sera choisie devra être au minimum de 7 à 8 μm , comme présenté dans le chapitre suivant. Il s'agit alors de détecteurs dits « moyennes ou grandes longueurs d'ondes ». Bien entendu les capteurs dits « thermiques » conviennent également très bien puisqu'ils transforment un

flux absorbé en différence de température. Il s'agit de détecteurs pyroélectriques, de bolomètres Thermistor ou encore de thermopile. Seule la dernière catégorie n'est pas disponible en plein champ, *i. e.* au sein d'une caméra. Parmi les détecteurs dits « photoélectriques », trois possibilités s'offrent à nous dans la gamme de longueur d'onde qui nous intéresse : les détecteurs Ge-Hg, Au-Ge, Hg-Cd-Te (ou MCT). D'après nos recherches et les réponses à l'appel d'offre lancé, seul le détecteur dit « MCT » est commercialisé sous forme matricielle et peut ainsi être intégré au sein d'une caméra pour réaliser des mesures plein champ ; malheureusement cette technologie a un coût largement supérieur aux crédits disponibles qui de plus serait un obstacle au transfert technologique vers les industries partenaires. Aussi, nous sommes nous concentrés sur les caméras utilisant des détecteurs thermiques de types bolomètre ou pyroélectrique.

Cet instrument représentant un investissement important et notre application ayant des particularités singulières, une campagne de tests préalables à l'achat a été menée avec le concours des différents fournisseurs qui ont accepté de nous prêter leur matériel pour effectuer nos tests. Le comparatif entre deux caméras qui présentent deux technologies de détecteur thermiques (pyroélectrique ou microbolomètre) est reporté ici. Il porte sur trois points fondamentaux, relatifs à l'application thermoformage :

- la réponse du capteur à une variation de signal dans le temps,
- sa stabilité et sa sensibilité,
- et l'influence du four en chauffe sur la mesure et ce avec le filtre passe-bande.

6.3.1.1 Essais et choix de la caméra IR

La caméra est placée au-dessus d'une ouverture de la paroi supérieure du four, un corps noir de référence (CN) est placé en-dessous et à l'extérieur du four au niveau de l'ouverture dans la sole de sorte qu'il ne subisse pas la montée en température du four mais reste visible par la caméra. Les deux premiers essais sont réalisés sans chauffage du four.

La caméra 1 est celle comportant une matrice de microbolomètres, et la caméra 2 celle comportant un capteur de type pyroélectrique (BST pour Baryum Strontium Titanate). Notons que ce dernier nécessite d'être maintenu à la température de sensibilité maximum, la caméra est donc équipé d'un module Peltier.

Dans le cadre de cette étude, les signaux recueillis par les caméras sont en unités arbitraires de signal brut (non corrigé par l'émissivité). Pour l'application, ce signal sera mesuré et converti en température après calibrage et caractérisation des échantillons de verre à la température grâce à un étalonnage et un post-traitement.

Réponse du capteur à une variation de température avec le temps

Le corps noir subit une variation de la température de consigne de la température ambiante jusqu'à 600°C de manière linéaire, les réponses des caméras sont reportées en unité arbitraire sur la figure 6.2 d'une part en fonction de la température du CN et d'autre part en fonction de sa luminance afin de comparer l'allure des courbes.

En effet, le signal caméra est un flux qui n'est pas proportionnel à la température de l'objet mais à la luminance du corps noir à la même température. À partir de la température du CN qui est l'objet de la mesure, sa luminance est recalculée avec la relation (2.10), à la longueur d'onde du filtre de Christiansen. La courbe représentant le signal en fonction de la luminance du CN montre bien une relation qui permettra de réaliser un étalonnage.

Évaluation de la stabilité et sensibilité du capteur

Ces caractéristiques sont évaluées en maintenant le CN à une température fixe d'une part pour tester la stabilité puis en augmentant légèrement sa température de consigne afin de juger de la sensibilité du capteur. La régulation en température du CN permet également de recueillir une information concernant la sensibilité comme le montre la figure 6.3.

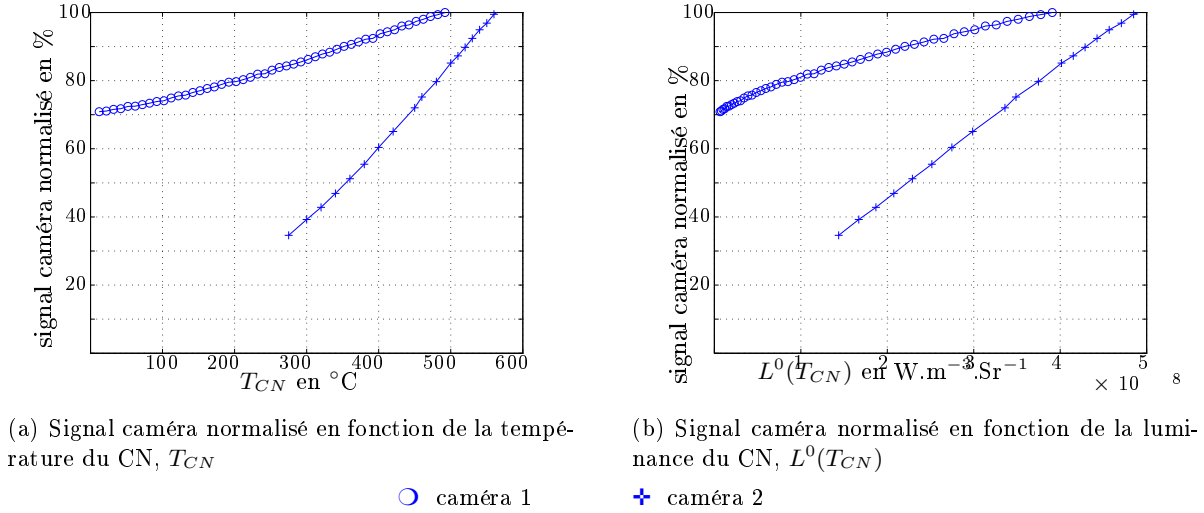


FIGURE 6.2 – Comparaison du signal caméra normalisé en % lors de la montée en température du CN

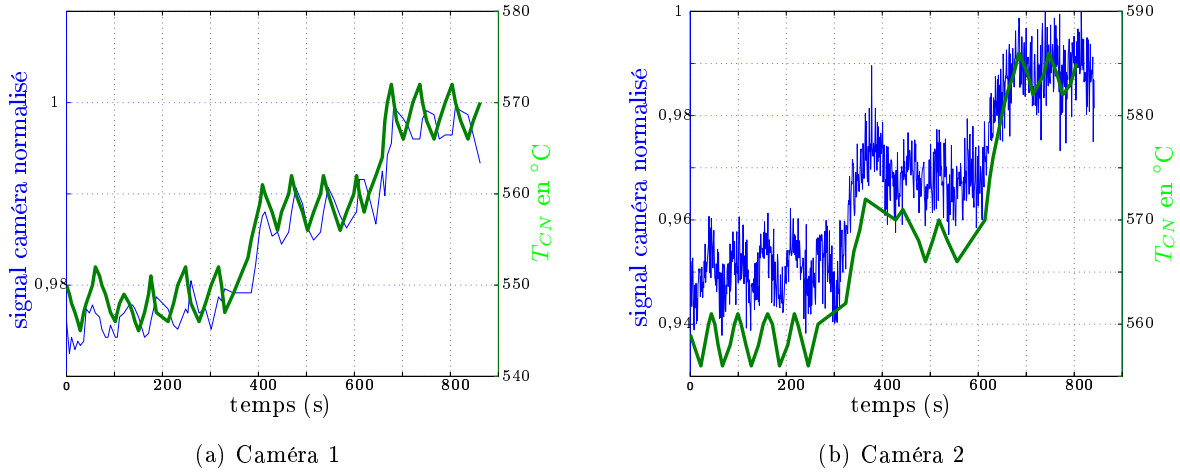


FIGURE 6.3 – Comparaison des courbes de température du CN et du signal caméra en UA pour de variations de la température du CN de l'ordre de 5°C

Concernant la stabilité, les deux caméras suivent parfaitement les variations de températures de CN autant dans la régulation que lors de la légère augmentation de température de consigne même si le signal non normalisé est de l'ordre de 5UA pour 10°C pour la caméra 1 et de 100UA pour 11°C pour l'autre caméra. La caméra 2 semble présenter une meilleure stabilité que la caméra 1. En effet, sur les courbes de la caméra 1 on peut constater une légère augmentation de la valeur moyenne du signal ; cet aspect est vérifié ci-après. La caméra 1 en revanche ne possède pas, sur le modèle de prêt, l'acquisition automatique de signal, les mesures ont donc été déclenchées manuellement.

Stabilité du capteur par rapport à la température ambiante du four

Pour cet essai, il s'agit de tester l'influence du four sur la mesure en température. Ainsi, le four subit une montée en température de la température ambiante jusqu'à 600°C alors que la température de consigne du CN ne change pas : elle est maintenue entre 565 et 570°C . La figure 6.4 illustre les résultats obtenus.

La stabilité de la caméra 2 se confirme : la courbe représentant le signal caméra suit parfaite-

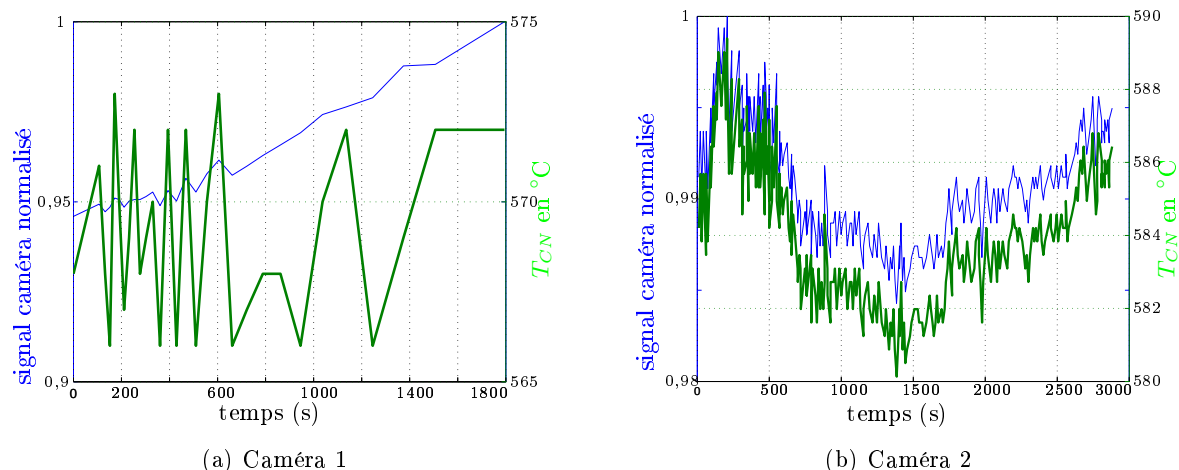


FIGURE 6.4 – Comparaison des courbes de température du CN et du signal caméra en UA pour de faibles variations de la température du CN

ment la courbe de température du CN avec une dérive moyenne du signal est inférieure à 2%. En revanche, la caméra 1 présente une augmentation de signal importante avec la température du four. En se basant sur le signal recueilli sur la figure 6.3, une variation de la température du CN de 5°C correspond à une variation de signal de 2 UA. En considérant que l'évolution du signal avec la température est linéaire, même si on sait qu'elle serait plus proche de T^4 , la dérive du signal de la caméra 1 lorsque le four chauffe de 12 UA, sur les valeurs non normalisées correspondant à l'essai non présentées ici, serait équivalente à une variation de température de 30°C ce qui est inacceptable pour nos mesures. Une précision semble nécessaire concernant la caméra 2 : le bruit présent sur le signal est de l'ordre de 25 UA ce qui équivaut à environ 3°C. Nous tenons à préciser que la fréquence d'échantillonnage du signal est très élevée, la température du CN oscille de manière importante et ce bruit suit le « bruit » du CN. D'autre part pour la caméra 1 nous ne pouvons pas évaluer le niveau de bruit du fait que l'acquisition a été réalisée « à la main ». À l'issue de ces essais comparatifs, la caméra 2 a été retenue essentiellement pour cette question de stabilité.

6.3.1.2 Descriptif détaillé de la caméra choisie

La caméra choisie au vu des essais réalisés est une caméra Electrophysics PV320L présentée sur la figure 6.5.



FIGURE 6.5 – Photo de la caméra IR choisie

Elle est constituée d'un capteur pyroélectrique maintenu à sa température de fonctionnement

optimale grâce à un module Peltier. La matrice céramique est constituée de 320×240 pixels de $48,5 \mu\text{m}$ de côté. Très compacte avec ses $140 \times 114 \times 114 \text{ mm}^3$ et ses 1,2 kg elle est d'autant plus adaptée à la mesure qu'elle supporte une température environnante pouvant atteindre 50°C . Elle a été commandée avec deux objectifs :

- le premier de 35 mm qui est caractérisé par un angle d'ouverture de 25° par 19° ,
- le second de 50 mm est pourvu d'un diaphragme et possède un angle d'ouverture de 18° par 13° .

Elle se connecte en USB 2.0 à un ordinateur pour permettre l'acquisition et l'affichage en temps réel des mesures au travers d'un logiciel dédié fourni avec la caméra.

La fiche technique de l'appareil ainsi que sa courbe de sensibilité établie par le constructeur sont disponibles sur le site de celui-ci (<http://www.electrophysics.com>) ou dans le rapport interne du laboratoire.

6.3.2 Mesure du déplacement transverse

Le système retenu dans cette étude a été développé par le CRITT HOLO3 (Klein *et al.*, 2004), centre de transfert de technologie spécialisé dans les techniques optiques et d'imagerie, www.holo3.com. La mise en œuvre de cette méthode à haute température et de surcroît sur de verre constitue une première qui a nécessité une collaboration étroite avec Holo3 et des modifications de la méthode qui seront abordées ultérieurement. Ainsi, nous décrirons dans un premier temps le principe général de la mesure, le calibrage, puis le déroulement d'une mesure, avant de présenter les premiers résultats.

6.3.2.1 Principe

La mesure du déplacement transverse est réalisée de manière indirecte¹ grâce à l'utilisation des propriétés de la lumière structurée. Un réseau optique, composé d'une alternance de lignes blanches et noires parallèles est projeté sur l'objet étudié et observé par une caméra. Lorsque l'objet se déforme, le réseau observé (sur l'image prise par la caméra) subit également une déformation. Celle-ci dans le plan image peut être exprimée sous forme d'un déphasage. Pour quantifier ce déphasage, deux méthodes peuvent être mises en place : l'étude des variations de fréquences des deux signaux l'un par rapport à l'autre (qui emploie les Transformées de Fourier) et le décalage de phase.

Le système se décompose en deux parties, un vidéoprojecteur et une caméra CCD (fig. 7.8) reliés à un ordinateur pour l'acquisition et le traitement du signal. Le vidéoprojecteur forme l'image d'un réseau optique sur la plaque de verre étudiée. Cette image doit se former sur la face supérieure du verre pour être captée par la caméra CCD. Il est donc nécessaire que la surface soit diffusante pour permettre l'observation du signal par le capteur CCD de la caméra, tout en conservant le contraste du réseau. Or ce n'est naturellement pas le cas pour le verre « float » puisque le verre est transparent. Ainsi, afin de rendre la surface supérieure du verre observable, elle est recouverte d'une fine couche uniforme d'oxydes minéraux blancs vaporisés au moyen d'un aérosol à base d'alcool isopropylique. Notons dès lors que cette même base servira pour la mesure en trois dimensions, le mouchetis étant réalisé avec la peinture haute température de chez AREMCO PRODUCTS, INC.

6.3.2.2 Mesure

La méthode choisie est le décalage de phase pour sa précision et sa simplicité de mise en œuvre (Klein *et al.*, 2004) ; par contre elle présente l'inconvénient de nécessiter un temps d'acquisition de

¹Cela signifie ici que le système ne produit pas un résultat en mètre mais une phase, le résultat en mètre est obtenu après calibrage.

l'ordre de 4s selon la précision attendue. En effet, elle utilise plusieurs réseaux différents, chacun décalé quatre fois lors de la projection.

Nous noterons (x, y) les coordonnées pixel et (X, Y, Z) les coordonnées métriques. Pour réaliser la mesure, on projette un réseau sinusoïdal. L'intensité lumineuse, mesurée par le capteur CCD en chaque point de l'image de l'objet (pixel (x, y)), est également sinusoïdale et s'écrit :

$$I(x, y) = I_0(x, y) (1 + m(x, y) \cos(\phi(x, y))) \quad (6.2)$$

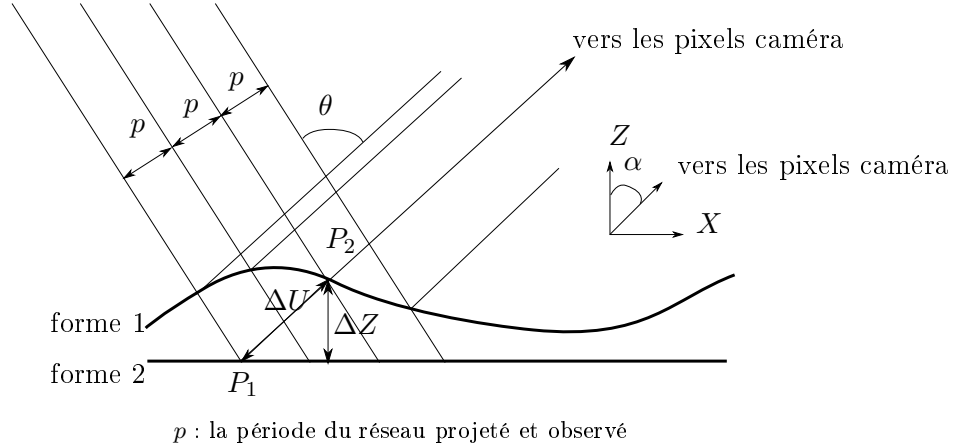


FIGURE 6.6 – Relation entre la phase ϕ et le déplacement en z

Les trois inconnues sont I_0 l'intensité moyenne, m le contraste des franges (qui dépendent tous deux du système de projection et du matériau observé) et ϕ la phase. Celle-ci dépend de $Z(x, y)$ puisque le chemin optique parcouru par le rayon vu par la caméra en dépend lui aussi et nous donne une mesure relative du déplacement, la phase n'étant connue dans l'absolu qu'à $[2\pi]$ près.

Si le pas du réseau est constant, on obtient la relation :

$$\Delta\phi(x, y) = 2\pi \frac{\Delta U}{p / \sin \theta} \quad (6.3)$$

avec p la période **constante** du réseau projeté et observé. On réalise une mesure de forme à chaque acquisition ou « instant » ; celle-ci nous donne les trois coordonnées de chaque point de la plaque vue par le capteur CCD et on peut, par comparaison d'une forme à l'autre, déduire le déplacement transverse en Z en supposant que les déplacements dans le plan (x, y) sont négligeables. En effet, on obtient :

$$Z(P_1) - Z(P_2) = \Delta Z = \Delta U \cos \alpha \quad (6.4)$$

P_1 et P_2 sont deux points vus par le même pixel caméra (x, y) et qui de fait ont des coordonnées métriques différentes $(X_1, Y_1; X_2, Z_2)$. En utilisant les deux relations précédentes il découle :

$$\Delta\phi(x, y) = \Delta Z \frac{2\pi \sin \theta}{p \cos \alpha} \quad (6.5)$$

Cette relation permet de relier le déplacement d'un point à la phase mesurée mais elle n'est vraie que pour un pas p constant. Or, ce pas n'est pas constant dans notre cas puisque la projection se fait dans un cône centré sur l'axe optique du vidéoprojecteur et ces relations ne sont pas utilisables dans notre cas. En effet, considérons ce cône de projection, que l'on se place dans le cas idéal où le plan de mesure est perpendiculaire à l'axe du cône ou dans un cas plus réaliste où il ne l'est pas, p ne sera pas constant entre deux plans parallèles. Il en sera de même pour α et

θ . Aussi la fonction qui permet de passer de ΔZ à $\Delta\Phi$ et réciproquement, que nous appellerons la fonction de transfert, ne sera pas obtenu par la relation précédente mais grâce à un calibrage qui consiste à projeter les franges sur un plan blanc placé à différentes hauteurs connues et ainsi pouvoir relier la phase mesurée à l'altitude du plan qui est connue.

Pour déterminer la variation de phase de manière précise en s'affranchissant du $[2\pi]$, il faut identifier ces trois inconnues (I_0 , m et ϕ) de la relation (6.2), nous allons donc créer un système de trois équations par l'introduction d'un déphasage connu (ϕ_i , $i = 1, n$ et $n \geq 3$), encore appelé décalage, pour chaque réseau :

$$I_i(x, y) = I_0(x, y)(1 + m(x, y) \cos(\phi(x, y) + \phi_i)) \quad (6.6)$$

Pour calculer ϕ , plusieurs algorithmes existent et le nombre n de décalages peut varier. Notre mesure est basée sur **quatre décalages**, soit $\phi_i = \frac{\pi}{2}(i - 1)$ qui constituent un bon compromis entre le temps d'acquisition et la précision de la mesure. On obtient alors la relation (cf. Kreis (1996) pour plus de détails) :

$$\phi(x, y) = \arctan \frac{I_4(x, y) - I_2(x, y)}{I_1(x, y) - I_3(x, y)} \quad (6.7)$$

Les propriétés de la fonction arctan sont telles que la phase, définie ci-dessus, est calculée à $[\pi]$ près. En réalité, le logiciel de projection de franges FA4 se base sur une fonction plus complexe que celle-ci ayant deux arguments (ici $I_4(x, y) - I_2(x, y)$ et $I_1(x, y) - I_3(x, y)$) et qui donne un angle à $[2\pi]$ près. Ainsi pour chaque réseau on obtient une information $\phi(x, y)$ à $[2\pi]$ près. Ensuite, une étape de démodulation permet de s'affranchir des discontinuités de phases et donc d'accéder à la phase unique. On projette successivement des réseaux avec des périodes de plus en plus faibles (réseau de plus en plus serré) et on détermine la phase pour chacun d'eux selon le principe énoncé précédemment. Le premier réseau, le plus large, s'étend de 0 à 2π sur tout le champ projeté, il permet ainsi d'accéder à une phase unique puisqu'il n'est pas modulé. Ensuite, des réseaux plus serrés sont projetés ; le ratio d'un réseau à l'autre est en général de 4 qui correspond à un bon compromis entre temps et bruit de mesure. Avec un réseau plus serré, un saut de phase apparaît au milieu du champ correspondant à la modulation de la phase mais cette étape permet de diminuer l'incertitude de mesure à chaque réseau. Les différentes étapes de la mesure sont reprises sur la figure 6.7.

La mesure de forme produit un triplet de coordonnées métriques X, Y, Z pour chaque pixel (x, y) . En effectuant deux mesures de formes consécutives on obtient deux triplets : $(X_1(x, y), Y_1(x, y), Z_1(x, y))$ et $(X_2(x, y), Y_2(x, y), Z_2(x, y))$. Ainsi le même pixel caméra voit deux points physiques différents. Pour pouvoir exploiter cette mesure dans le cas qui nous intéresse, nous nous sommes placés dans un cas particulier. La plaque de verre étudiée est placée de telle sorte que chaque point de sa surface supérieure est à une altitude $Z_{\text{réf}}$ constante. Ainsi pour chaque forme mesurée, en soustrayant la forme initiale nous connaissons le déplacement verticale transverse d'un point entre l'état initial et l'instant considéré mais il nous est impossible en l'état actuel des choses d'accéder au déplacement entre deux instants quelconques. Une hypothèse sous-jacente à l'exploitation de nos mesures est que le plan $(X(x, y), Y(x, y))$ ne subit pas de rotation.

6.3.2.3 Calibrage

La comparaison à deux instants successifs des coordonnées Z de la forme, pour un couple (x, y) nous donne le déplacement transverse. Ce traitement est réalisé sous un logiciel dédié mais la méthode décrite ci-dessus nécessite un étalonnage préalable permettant de faire correspondre à un pixel de la caméra et à une phase donnés, une ordonnée Z .

Le calibrage est réalisé en déplaçant une mire dans le champ vertical de mesure comportant un motif représenté sur la figure 6.8. Plusieurs positions connues (à 10^{-2} mm près) sont choisies

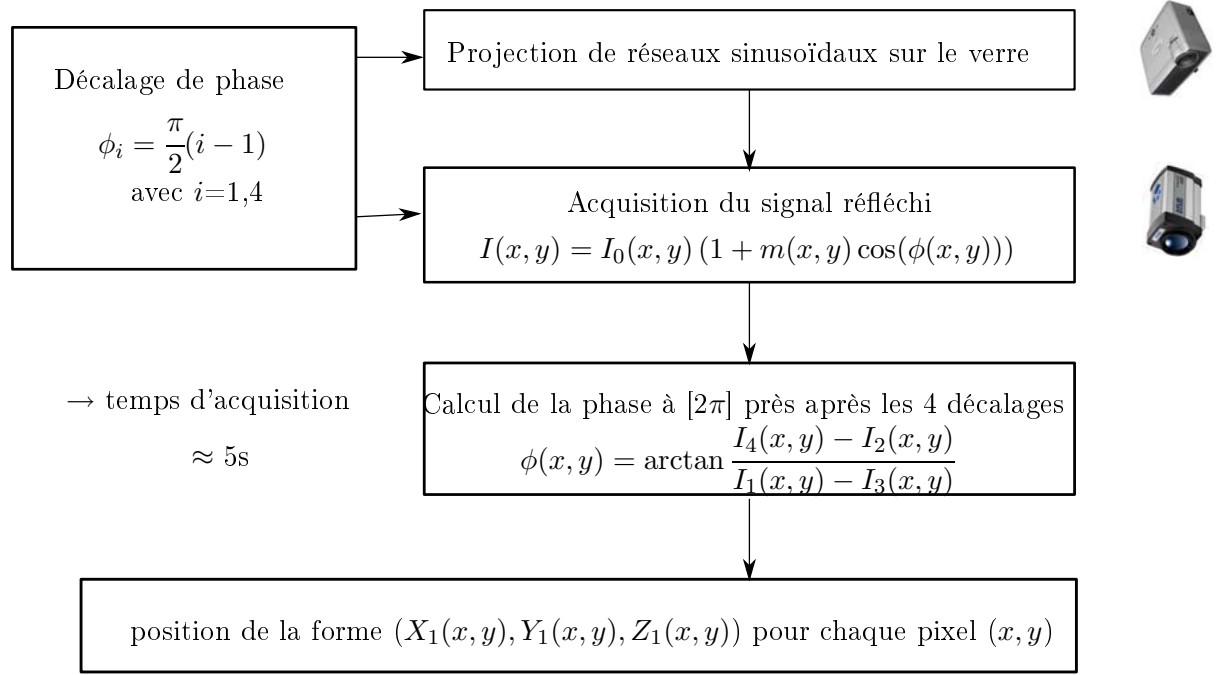


FIGURE 6.7 – Étapes de réalisation d'une mesure de déplacement transverse

sur toute l'amplitude verticale de mesure : position minimum, maximum et au minimum une position intermédiaire, nous avons choisi de prendre 3 positions intermédiaires. Le déplacement vertical de la mire lors du calibrage doit être exempt de toute rotation ou déplacement dans le plan (X, Y) .

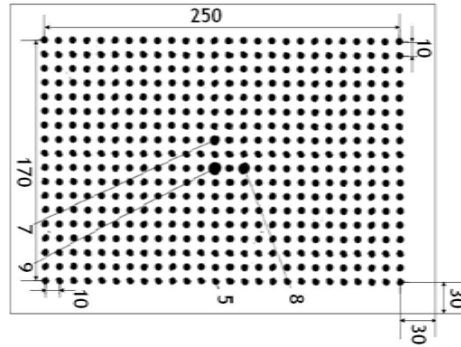


FIGURE 6.8 – Le motif de la mire de calibrage pour la mesure de déplacement transverse - cotes en mm

Il s'agit d'établir la relation ou fonction de transfert entre l'altitude $Z(x,y)$ et la phase $\phi(x,y)$ pour chaque pixel; la projection des réseaux sur un plan blanc permet d'établir cette correspondance. De plus, pour chacune des positions Z de la mire (qui doivent être connues de façon précise), le motif permet de définir : un repère local à partir de points tels que : $X(x,y,Z)$ et $Y(x,y,Z)$. La position de la mire lors du calibrage permet donc de définir parfaitement le repère métrique (X, Y, Z) .

Ainsi, on obtient comme résultats $(X(x,y,\phi(x,y)), Y(x,y,\phi(x,y)), Z(x,y,\phi(x,y)))$ grâce à la fonction de transfert entre $Z(x,y)$ et $\phi(x,y)$. Notons que les coordonnées sont exprimées dans un repère local qui est le repère de la mire et que les fonctions de transfert établies par le calibrage intègrent les aberrations optiques de la caméra.

6.3.3 Mesure de déplacement 3D

La corrélation d'images, abordée précédemment permet de faire un suivi lagrangien de particules et ainsi donner une information sur la position d'un point dans le plan (x, y) . La corrélation d'images permet en réalité de suivre chaque tache du moucheti; elle établit le chemin parcouru par un point sur la matrice caméra.

La mesure par triangulation ou mesure par projection de franges permet de mesurer la forme d'un objet tridimensionnel. La forme mesurée va être représentée par une série de points dont les coordonnées tridimensionnelles (position dans l'espace exprimée dans un référentiel local) sont connues. La mesure de déplacement requiert l'acquisition de la forme d'un objet dans deux états différents, ainsi que l'identification de points de l'objet. L'hypothèse faite dans notre application de la méthode de projection de franges est que le plan (X, Y) ne subit aucune rotation et que les déplacements dans ce plan sont négligeables entre deux mesures de forme. Celle-ci nous permet de calculer un dZ . La corrélation d'images permet de s'affranchir de cette hypothèse. Grâce à son couplage avec la projection de franges on peut comparer les 3 coordonnées de points du mouchetis entre deux états de l'objet. Ainsi, soit un point P du mouchetis qui passe d'un état 1 à un état 2. À l'état 1, le point P est vu par un pixel (x_1, y_1) et ses coordonnées sont $(X_1(x_1, y_1), Y_1(x_1, y_1), Z_1(x_1, y_1))$; avec le changement de forme, le point P est vu par un pixel (x_2, y_2) et ses coordonnées sont $(X_2(x_2, y_2), Y_2(x_2, y_2), Z_2(x_2, y_2))$. Connaissant l'ensemble de ces informations, on déduit le déplacement du point P par la différence de position entre les états 1 et 2 : $dX = X_1 - X_2$; $dY = Y_1 - Y_2$ et $dZ = Z_1 - Z_2$.

6.4 Conclusion

Ce chapitre a permis de décrire les outils qui sont à la base du banc expérimental. L'élément central est un four de thermoformage électrique à chauffage radiant par le haut. La mesure de température plein champ et sans contact est assurée par une caméra IR Electrophysics PV320L et un filtre passe-bande dit de Christiansen autour de $7,8\mu\text{m}$ qui permet de ramener le comportement radiatif du verre à celui d'un corps noir. La mesure de déplacement se fait par projection de franges pour ce qui est du déplacement transverse ou vertical. Cette mesure est réalisée en deux étapes : le calibrage et la mesure de phase après avoir recouvert la face supérieure du verre d'oxyde blanc diffusant la lumière visible. Cette méthode sera complétée à court terme par la corrélation d'images qui permettra de quantifier le déplacement dans le plan image (x, y) après avoir réalisé un mouchetis sur la surface du verre réalisée avec de la peinture haute température déposée aléatoirement sur une couche uniforme d'oxyde diffusant. Malheureusement, l'algorithme qui permet la mesure est encore en développement par Holo3 en collaboration avec l'ENS Cachan, aussi il ne sera pas mis en place dans le cadre de cette thèse; nous nous contenterons donc ici d'évaluer le déplacement d'un point relativement à sa position initiale.

Ayant identifié les trois principaux éléments qui vont constituer le banc expérimental, nous allons dans le chapitre suivant nous attacher à décrire en détails les modifications, les éléments supplémentaires ainsi que la caractérisation du four et des instruments de mesure.

Chapitre 7

Description du banc expérimental

Le banc expérimental permettant l'étude du thermoformage d'une plaque de verre a été réalisé autour d'un four de thermoformage à partir des techniques de mesure de température et de déplacement sans contact décrites au chapitre précédent. Ce chapitre décrit donc le banc expérimental dans son ensemble en détaillant chaque élément, les modifications apportées au four et aux méthodes de mesures, les éléments supplémentaires conçus pour permettre les mesures. Enfin, des mesures de caractérisation du four modifié et de la caméra ont été réalisées afin de connaître leur comportement et de permettre à terme une exploitation des mesures.

7.1 Four modifié

Parmi les différents modèles et constructeurs existant sur le marché, la société Enitherm ¹ a été choisie pour sa flexibilité concernant les modifications à apporter au four. Il s'agit du modèle FC75, présenté sur la figure 7.1 dont la sole mesure 500×500 mm².

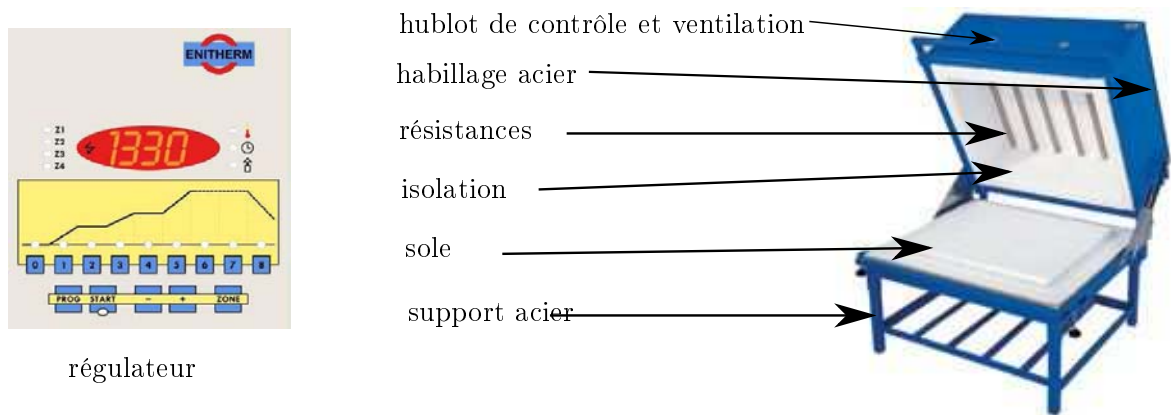


FIGURE 7.1 – Le four standard FC75

Il se compose d'un support et d'un habillage en acier, le four lui même est en fibre hydro-soluble 607HTC, matériau réfractaire normalisé. Les dimensions indiquées sont basées sur le standard Enitherm, la hauteur a été portée à 450 mm (distance sole-résistances) pour permettre un champ de mesure optique plus important. Ceci implique notamment une puissance électrique plus importante qui a été portée à 6 kW et une modification du châssis pour garantir sa stabilité. Le tableau 7.1 résume les caractéristiques du four.

¹Société ENITHERM Rue des papeteries 25960 DELUZ

Modèle	FCBF126
Puissance	6kW
Tension	230 V 50 Hz
Intensité	27 A
Température max	1050 °C
Dimensions internes	500×500×450 mm ³
Encombrement (larg.×pfd.×ht)	960×1000×1260 mm ³

TABLEAU 7.1 – Caractéristiques techniques du four ENITHERM

Comme cela a déjà été évoqué, les mesures de champs de température et déplacement étant basées sur des méthodes optiques, des ouvertures ont été créées dans le four. Il a alors fallu trouver des solutions techniques permettant de minimiser les pertes thermiques et l'atténuation du signal. Dans un premier temps, les éléments de chauffe, au nombre de six, sont regroupés en deux fois trois résistances en Kantal². Le groupe se compose donc de trois résistances fixées à la paroi supérieure du four (la voûte), placées parallèlement à la face frontale du four à 60 mm l'une de l'autre comme le montre la figure 7.2(d). L'espace entre les deux groupes de résistance est de 120 mm.



(a) Modification de la sole - vue du dessus



(b) Modification de la sole - vue du dessous



(c) Modification de la voûte - vue du dessus



(d) Modification de la voûte - vue du dessous

FIGURE 7.2 – Le four modifié

Pour permettre les mesures optiques, la cloche a été percée, sur toute l'épaisseur de la voûte (capot en tôle et réfractaire), de trois ouvertures de 101 mm de diamètre (figures 7.2(c) et 7.2(d)). Cette cote correspond au diamètre maximum accepté par le fournisseur pour garantir la stabilité mécanique de la voûte tout en permettant de conserver les six résistances nécessaires au chauffage.

²alliage de Fer, Chrome, Aluminium

Afin d'éviter l'effet de cheminée, qui pourrait apparaître par convection, et limiter les pertes thermiques, des lames sont placées dans les trois perçages qui permettent les mesures. Elles sont transparentes dans le visible et l'infrarouge respectivement pour les mesures mécanique et thermique comme cela sera développé dans le paragraphe suivant. Il a donc fallu mettre au point un système de hublot compatible mécaniquement et thermiquement avec la fibre réfractaire et atténuant le moins possible le signal optique mesuré. De plus, ils doivent converger vers la même zone afin d'obtenir les informations sur les mêmes champs géométriques.

D'autre part, un trou de diamètre 50mm (figures 7.2(a) et 7.2(b)) et un bouchon ont été également prévus dans la sole pour permettre le déplacement de la mire et donc le calibrage du système de mesure de déplacement transverse qui sera décrit ultérieurement. Les hublots latéraux de ventilation et surveillance de 4cm de diamètre en moyenne, généralement existants sur ce type de four, ont été supprimés afin de ne pas accroître davantage les pertes thermiques.

7.2 Hublots et fenêtres de mesure

Le matériau qui constitue les hublots (figure 7.3), la Monalite 1A®, est constitué de silicate de calcium qui est une céramique technique (se reporter au rapport interne ou au site du fournisseur <http://www.eurosil.com> pour plus de détails). Elle est compatible mécaniquement et thermiquement avec la fibre hydrosoluble et présente un faible coefficient de dilatation ($6,2 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$), une bonne résistance mécanique, une faible conductivité et est facilement usinable.

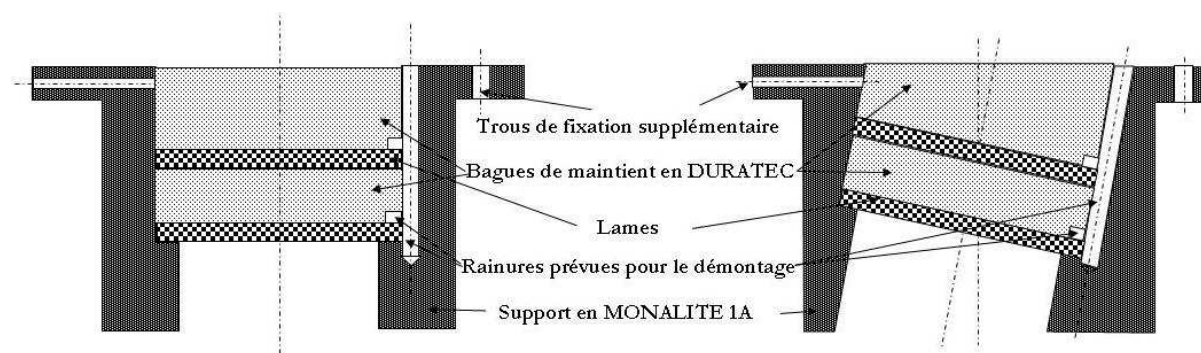


FIGURE 7.3 – Schéma des hublots

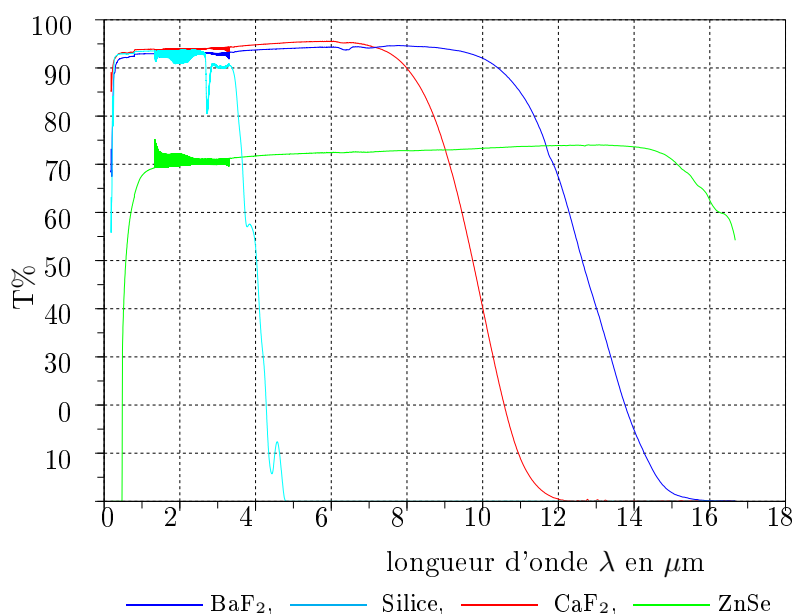
Des lames, transparentes dans l'IR pour la mesure en température et dans le visible pour la mesure de déplacement transverse, sont placées dans la pièce pour former un multiple vitrage. La difficulté technique réside dans la conception du système. Il doit être facile à mettre en place et à démonter, suffisamment maintenu pour ne pas sortir à l'ouverture du capot (le four s'ouvrant par le haut). Les lames doivent pouvoir être changées et nettoyées. Enfin le tout doit tenir en température et ne pas trop atténuer le signal. La solution technique choisie est présentée sur la figure 7.3. Elle se compose d'un cylindre de Monalite 1A® usiné pour former le manchon, des bagues en Duratec (céramique réfractaire compatible) viennent s'intercaler entre les lames pour maintenir l'ensemble et permettre ce multiple vitrage.

Les lames sont donc adaptées au signal mesuré : pour les mesures effectuées dans le visible la silice anhydre cristallisée (ou quartz) est, comme le montrent les courbes de transmission de la figure 7.4, parfaitement adaptée. En effet, en plus de sa très bonne résistance aux températures de travail, elle est transparente dans le visible et constitue, au contraire, **un filtre au rayonnement infrarouge** qui permet de protéger, dans une certaine mesure, les capteurs et instruments de mesure de déplacement transverse. Pour les mesures dans l'infrarouge, plusieurs matériaux ont été choisis : BaF_2 , CaF_2 et ZnSe . Chacun d'eux présente une bande de transmission et un comportement à haute température différent. La figure 7.4 représente les coefficients de trans-

mission des différentes lames en fonction de la longueur d'onde et le tableau 7.2 récapitule les avantages et inconvénients de chacune des lames.

Lame	ZnSe	CaF ₂	BaF ₂
Température max d'utilisation	$> 1000^{\circ}C$	$< 600^{\circ}C$	$< 500^{\circ}C$
Transmission max T%	$\approx 72\%$	$\approx 92\%$	$\approx 92\%$
Réflexion R%	$\approx 28\%$	$\approx 4\%$	$\approx 8\%$

TABLEAU 7.2 – Récapitulatif des caractéristiques des lames

FIGURE 7.4 – Coefficient de transmission T% de la silice, de ZnSe, BaF₂ et CaF₂ en fonction de la longueur d'onde en μm

La figure 7.4 montre qu'un compromis devra être trouvé entre coefficient de transmission et température d'utilisation. Les lames de ZnSe et BaF₂ sont les deux solutions retenues, l'une pour sa tenue en température et l'autre pour sa bande passante. La fenêtre ZnSe est utilisée pour fermer le hublot : sa tenue en température et sa faible absorption dans la bande de longueur d'onde de Christiansen sont les deux arguments clef. Par contre sa transparence jusqu'à environ 20 μm tout comme le filtre passe-bande de Christiansen (au delà de 12 μm, cf. figure 7.5) peut entraîner un rayonnement parasitant la mesure IR. La fenêtre BaF₂ est donc utilisée comme filtre supplémentaire au delà de 10 μm, placée juste devant l'objectif de la caméra elle restera « froide », donc n'émettra pas.

Enfin l'émission propre du verre et de l'environnement risquent d'influer sur les signaux optiques mesurés dans le visible, et la chaleur dégagée par le procédé risquent d'endommager les instruments de mesure. Différents filtres optiques³ ont donc été prévus pour atténuer au maximum le rayonnement infrarouge et ainsi protéger les capteurs du système de mesure de déplacement, comme le montre la figure 7.6 sur laquelle les courbes de transmission (réalisées au laboratoire) de ces filtres sont représentées. Le lecteur peut se reporter à l'annexe F qui regroupe les données fabricant concernant ces filtres.

³produits par SCHOTT France SAS 8, Rue Fournier 92110 Clichy France tél : +33 (0)1 40 87 39 00 Fax : +33 (0)1 42 70 73 22 www.schott.com

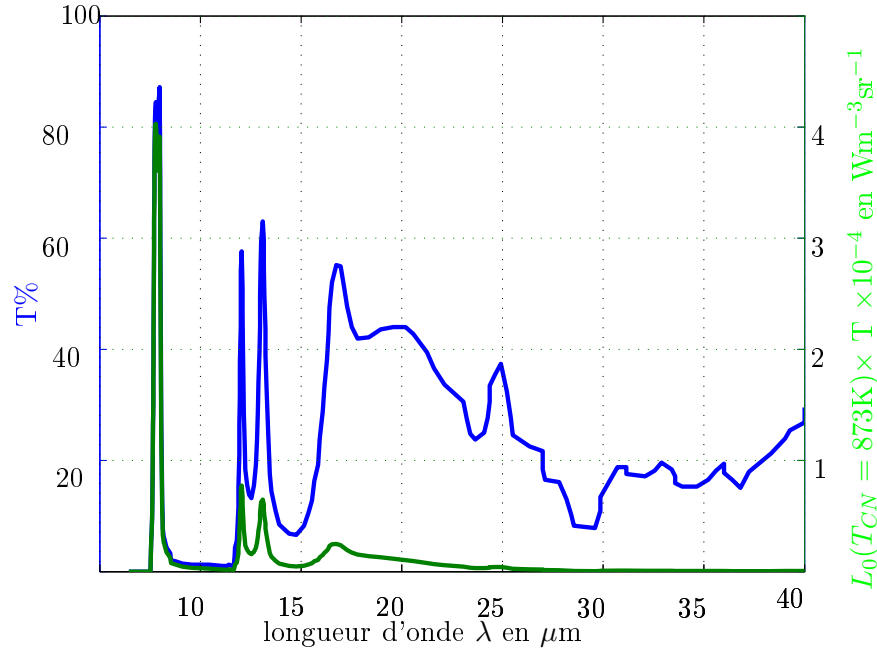


FIGURE 7.5 – Coefficient de transmission T% et luminance du corps noir transmise au travers du filtre passe bande en fonction de la longueur d'onde en μm

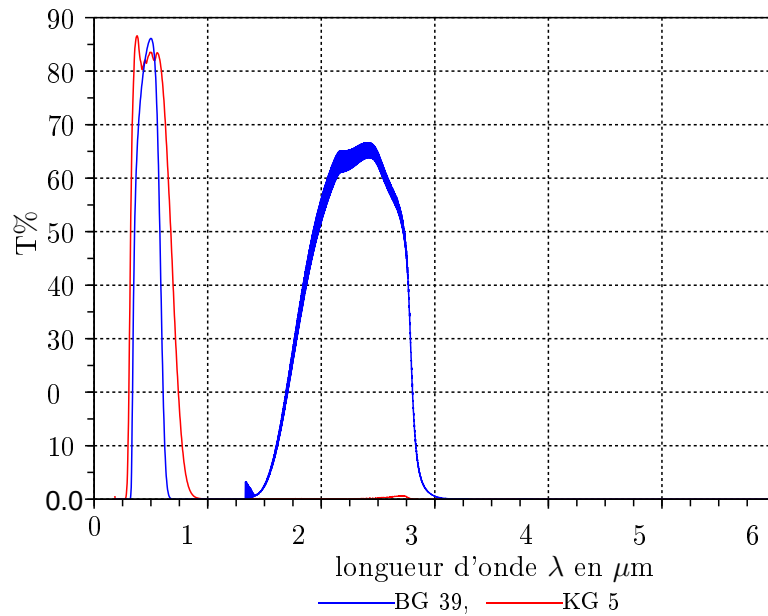


FIGURE 7.6 – Coefficient de transmission T% des filtres optiques en fonction de la longueur d'onde en μm

7.3 Support des instruments

Pour supporter les instruments de mesure placés au dessus des hublots, un châssis constitué de profilés aluminium a été conçu, il est représenté sur la figure 7.7.

Le champ de mesure dépend de la distance entre les instruments de mesure et la plaque. Il est bien sûr fortement conditionné également par le diamètre du hublot et la distance qui l'en

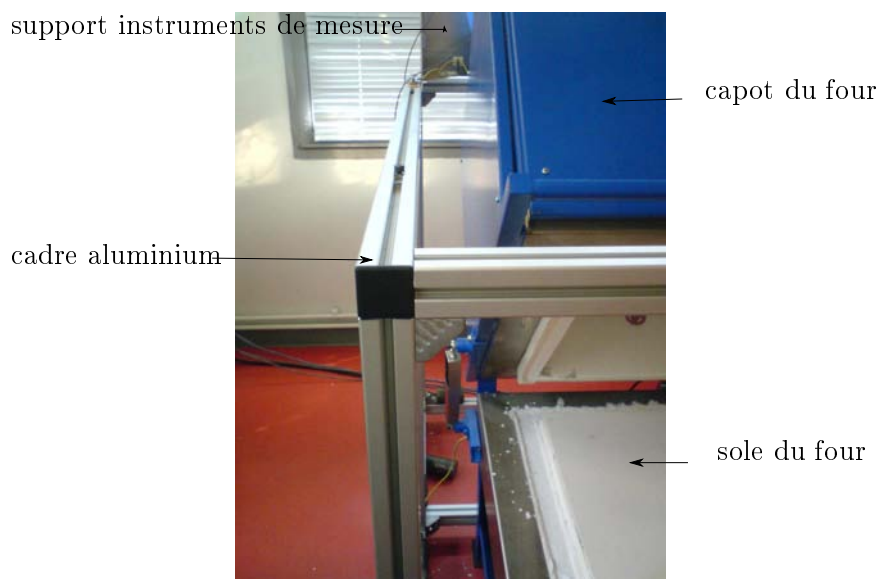


FIGURE 7.7 – Le cadre en profilé aluminium qui sert de châssis

sépare. Pour obtenir une dimension optimale des champs de mesures, les instruments doivent être placés au plus près des hublots. L'ouverture du four se faisant par le haut, il est donc nécessaire de translater les instruments de mesure à chaque ouverture du four tout en pouvant les replacer au même endroit de manière extrêmement précise afin d'éviter les recalibrages.

Un cadre en profilé aluminium a été placé autour du four, ce profilé présente l'avantage de pouvoir servir de rail comme le montre la figure 7.7. Les systèmes de mesures sont placés sur un support en aluminium également. Il s'agit d'une plaque pliée et soudée, il est représenté sur la figure 7.8. Sa translation est assurée par un jeu de patins en polymère (*cf.* figure 7.9) qui glissent dans le rail aluminium constituant le cadre. Le support est solidaire des patins grâce à des vis de fixation. Le positionnement des instruments est assuré par des butées placées dans le rail aluminium et un ensemble vis et molette placé dans les patins de translation permet de fixer le support une fois positionné.

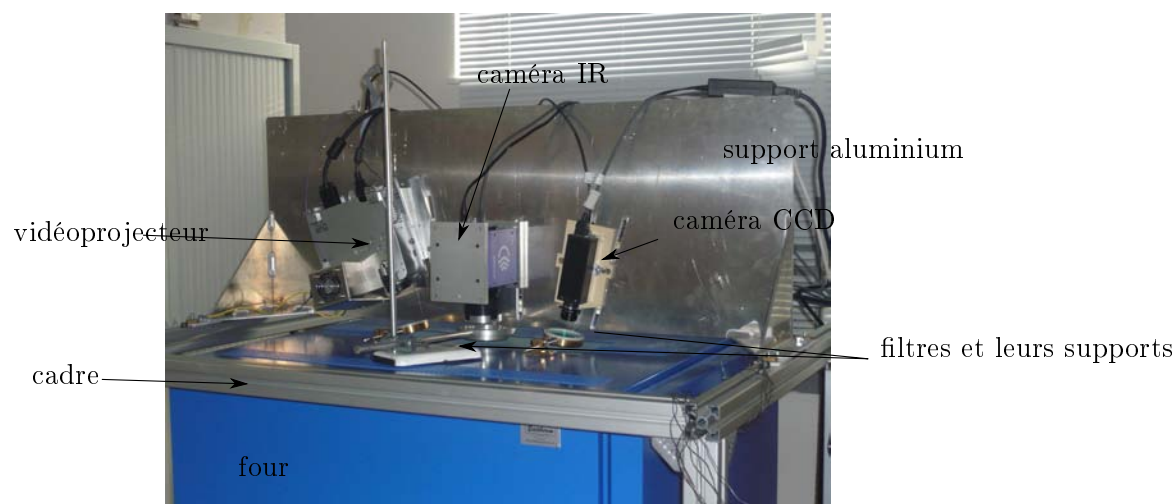


FIGURE 7.8 – Support des instruments de mesures

Afin d'optimiser le positionnement des appareils de mesure, des glissières ont été réalisées dans la plaque aluminium qui les supporte. Celles-ci permettent de translater les instruments et ainsi optimiser le champ de mesure au travers des hublots.

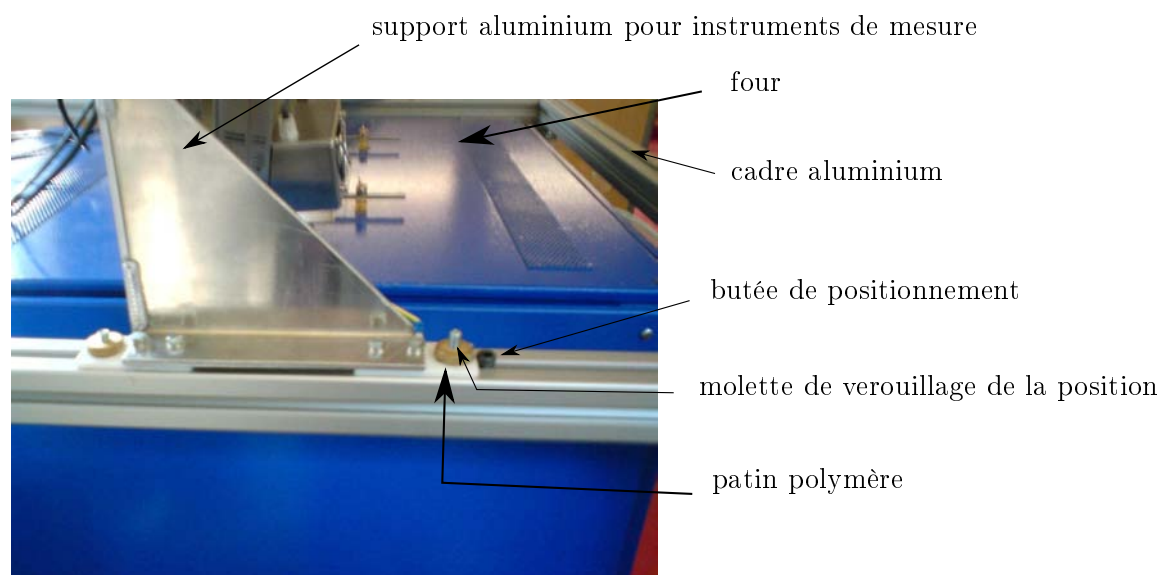


FIGURE 7.9 – Le système de déplacement de l'ensemble des instruments de mesure

7.3.1 Mire de calibrage et support

Le calibrage nécessite de placer les mires en plusieurs positions connues, et la température à l'intérieur du four ne permet pas de déplacer la mire manuellement ; un trou dans la sole a donc été prévu pour permettre cette opération.

L'hypothèse faite au départ est que les variations de température à l'intérieur du four influent de manière importante sur la mesure par exemple au travers de modifications de l'indice de l'air. Ainsi il est nécessaire *a priori* de réaliser le calibrage à différentes températures, à partir des rapports de calibrage et de mesures de référence.

Il a donc fallu mettre en place plusieurs solutions techniques : réaliser une mire qui tienne en température, et un système de déplacement dans le four fermé chaud et enfin, adapter la méthode de calibrage.

L'autre difficulté réside dans les matériaux constituant la mire et son support : ils doivent tenir en température, avec un coefficient de dilatation très faible et similaire pour ne pas entacher les mesures d'erreur intrinsèque. Le motif de la mire doit également présenter un contraste adapté à la mesure (fond clair, motifs foncés). Ces éléments ont nécessité une réelle étude pour le choix des matériaux, la technique de réalisation du motif, la conception etc...

Les matériaux réfractaires qui ont été choisis comme fond (ou matrice), pour leur couleur claire adaptée aussi bien du point de vue optique, que thermique sont l'alumine et le silicate de calcium (composant principal de la Monalite 1A®). La matrice d'alumine n'a pas donné de résultats probants : en plus de son coût élevé, le contraste avec les points foncés était médiocre après cuisson et la diffusion du ciment très importante ; le silicate de calcium a donc été choisi comme matrice et a fait l'objet d'essais complémentaires. Le tableau 7.3 résume les différents essais de mire réalisés.

Une fois la mire réalisée, cf. figure 7.10, il a fallu prévoir un système de déplacement de celle-ci dans le four fermé chaud. Le réfractaire et la Monalite 1A® en particulier s'est imposé comme le matériau le mieux adapté pour supporter la mire : peu conducteur, résistant, collable et usinable. De plus il n'y a pas de question à se poser pour la compatibilité en déformation thermique avec la mire elle même. Le support choisi est un système de plateau sur un tube cylindrique, présenté sur la figure 7.11(a), fourni par la société Eurosil. Ce dernier est libre de translation au travers du trou réalisé dans la sole, sur une amplitude supérieure à la zone d'étude du formage du verre. Pour quantifier son déplacement de manière précise, il est couplé à un système de mesure linéaire et un afficheur fourni par Heidenhain. Celui-ci est basé sur une mesure optique d'une grande

Matériau constituant les points	Technique	Résultats
ciment céramique à base de graphite	remplissage avec le ciment de trous usinés dans la matrice	avec la température : le ciment s'effrite et rosit, le contraste s'estompe, la matrice vire au rose par diffusion du ciment
pions métalliques usinés	les pions sont entrés mécaniquement en force dans la matrice	défauts de surface et risque de casse de la matrice importants
peintures hautes température noires	dépôt grâce à un pochoir	la peinture ne tient pas à 700°C et/ou difficulté pour reproduire le motif de la mire avec précision
dépôt métallique de surface	vaporisation métallique à l'aide d'un plasma	pas de diffusion, très bon contraste et tenue à 800°C, la friabilité de la matrice limite l'adhérence du dépôt mais ne pose pas de soucis

TABLEAU 7.3 – Récapitulatif des essais pour la réalisation de la mire

précision, cf. <http://www.heidenhain.fr>.

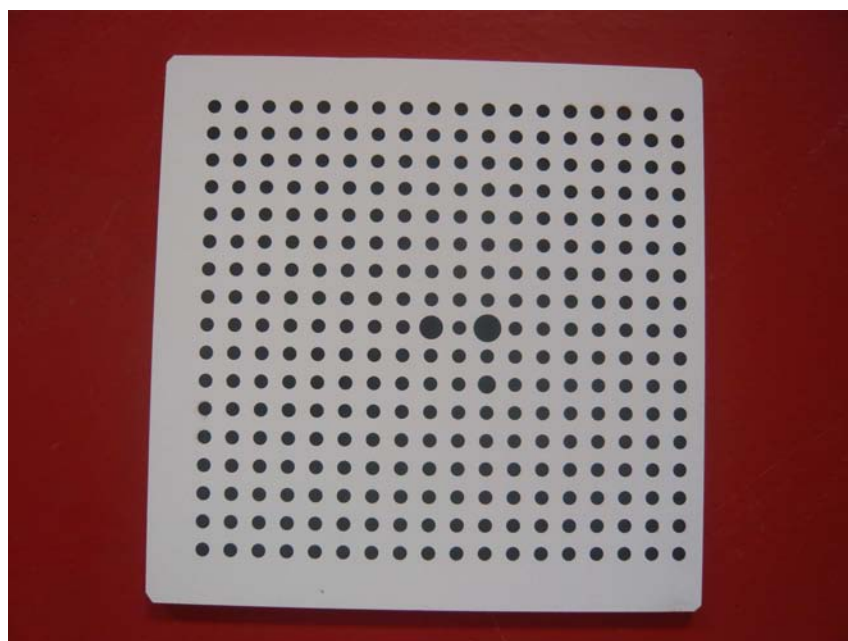


FIGURE 7.10 – La mire en réfractaire

Une équerre fait la liaison mécanique entre la règle et le support de la mire grâce à un système de fixation inox qui lui a été ajouté par collage comme le montre la figure 7.11(b) et la pièce ainsi formée a été collée sur le support présenté sur la figure 7.11(a). Ceci permet aussi d'éviter toute rotation pénalisante pour le calibrage.

Enfin, pour assurer le bon fonctionnement de la règle linéaire, il est nécessaire que la translation soit parfaitement verticale. Aussi, deux pièces ont été ajoutées afin de guider le support réfractaire : un guide en aluminium est fixé sous le four (cf. figure 7.12) et une plaque réfractaire percée est également placée dans le four. Le déplacement est effectué au moyen d'un élévateur



(a) Support céramique simple



cylindre réfractaire

système de fixation inox

(b) Système de fixation inox

FIGURE 7.11 – Support de la mire de calibrage

mécanique sur lequel repose le support réfractaire de la mire et un ressort de rappel permet d'aider à la descente du système.

Le système est solidaire du four pour plus de stabilité et éviter les rotations, grâce à sa fixation une plaque inox elle même fixée sous le four.

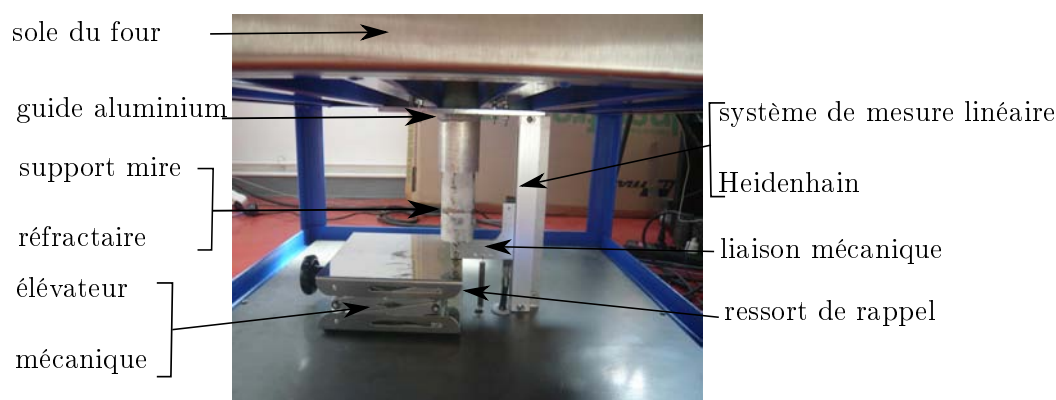


FIGURE 7.12 – Présentation du système complet de déplacement de la mire

7.3.2 Mise en place de la mesure de déplacement transverse

Le calibrage étant maintenant adapté à l'étude, reste un problème majeur pour réaliser la mesure : le verre étant transparent dans le visible, il ne remplit pas les conditions nécessaires aux mesures optiques choisies. Pour ce qui est de la projection de franges, le matériau doit permettre la réflexion diffuse du signal projeté et pour la corrélation d'images il doit présenter un motif aléatoire. Ainsi, afin de rendre la surface supérieure du verre observable, elle est recouverte d'une fine couche uniforme d'oxydes minéraux blancs vaporisés au moyen d'un aérosol à base d'alcool isopropylique. Cette même base servira pour la mesure en trois dimensions, le mouchetis étant réalisé avec la peinture haute température de chez AREMCO PRODUCTS, INC.

Si cette solution est idéale dans le cas de mesures de déplacement par voie optique, l'influence d'un tel revêtement sur la mesure de température est une question importante. Pour y répondre, une campagne de mesure d'émissivité spectrale à température ambiante a été menée. Il s'agit de mesurer le rayonnement diffusé par un échantillon au sein d'une sphère intégrante et ainsi en déduire par comparaison avec une référence, le coefficient de réflexion R en fonction de la longueur

d'onde. Les résultats présentés sur la figure 7.13 ont été réalisées en vaporisant successivement entre deux mesures une couche d'oxyde supplémentaire.

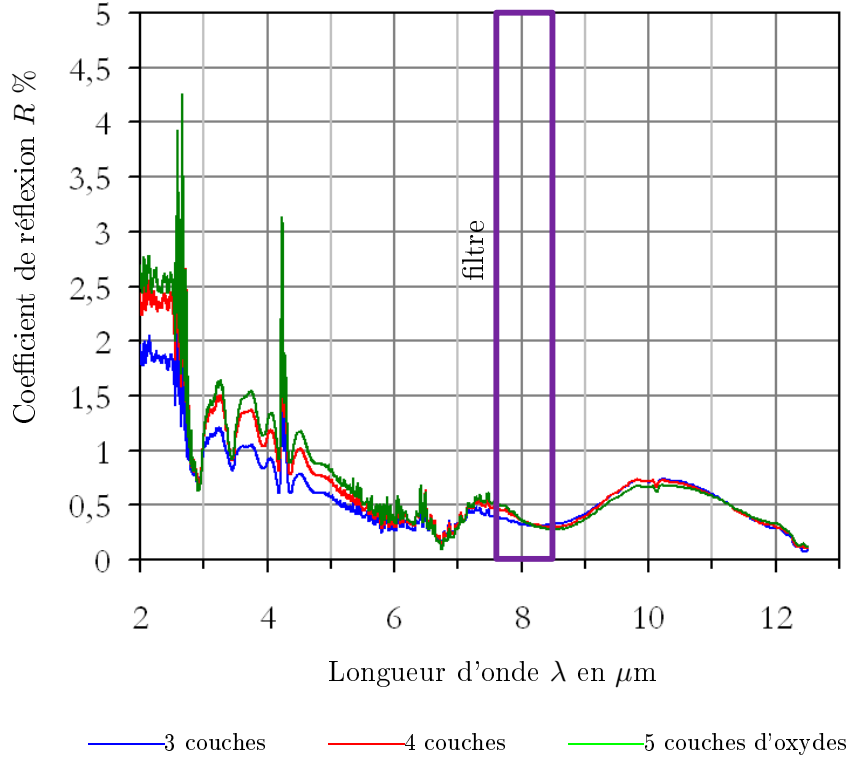


FIGURE 7.13 – Courbes de réflexion du rayonnement IR sur une plaque de verre enduite de plusieurs couches d'oxydes

La zone violette correspond à la bande-passante (élargie) du filtre de Christiansen (cf. figure 7.5) ; dans cette zone on constate que le coefficient de réflexion ne dépasse pas 0,5% en particulier, à la longueur d'onde de Christiansen où de plus, la transmission est nulle. Ainsi d'après la loi de Kirchhoff-Draper (2.4) et la conservation de l'énergie, équation (2.18), il découle que l'émissivité de l'ensemble verre-oxyde, ϵ , sera de l'ordre de 99,5%. Ainsi deux possibilités sont offertes : corriger les valeurs mesurées avec ce coefficient ou faire l'approximation du corps noir. Les mesures et le post-traitement permettront d'évaluer l'importance de ce paramètre sur la sensibilité de la mesure.

Notons que la configuration de notre système de mesure de réflexion directionnelle hémisphérique est telle que la réflexion spéculaire de l'échantillon n'est pas prise en compte. En effet, la géométrie de l'installation et le positionnement de l'échantillon laissent ressortir la réflexion spéculaire.

7.4 Étalonnage du système de mesure du déplacement transverse en fonction de la température

Nous avons réalisé deux essais pour évaluer l'influence de la température du four sur la mesure de déplacement transverse. Pour ce faire, nous avons placé un plan blanc en réfractaire (monalite1A) sur des cales réfractaires à deux hauteurs différentes ($z_{\text{mini}} \approx 8,5\text{mm}$ et $z_{\text{mini}} \approx 85,8\text{mm}$), nous avons soumis le plan réfractaire au même chargement que celui du thermoformage et nous avons effectué des acquisitions de mesures de forme toutes les 30s avec FA4 en relevant la température avec une station d'acquisition Graphtec. Les résultats sont présentés sur la figure 7.14 où la différence entre la cote Z réelle et la cote Z mesurée est représentée en fonction de la

7.4. ÉTALONNAGE DU SYSTÈME DE MESURE DU DÉPLACEMENT TRANSVERSE EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE

température dans le four.

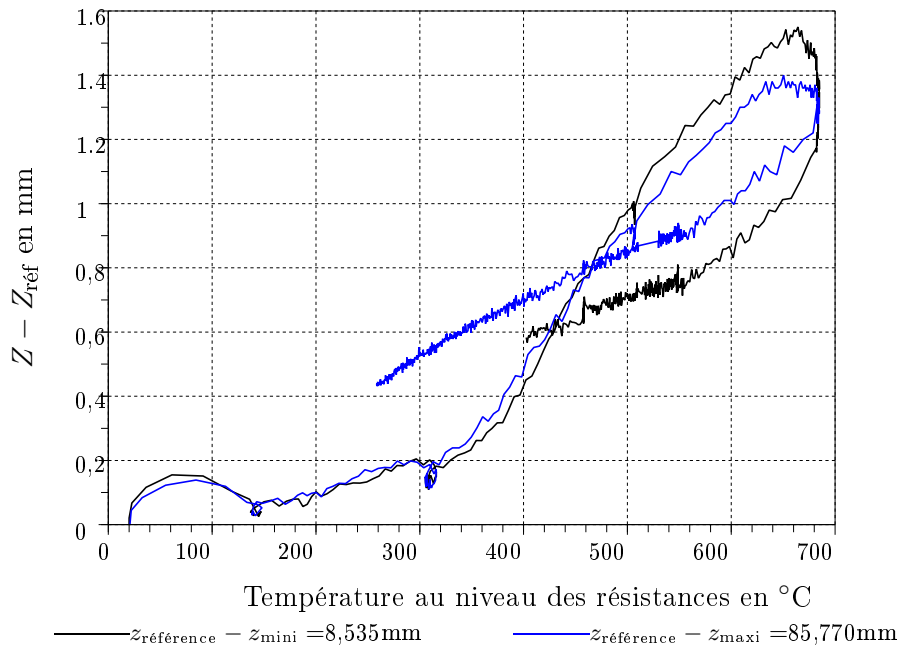


FIGURE 7.14 – Variation de la cote Z avec la température sur un plan fixe

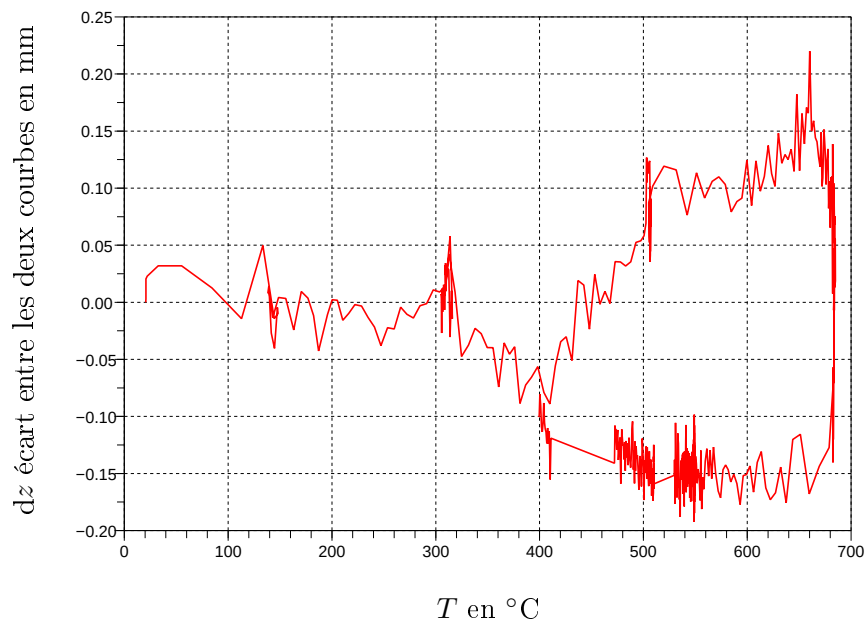


FIGURE 7.15 – Ecart entre les variations de la figure 7.14 aux deux hauteurs z_{mini} et z_{maxi} en fonction de la température

On peut constater plusieurs choses :

1. que l'on soit à la limite haute ou basse du champ vertical de mesure, n'influe quasiment pas sur la valeur, aussi réaliser plusieurs calibrage à différentes hauteurs ne permettra pas de nous affranchir de cette dérive ;
2. les essais présentés ici ont été réalisés lors d'un cycle classique de thermoformage, mais nos résultats sont superposables si nous appliquons comme consigne de température une rampe allant de l'ambiante à 700°C en un temps minimum. La dérive est donc la même que l'on soit en régime stationnaire ou transitoire, ainsi effectuer des paliers d'homogénéisation de température lors du cycle n'est pas la solution ;
3. il semble donc que la dérive soit uniquement dépendante de la température. D'un autre côté les parties de la courbe obtenues respectivement pendant le chauffage et le refroidissement ne se superposent pas.

À ce stade nous ne pouvons que poser les questions suivantes sans avoir aucun élément de réponse :

- le support du système de mesure est soumis à une déformation lors de la mise en route du four (dilatation de plaque aluminium ? rôle des résistances qui s'éteignent et s'allument ?) ;
- les images projetées et réfléchies sont affectées d'une manière ou d'une autre la température ?

Cependant, n'ayant pas la possibilité d'identifier la cause de cette dérive pour le moment, nous avons décidé dans un premier temps de nous appuyer sur ces résultats comme courbes d'étalonnage pour corriger la mesure faite par projection de franges. Cette méthode bien que provisoire induira indubitablement des erreurs expérimentales de mesures mais qui ne devraient pas dépasser 1,5mm valeur maximum de correction sur la figure 7.14. De plus la figure 7.15 représente la différence des deux courbes de la figure 7.14, elle nous indique que le fait d'en choisir une plutôt que l'autre et ce quelque soit la hauteur de l'objet mesuré induit une erreur maximum de 0,2 mm.

7.5 Mesure de température

Avant de l'installer sur le banc de mesure, la caméra a été utilisée avec plusieurs corps noirs afin de pouvoir évaluer le comportement et l'uniformité du capteur pyroélectrique dans le temps et définir la relation entre le signal mesuré par la caméra et la température de corps noir correspondante.

7.5.1 Montage expérimental

Cette étude est réalisée en présence du filtre de Christiansen et des lames de BaF₂ et ZnSe avec trois corps noirs : un corps noir à cavité HGH600N ($T_{\max}=600^{\circ}\text{C}$) et un corps noir à cavité étalonné Mikron Infrared M330E4 dont la gamme de température s'étend de 300 à 1700°C.

La caméra est placée à une distance d'environ 760 mm du CN qui correspond à la distance moyenne qui la sépare du verre. Les lames sont placées l'une contre l'autre devant l'objectif caméra, ceci est une approximation pour la lame ZnSe mais il est impossible de reproduire les conditions exactes de l'essai.

Le signal étant très élevé lors d'un essai préalable, un diaphragme est mis en place sur l'objectif pour diminuer la quantité de signal reçue et ainsi éviter la saturation du capteur aux températures élevées.

7.5.2 Stabilisation en température

Le capteur pyroélectrique fait partie de la famille des capteurs dit « thermiques », mais il présente la particularité de n'être sensible qu'à des variations de flux. Ceci demande une modu-

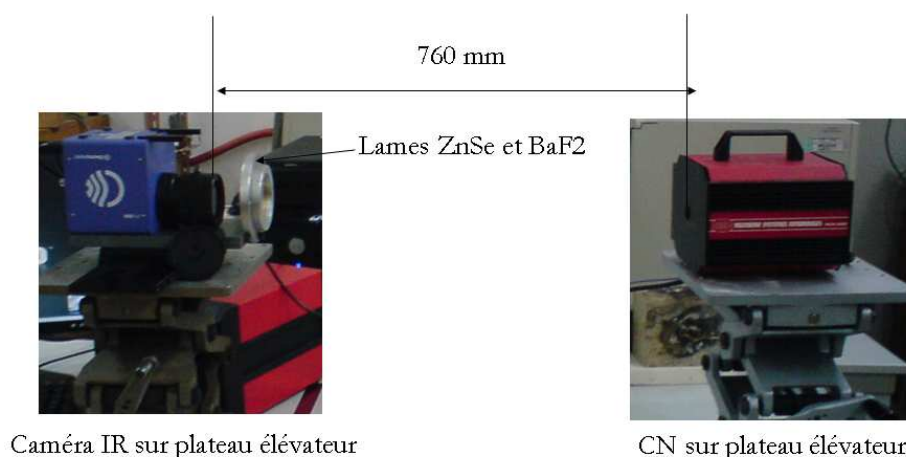


FIGURE 7.16 – Illustration du montage de caractérisation de la caméra IR

lation du flux mesuré. D'autre part, sa sensibilité dépend de la température de fonctionnement, un module Peltier permet de contrôler cette température. Aussi est-il nécessaire de permettre aux différents éléments (pales du chopper, matrices de capteurs...) de se stabiliser en température. Cette étude a été menée sur plusieurs heures pendant lesquelles la caméra a acquis des informations en un point du corps noir à température constante. Le corps noir en question est un HGH600N ou M330EU sa régulation est donnée avec une précision de $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

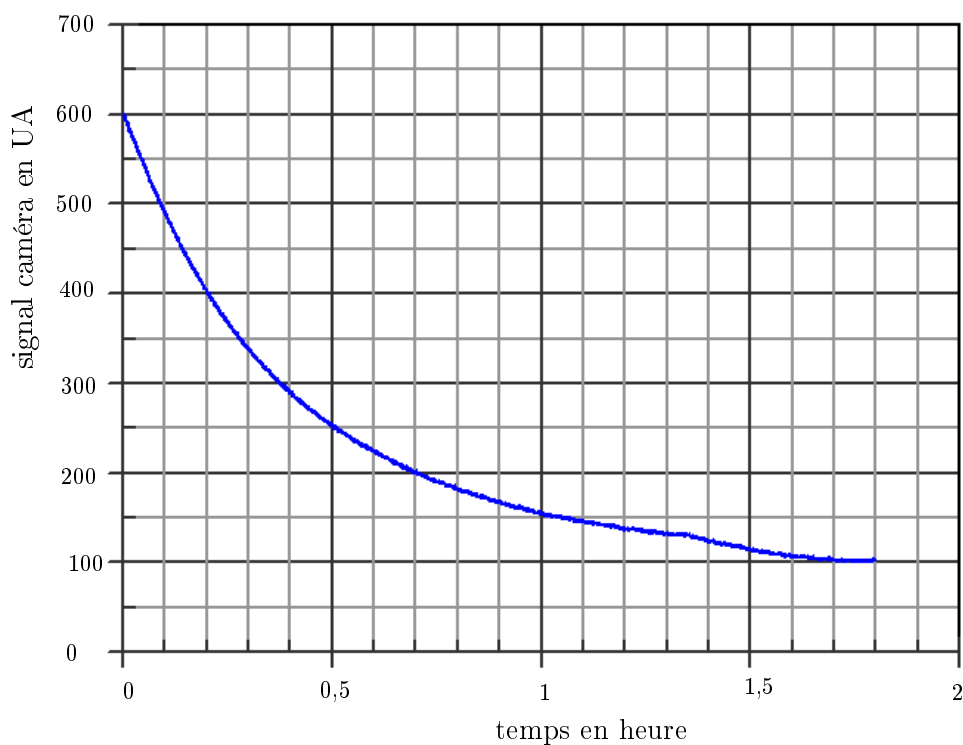
La figure 7.17 montre d'une part qu'une période de stabilisation de 2 heures minimum (qui correspond à la thermalisation de la caméra IR) est nécessaire pour ne pas introduire une erreur de mesure pouvant atteindre 500 UA soit environ 140°C . Ensuite sur la 7.17(b) qui correspond à une acquisition de signal sur une période de 14 heures, la dérive de signal n'est que de 20 UA pour un signal censé être constant ce qui laisse penser que la stabilité de la mesure ne viendra pas entacher d'erreur notre mesure. Il reste cependant la variation de la température au-dessus du banc de mesure qui accompagne la montée en température du four⁴. Un relevé de la température au-dessus du four et du signal caméra correspondant au rayonnement d'un corps noir régulé placé à l'intérieur du four pendant le cycle de thermoformage serait l'idéal mais ceci est impossible. Nous nous contenterons de relever la température à l'intérieur du four et de corrélérer nos mesures de signal caméra avec la température de thermocouples placés sur le verre pendant l'expérience. Une solution raisonnable pour s'affranchir de cette dérive serait de la compenser avec un système de shutter. Celui-ci devrait permettre de refaire une mesure du zéro en l'absence de signal et donc de corriger la dérive, c'est d'ailleurs la solution employée dans d'autres technologies de type microbolomètre. Cette solution n'a pu être mise en place mais elle devrait l'être très prochainement.

7.5.3 Correction d'uniformité

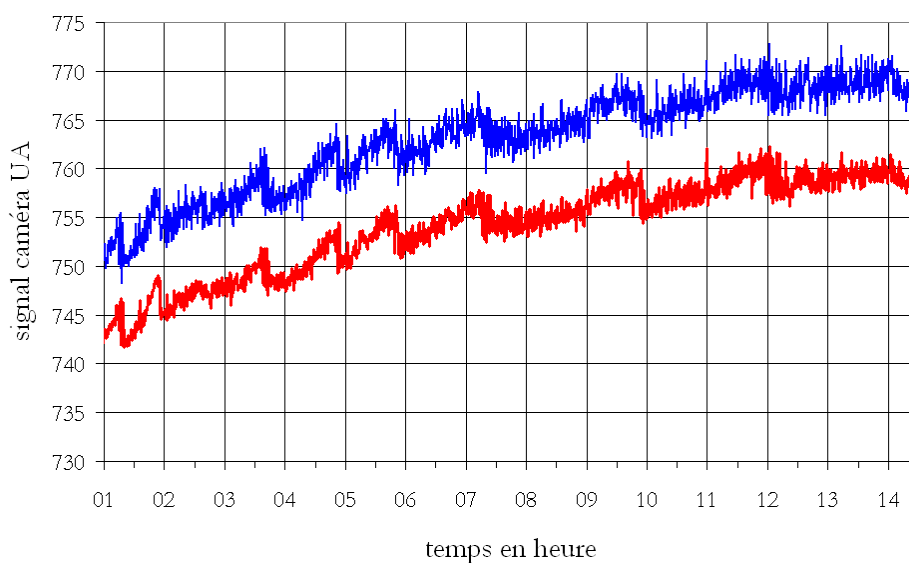
La matrice de cellules constituant le récepteur IR n'est que rarement homogène, c'est un problème intrinsèque et connu par les fabricants qui ont mis en place des procédures de correction d'uniformité. Pour notre application, seul l'amplitude du signal brut est intéressant, de tels outils ne sont donc pas utilisables et il nous faut effectuer la correction nous même.

Disposant d'un CN plan étalonné de 10 cm de côté, couvrant une gamme de température de la température ambiante à 600°C , plusieurs images ont été réalisées avec la caméra en fonction de la température réelle du CN. L'analyse de celles-ci en post-traitement devrait permettre de calculer un polynôme d'uniformisation pour chaque « pixel » en fonction de la température.

⁴Nous envisageons de réguler la température ambiante autour de la caméra en la plaçant dans une enceinte thermostatée, mais cela ne pourra être fait dans le cadre de ce travail.



(a) Acquisition sur 2 heures : thermalisation de la caméra



(b) Acquisition sur 14 heures après stabilisation

FIGURE 7.17 – Stabilité du signal de la caméra IR en fonction du temps

L'objectif est d'obtenir un signal identique en tout point du capteur sur un objet parfaitement homogène.

7.5.4 Étalonnage

La caméra donne un signal équivalent à un flux. Celui-ci est, comme cela a déjà été présenté au paragraphe 6.3.1, fonction de la luminance du corps noir qui rayonne à la température observée. Aussi un étalonnage est nécessaire pour relier ces deux informations. Ainsi, un corps noir étalonné

de type M330EU, dont la gamme de température s'échelonne de l'ambiance à 1300°C avec une précision de $\pm 0,1^\circ\text{C}$, sert de référence de température. Le signal IR mesuré par la caméra est ensuite relié à la température du CN et à sa luminance comme le montre la figure 7.18.

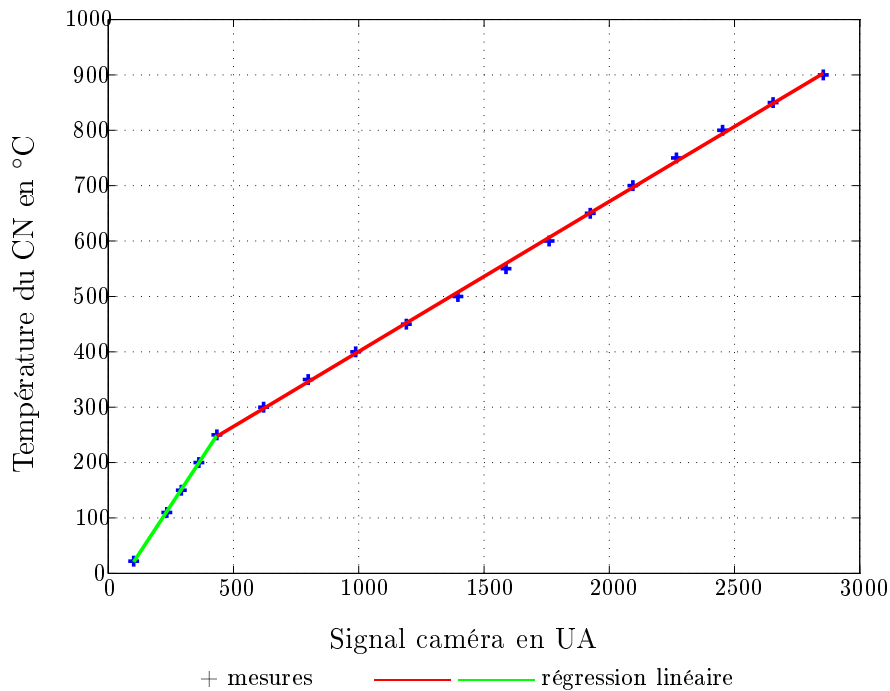


FIGURE 7.18 – Courbe d'étalonnage de la caméra IR

Nous avons réalisé plusieurs essais et avons constaté une bonne reproductibilité de l'étalonnage sur deux jours consécutifs dans des conditions atmosphériques similaires sur 1 point et sur la moyenne d'une zone de mesure de 1 pouces de diamètre environ. Ainsi, l'ensemble des points de mesures a été utilisé pour établir la figure 7.18. On constate que la linéarité entre le signal mesuré par la caméra et la luminance n'est pas bien respectée. Nous avons choisi de réaliser deux régressions linéaires par morceaux.

7.6 Conclusion

Nous disposons donc d'un banc expérimental complet permettant de mesurer la température et le déplacement transverse en suivant la surface supérieure d'une plaque de verre au cours d'un cycle de thermoformage. Un four classique a été modifié pour permettre les mesures optiques plein champ au travers de hublots transparents au rayonnement mesuré. Les instruments de mesures sont placés au-dessus du four sur un support aluminium adapté qui se translate dans les rails en aluminium qui constitue le châssis extérieur au four afin de permettre l'ouverture du four.

Le calibrage préalable nécessaire pour la mesure de déplacement transverse a lui aussi nécessité des adaptations au niveau du banc. En effet, une mire de calibrage spécifique a été réalisée sur une matrice réfractaire avec un dépôt métallique capable de supporter la chaleur du four. Celle-ci est accompagnée d'un support réfractaire et d'un système de mesure de position de la mire garantissant la position de la mire et donc la qualité du calibrage.

Enfin, la caméra infrarouge a été caractérisée d'une part pour évaluer l'uniformité du capteur et mettre en place une matrice de traitement du signal permettant de compenser la non-uniformité. D'autre part, plusieurs calibrages ont été réalisés avec un corps noir calibré d'une précision de $\pm 0,1^\circ\text{C}$ sur une gamme de température s'étendant de 300 à 1000°C révélant un

problème de reproductibilité et de dérive du signal à long terme liée à la technologie du capteur. Comme nous l'avons déjà évoqué l'idéal serait un capteur non-thermique *i.e.* MCT mais cette possibilité n'était pas réalisable pour le projet. Pour palier cela, un calibrage pourra donc être effectué avant chaque mesure grâce à un corps noir étalonné.

Le chapitre suivant s'intéresse à la caractérisation du four modifié au travers de mesures de températures et de flux.

Chapitre 8

Caractérisation du four

Afin d'avoir une meilleure connaissance de notre banc d'essai, une campagne de caractérisation du four de thermoformage a été menée. Elle consiste d'une part à établir une cartographie des températures internes du four et d'autre part à évaluer le flux provenant des résistances.

8.1 Caractérisation en température du four

Cette étape a nécessité le développement d'outils spécifiques ; en effet, les températures en jeu ne permettent pas l'utilisation de matériaux ou matériels classiques. Si les thermocouples de type K sont parfaitement adaptés à ces températures, puisqu'ils sont donnés classiquement pour des températures comprises entre -270 et 1370°C , toute la question est de savoir comment les placer correctement dans le four.

Une fois encore la réponse a été trouvée dans les matériaux réfractaires. En collaboration avec le CERFAV, nous avons réalisé deux types de support : une plaque pour étudier la température dans un plan horizontal au sein du four et un support vertical permettant de connaître la température sur une ligne verticale au cours d'un cycle de thermoformage réel.

8.1.1 Cartographie horizontale de température

Partant d'une plaque réfractaire d'enfournement de $500 \times 500 \text{ mm}^2$ (dimensions de la sole du four), utilisée en « fusing », le service parachèvement du CERFAV a produit une grille comportant 36 thermocouples espacés de 70 mm comme le montre la figure 8.1 sur laquelle nous avons fixé les thermocouples.

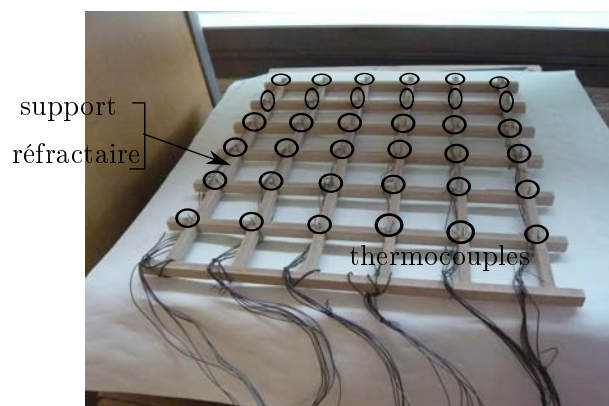


FIGURE 8.1 – Dispositif de cartographie horizontale de température du four à vide

Cette plaque a été placée dans le four, soumise au cycle de thermoformage défini pour l'application (cf. figure 3.14) et ce à différentes hauteurs z de la sole du four : 75, 90, 115, 165 mm.

Il faut noter que la zone dans laquelle a lieu le thermoformage s'étend sur 80 mm de $z=75$ mm à 155 mm. Cette hauteur est imposée par le système de calibrage pour la mesure de déplacement, elle correspond à la zone verticale dans laquelle le verre se déforme.

Le tableau 8.1 regroupe les résultats principaux pour les différentes hauteurs étudiées, et indique une différence importante entre la température de consigne (mesurée au niveau des résistances par des thermocouples posés par le constructeur du four Enitherm) et la température mesurée à la hauteur considérée. Cet écart atteint son maximum vers $t=29$ min avec une valeur moyenne sur les quatre hauteurs de 147°C . Le tableau reporte aussi l'écart-type maximum sur les 36 sondes du plan qui est de l'ordre de 5°C . L'écart entre la température réelle et la température de consigne est d'autant plus important qu'on se trouve loin des résistances.

z (mm)	75	90	115	165
$T_{\text{MAX}}(36 \text{ sondes}) - T_{\text{MOY}}(\text{sondes Enitherm}) (^{\circ}\text{C})$	158,5	151,6	146,4	132,7
écart-type maximum sur 36 sondes ($^{\circ}\text{C}$)	6,2	4,7	5,4	4,7

TABLEAU 8.1 – Résultats principaux des cartographies en température horizontales à un instant du cycle

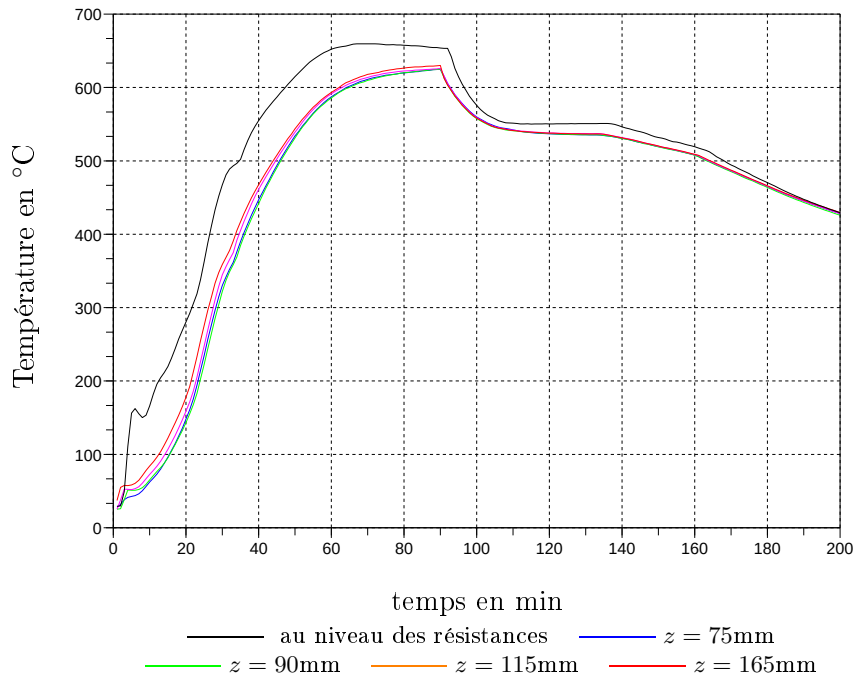
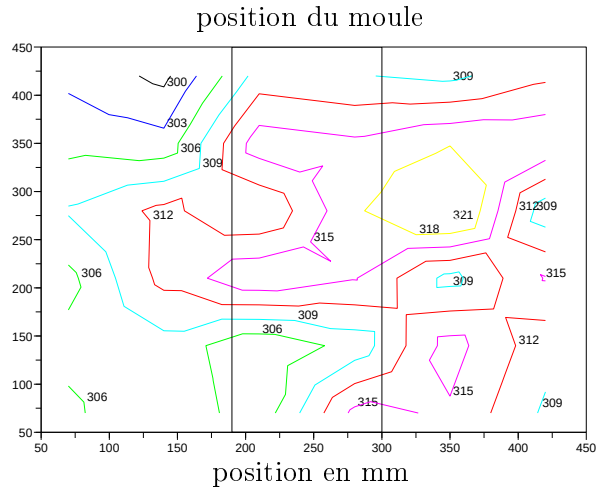
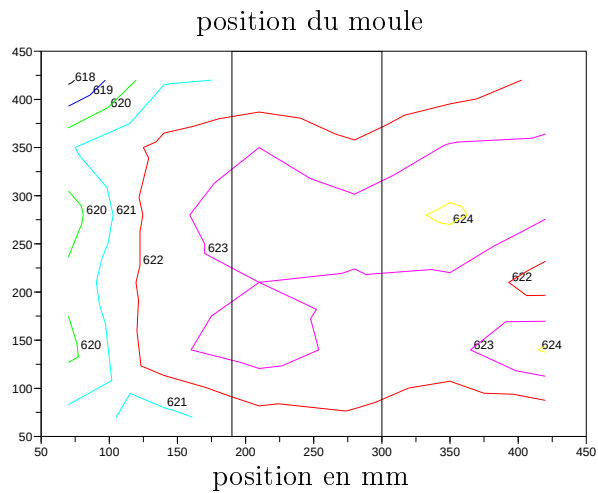


FIGURE 8.2 – Température moyenne sondes Enitherm

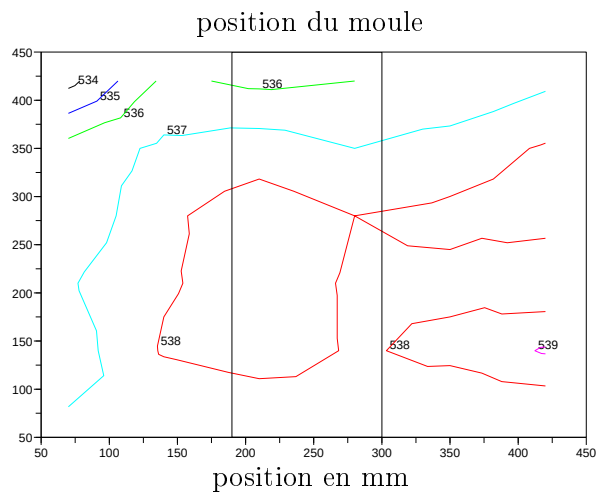
Les figures 8.3 et 8.4 représentent des cartes de température à la hauteur de 115mm. Celles-ci sont des températures absolue et relative par rapport à la consigne (il s'agit alors d'un écart). Une seule hauteur est reportée car la tendance est la même quelque soit la hauteur. Les instants observés sont reportés sur le cycle thermique de la figure 8.2 qui représente les températures au niveau des résistances (consigne de régulation) et les moyennes des 36 sondes pour chaque hauteur étudiée. Sur toute la montée et sur le palier, l'écart entre la température au niveau des résistances et la zone de mesure est de l'ordre de 50°C . En phase instationnaire lors de la montée en température par exemple, les gradients au sein d'un plan sont très importants, une hypothèse est que des boucles de convection de l'air se mettent alors en place. Les figures montrent donc : (i) une zone homogène lors des paliers de $200 \text{ par } 200 \text{ mm}^2$ dans laquelle s'inscrit le champ de mesure (il est reporté sur les figures), (ii) des gradients de températures plus importants sur les bords et un écart à la consigne relativement important dont il faudra tenir compte lors de la définition du cycle thermique.



(a) Carte de température absolue à $t=29\text{min}$ (écart maximum de température par rapport à la consigne)



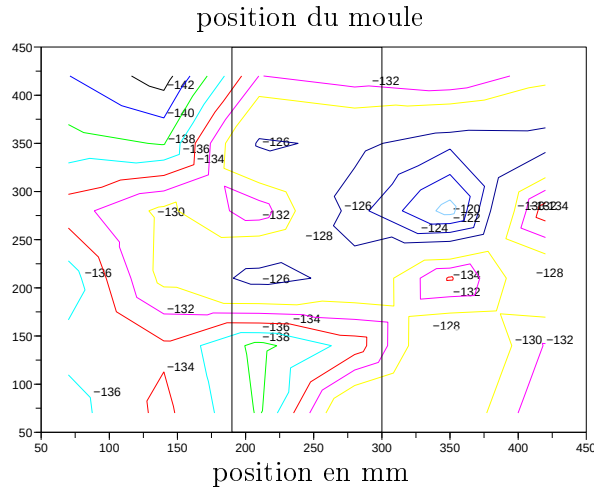
(b) Carte de température absolue à $t=80\text{min}$ (palier de thermoformage)



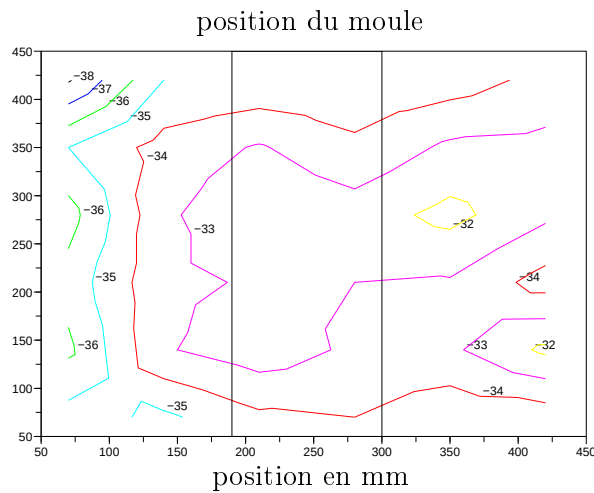
(c) Carte de température absolue à $t=130\text{min}$ (palier de refroidissement autour de T_g)

— position du moule

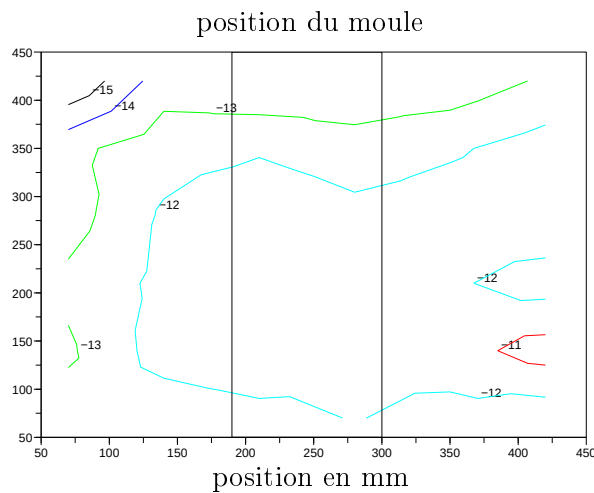
FIGURE 8.3 – Cartes des températures absolues à $z=115\text{ mm}$ ou 40 mm selon la référence pour différents instants



(a) Carte d'écart de température à la consigne Enitherm à $t=29\text{min}$
(écart maximum de température par rapport à la consigne)



(b) Carte d'écart de température à la consigne Enitherm à $t=80\text{min}$
(palier de thermoformage)



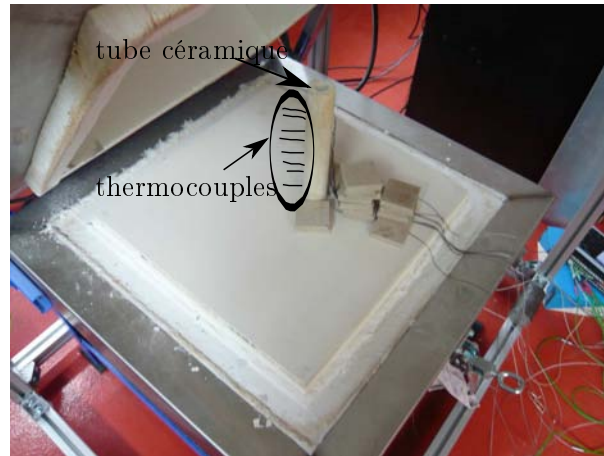
(c) Carte d'écart de température à la consigne Enitherm à $t=130\text{min}$
(palier de refroidissement autour de T_g)

— champ de mesure de déplacement

FIGURE 8.4 – Cartes des écarts de température à la consigne Enitherm à $z=115\text{mm}$ pour différents instants

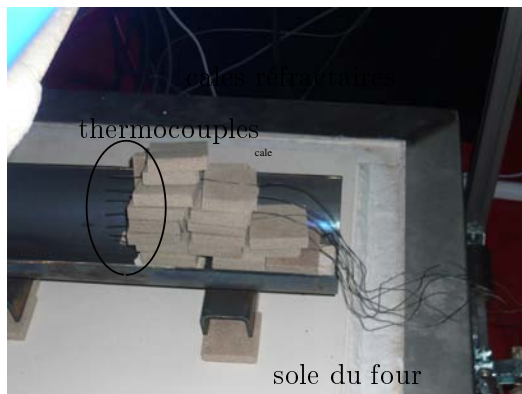
8.1.2 Température sur une ligne verticale centrale

Dans le but de nous faire une idée plus précise des gradients de température existant au milieu du four, nous avons mené deux essais de mesure de température le long d'une ligne perpendiculaire à la sole. Le premier a été réalisé à l'aide de 8 thermocouples placés dans un tube céramique percé, celui-ci est placé au centre du four vide, comme le montre la figure 8.5. Le second essai a été réalisé dans un four « en charge », *i.e.* en présence du moule métallique ; cette fois 10 thermocouples sont placés au centre du moule et maintenus avec des cales réfractaires (*cf.* figure 8.6).

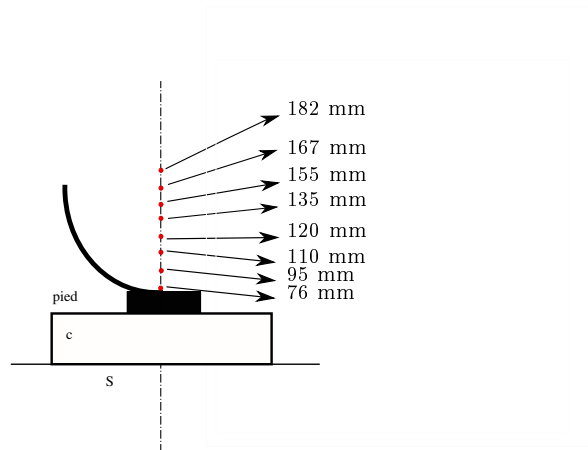


z en mm	42	73	89	116	141	161	190	220
-----------	----	----	----	-----	-----	-----	-----	-----

FIGURE 8.5 – Dispositif de cartographie verticale de température du four à vide



(a) Illustration du dispositif mis en place



(b) Schéma de positionnement des thermocouples

FIGURE 8.6 – Dispositif de cartographie verticale de température du four en présence du moule

Les résultats de nos mesures sont présentés sur les figures 8.7 et 8.8, il s'agit des écarts de température entre une hauteur z et la hauteur prise comme référence $z_{\text{réf}}$, ici 120mm qui est la médiane de la zone étudiée, tracés en fonction du temps, pour un cycle thermique classique de thermoformage. La courbe pointillée représente la température au niveau des résistances, elle est normalisée, son unique but est de permettre au lecteur de se situer dans le cycle.

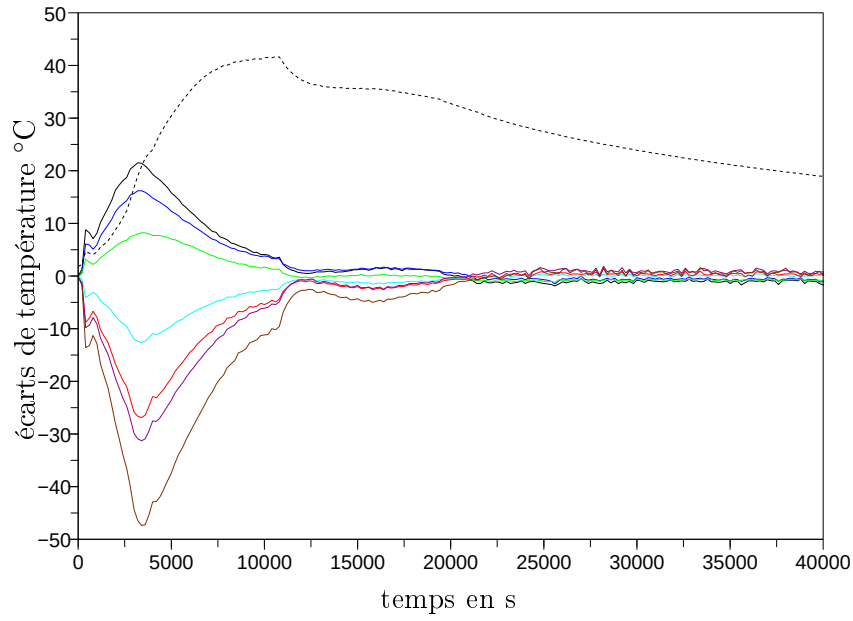


FIGURE 8.7 – Profil des écarts de température le long d'une ligne centrale verticale du four vide en fonction du temps par rapport à une référence arbitraire $z_{\text{réf}} = 116\text{mm}$

— 42 – $z_{\text{réf}}$ — 73 – $z_{\text{réf}}$ — 89 – $z_{\text{réf}}$ — 141 – $z_{\text{réf}}$
— 161 – $z_{\text{réf}}$ — 190 – $z_{\text{réf}}$ — 220 – $z_{\text{réf}}$
- - - - T normalisée relevée au niveau des résistances

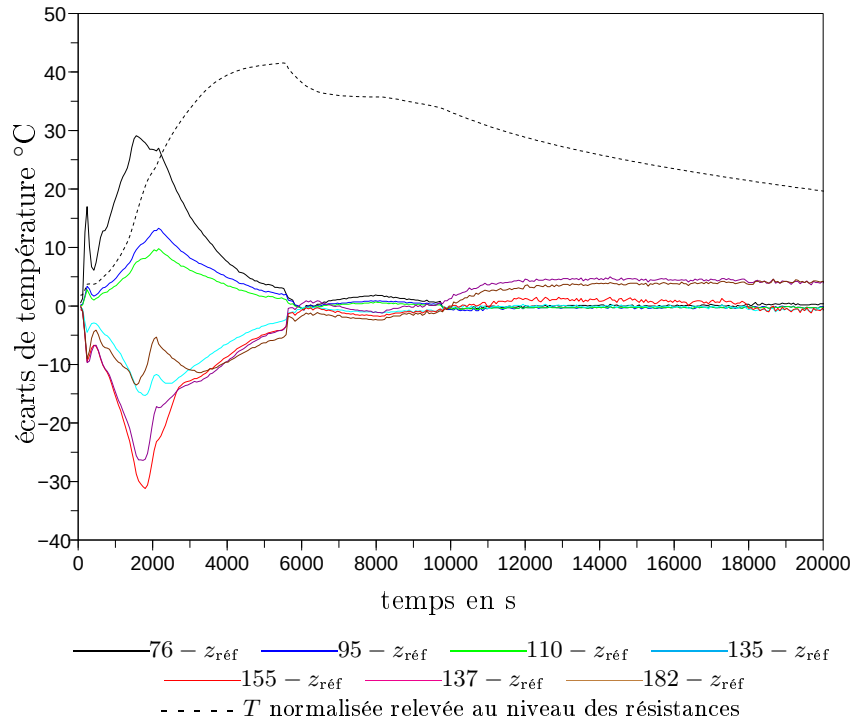


FIGURE 8.8 – Profil des écarts de température le long d'une ligne centrale verticale du four en présence du moule en fonction du temps par rapport à une référence arbitraire $z_{\text{réf}} = 120\text{mm}$

Ces profils de températures permettent d'évaluer le gradient qui existe le long d'une ligne verticale centrale; il s'étend au maximum sur 65°C, de part et d'autre de la hauteur choisie comme référence, respectivement dans le cas d'un four vide puis chargé (présence du moule métallique).

8.2 Évaluation du rayonnement provenant des résistances

Le modèle radiatif tel qu'il a été développé au chapitre 5 suppose que le verre est chauffé au niveau de la face supérieure par un gaz chaud considéré comme un corps noir rayonnant à la température de gaz T_g . Il est évident que cette modélisation est plus conforme au cas des fours verriers (Berour, 2005) qu'à celui du thermoformage. De plus, elle repose sur des hypothèses fortes qui ne semblent pas en adéquation avec la réalité du procédé. Aussi, une série de mesures expérimentales a été réalisée afin de mesurer le flux radiatif émis par les résistances et ainsi pouvoir quantifier le flux reçu par la plaque de verre et ainsi corriger les hypothèses du modèle évoquées précédemment¹.

Deux types de mesures ont été réalisés : d'une part une mesure de flux total avec un fluxmètre qui intègre le rayonnement reçu, d'autre part une mesure indirecte d'émittance au moyen d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier qui donne une information spectrale.

8.2.1 Mesure de flux

Le fluxmètre utilisé est un MEDTHERM (modèle 64-2-20) avec régulation d'eau pour maintenir sa température constante, prêté par Pierre Laurent du Laboratoire d'Automatique et de Génie des Procédés de l'Université Claude Bernard Lyon1. Il est relié à la centrale d'acquisition GRAPHTEC GL800 qui nous fournit un signal en tension proportionnel au flux thermique absorbé par le capteur. Le matériel nous a été prêté avec les résultats de la calibration et la correspondance suivante a été établie : $1 \text{ mV} = 0,2014 \text{ W cm}^{-2}$. Le capteur ne peut pas être utilisé dans une ambiance supérieure à 400°F, soit environ 204°C. La régulation d'eau se fait par un bain thermostaté qui nous permet de reproduire au mieux les conditions expérimentales de la calibration du capteur. En revanche, le débit d'eau atteint reste inférieur à celui préconisé comme le montre le tableau 8.2.

	Calibration	Réel mesuré
Température eau (°C)	30,6	30,6
Débit eau (mL.s ⁻¹)	10,7	6,2

TABLEAU 8.2 – Indications débitométriques

Comme le montrent les graphiques de la figure 8.9, le montage est simple mais la contrainte de température du capteur a nécessité de protéger les câbles et tuyaux avec de la gaine réfractaire.

Nous avons effectué une série de mesures visant à vérifier l'homogénéité du flux dans l'espace, ainsi le capteur a été placé à différentes altitudes d'une part et pour une altitude donnée à plusieurs positions dans le plan horizontal et ce pour deux consignes de température du four différentes (200 et 400°C). Quelque soit la configuration testée, les écarts sont au maximum de 5% soit environ 200 W.m^{-2} , pour une consigne donnée, ceci traduit une bonne homogénéité du flux émis par les résistances. Par ailleurs, les écarts s'expliquent par le placement difficile du capteur. En effet, de par la géométrie de celui-ci, la face du capteur n'est pas toujours bien parallèle aux

¹Nous attirons l'attention du lecteur sur le fait que nos résultats ne seront pas exploités dans la simulation numérique, ils constituent une piste de développement pour le modèle couplé complet.



FIGURE 8.9 – Photos du montage de mesure de flux

résistances. À titre d'illustration, nous présentons, figure 8.10, une courbe caractéristique des résultats obtenus sur laquelle figurent la température moyenne mesurée au niveau de la voûte, celle du capteur ainsi que le flux mesuré.

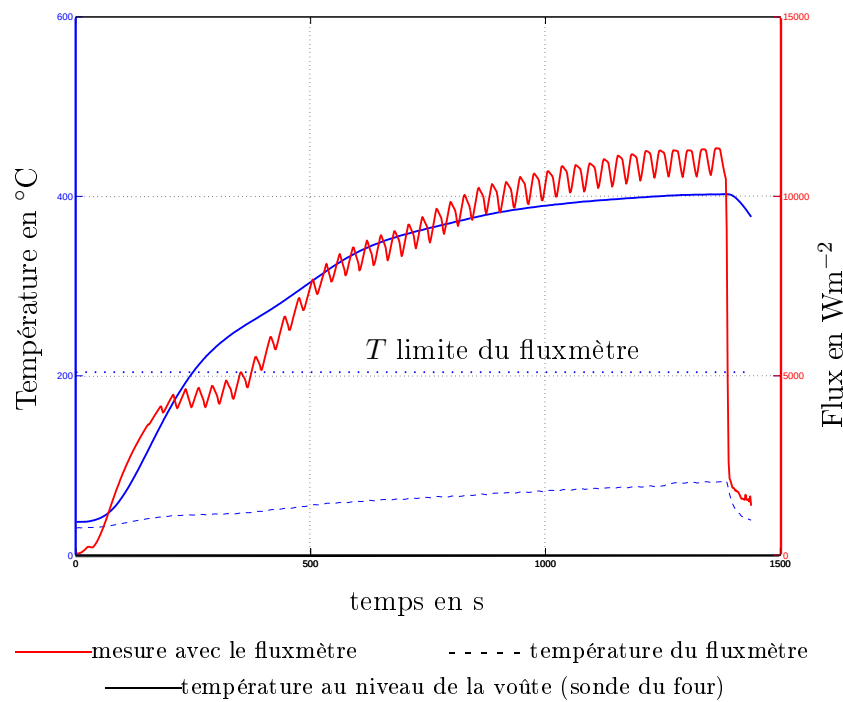


FIGURE 8.10 – Courbes de flux et températures du four et du capteur en fonction du temps

8.2.2 Spectrométrie

Le verre ayant des propriétés spectrales non constantes, nous avons dans un deuxième temps souhaité analyser le flux issu des résistances en fonction de la longueur d'onde. L'objectif de ces mesures est là encore de qualifier l'installation pour avoir la meilleure connaissance possible du procédé et pouvoir intégrer ces informations dans la simulation numérique.²

8.2.2.1 Conditions de l'essai

Il s'agit de réaliser une mesure indirecte d'émittance spectrale avec un spectromètre infrarouge à Transformée de Fourier de type Matrix fourni par Bruker et disponible au laboratoire. Cet appareil présente les caractéristiques suivantes :

- une fenêtre d'entrée en Bromure de Potassium (KBr) transparente dans l'IR ;
- une séparatrice Germanium (Ge) sur KBr permet de diviser le signal IR reçu en deux signaux égaux ;
- un double détecteur, dit « sandwich », composé d'un détecteur Mercure Cadmium Tellure (MCT ou HgCdTe) dont la gamme spectrale de détection est comprise entre 600 et 2000 cm^{-1} soit 5 et 16,6 μm ; le second détecteur antimoniure d'indium (InSb) ayant une gamme de détection comprise entre 1800 et 7000 cm^{-1} soit entre 1,4 et 5,5 μm . La gamme complète de mesure s'étend donc pour les deux détecteurs de 600 à 7000 cm^{-1} soit entre 1,4 et 16,6 μm avec une zone de recouvrement ;
- et il peut également fonctionner avec une source externe comme c'est le cas pour cette mesure qui est faite à partir du rayonnement provenant des résistances du four via plusieurs éléments d'optique.

Le principe de la mesure consiste à placer le spectromètre au dessus du four, comme le montre la photo du montage 8.11(a), pour recueillir le signal provenant des résistances après réflexion diffuse sur une surface diffusante adaptée. Celle-ci, encore appelée étalon de réflectance, permet de recueillir le signal provenant des résistances selon toutes les directions comme le montre la figure 8.11(c). Pour quantifier ce rayonnement une mesure de référence (illustrée sur la figure 8.11(b)) est préalablement réalisée grâce à un corps noir étendu, présenté sur la figure 8.12, qui est placé dans le four dont la température, et par conséquent l'émittance, sont parfaitement connues.

L'étalon de réflectance utilisé est l'InfragoldTM fabriqué par *Labsphere, Inc.*³ et présenté sur la figure 8.12, il est continué d'une plaque métallique sur laquelle un dépôt d'or diffusant a été réalisé, cependant la température maximum supportée par le diffuseur est d'environ 400°C.

Les différents éléments (CN et diffuseur) sont placés tour à tour dans le four froid dans un premier temps. La difficulté principale de la mesure est l'alignement optique qui est difficile à réaliser à température basse puisque le signal est faible (*cf.* figure 8.11). La mesure du signal généré par le CN à 873K, dans le four à température ambiante et avant la mise en route des résistances, établit un spectre de référence. Dans un deuxième temps, le four est mis en chauffe. Il s'agit de pouvoir distinguer le rayonnement ambiant provenant de la paroi et de l'air chaud du signal émis par les résistances. C'est pour cette raison que nous enregistrons la température utilisée pour la régulation et prise au niveau des résistances.

Le signal recueilli à partir des différents éléments est ensuite traité en prenant en compte tous ces éléments : le signal de référence du CN, la température ambiante etc.

²Malheureusement, ceci ne pourra pas être présenté dans le cadre de ce mémoire, cela fera sans doute l'objet de travaux ultérieurs.

³Labsphere, Inc. 231 Shaker St. P.O. Box 70 North Sutton, NH 03260 USA
Tél : +1 (603) 927-4266 www.labsphere.com

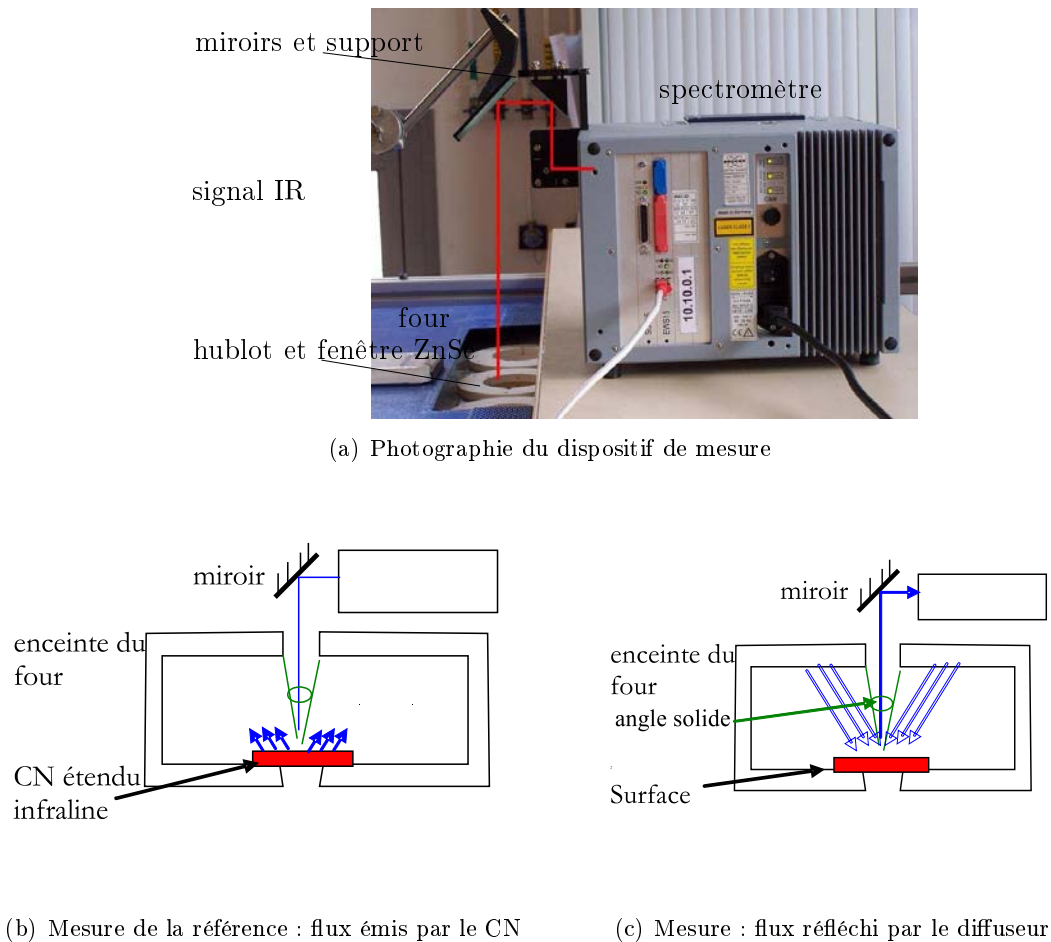


FIGURE 8.11 – Montage pour la spectrométrie

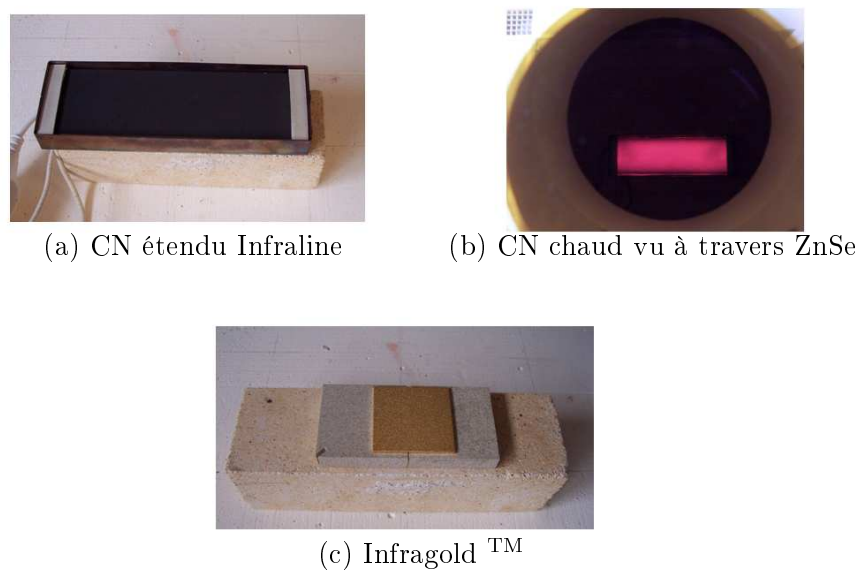


FIGURE 8.12 – Éléments placés dans le four pour la mesure

8.2.2.2 Résultats

Comme cela a été évoqué précédemment la difficulté de la mesure réside dans l'alignement optique qui permet d'obtenir un signal représentatif. De fait, pour permettre l'alignement optique nous avons couplé le spectromètre à la caméra IR ce qui permet d'effectuer une visée IR en chauffant légèrement le four.

Une fois le réglage effectué nous avons réalisé deux acquisitions de spectres pour des consignes respectives de 200 et 400°C. Les résultats sont très similaires, seul le deuxième cas est présenté en détail ici.

Nous avons choisi de présenter le flux spectral (en $\text{W.m}^{-2}\text{cm}^{-1}$) en fonction de la longueur d'onde. Les courbes présentées sur la figure 8.13 montrent un ensemble de spectres, chacun d'eux correspond à un instant donc à une température du four. Les couleurs ont été choisies pour être suggestives, l'étude a lieu sur la phase de montée en température aussi les spectres vont-ils des couleurs froides vers les couleurs chaudes. Elles nous indiquent que :

- l'aspect non gris de la source de rayonnement et donc du flux reçu par le verre n'est pas négligeable ;
- le four rayonne à sa température propre selon une distribution spectrale proche de celle d'un corps noir à la même température (*cf.* courbe verte) ;
- la comparaison de la courbe verte sans fonctionnement des résistances avec celles de la montée en température du four montre que lorsque les résistances sont en marche⁴ un rayonnement supplémentaire important est détecté sur la plage 1850 à 4000 cm^{-1} ;
- au delà de 3500 cm^{-1} le verre est transparent au rayonnement IR aussi toute l'énergie correspondante produite par les résistances n'est pas directement captée par le verre ;
- le rayonnement du milieu (parois du four, des bandes CO_2 et H_2O de l'air, etc..) n'est pas négligeable. Sur la figure 8.13, nous comparons la courbe verte, prise à $\approx 390^\circ\text{C}$ à la courbe noire correspondant à la température initiale du four soit environ 60°C . Dans les deux cas, les résistances sont éteintes et il est alors possible d'évaluer au moins qualitativement l'influence du rayonnement propre du four.

Notons que l'aspect quantitatif de la mesure dépend fortement de l'alignement optique. Ainsi, si les conditions ne sont pas optimales, le signal est inférieur au signal réellement émis. Nous allons cependant essayer de remonter au flux total à partir de ces mesures et ainsi comparer nos résultats aux valeurs obtenues avec le fluxmètre dans des conditions similaires. Pour remonter au flux total il faut intégrer le signal spectral sur l'ensemble des longueurs d'ondes ; le résultat est présenté sur la figure 8.14.

L'écart entre le fluxmètre et le flux spectral intégré peut s'expliquer par le fait que l'intégration n'est pas complète. En effet, le spectromètre ne mesure pas en dessous de 600 cm^{-1} et il s'avère que ce flux n'est pas négligeable à basse température. D'autre part, le fluxmètre donne un flux net *i.e.* ce qu'il reçoit moins ce qu'il émet. Concernant l'aspect quantitatif, le fluxmètre apparaît donc plus fiable.

La figure 8.14 permet d'identifier l'augmentation du flux causée par la mise en marche des résistances, leur échauffement ainsi que celui de l'intérieur du four. La phase de régulation au cours de laquelle les résistances s'éteignent et se rallument conformément au mode tout ou rien de régulation du four est également visible sur les courbes de flux, montrant l'importance du rayonnement lié uniquement aux résistances.

Cependant, il apparaît clairement que si l'influence du rayonnement des résistances est importante, il est difficile de le distinguer du rayonnement ambiant du four. Le rayonnement éclairant le verre lors du thermoformage est engendré par ces deux phénomènes et sa modélisation s'avère complexe nous ne pourrions donc pas l'intégrer dans notre simulation au cours du cadre de ce travail.

⁴rappelons que le four fonctionne en tout ou rien au niveau de la régulation

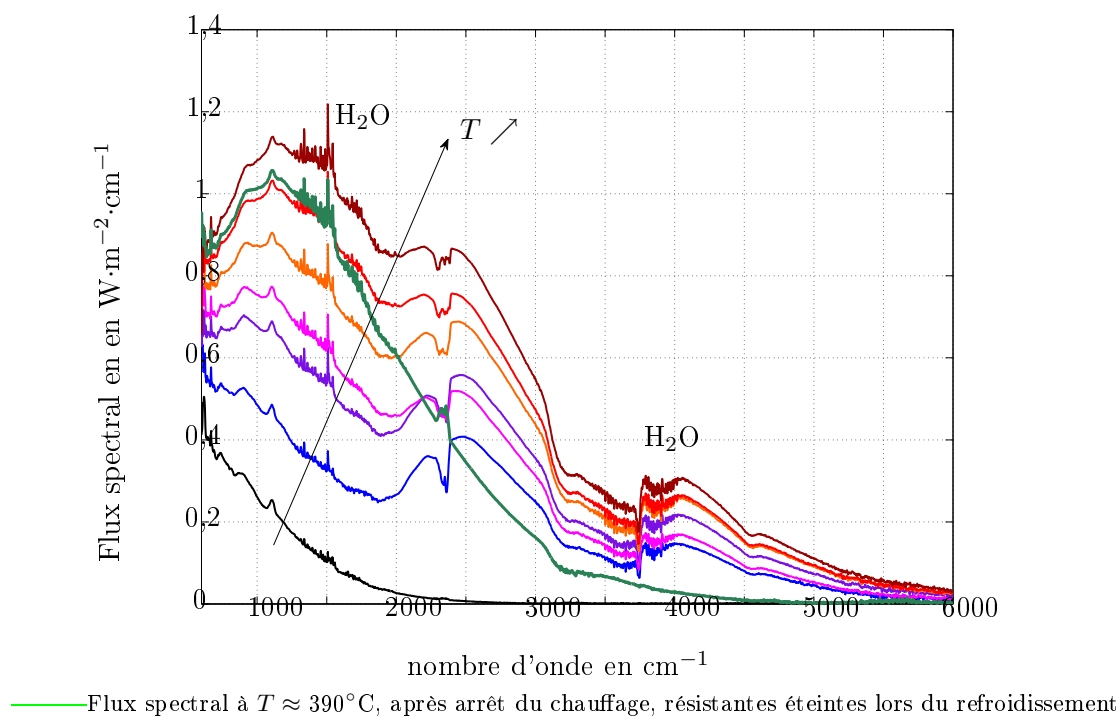


FIGURE 8.13 – Flux spectral à différents instants lors de la montée en température en fonction du nombre d'onde pour une température de consigne de 400 °C

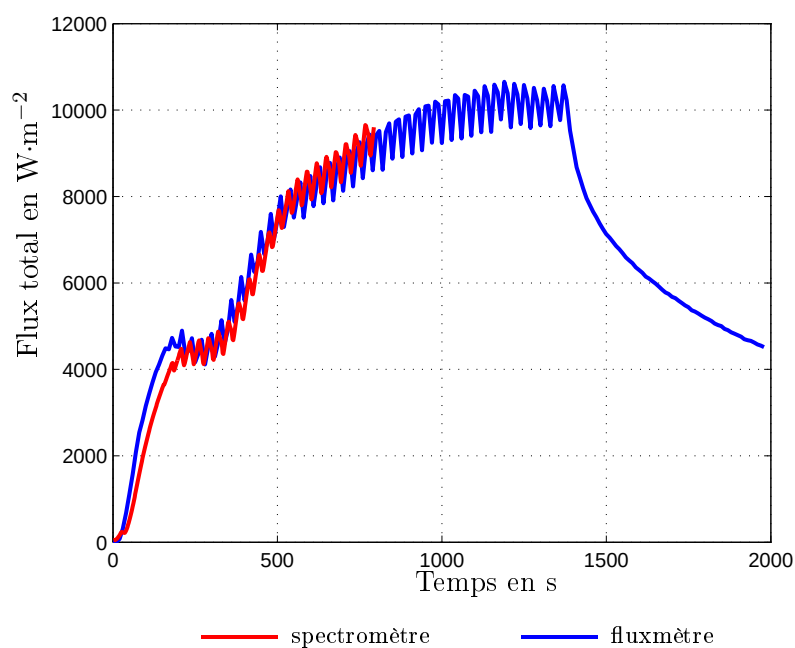


FIGURE 8.14 – Flux total obtenu par le fluxmètre et le spectromètre pour une consigne de 400°C

8.3 Conclusion

Nous avons conçu et mis en place un outil performant qui nous renseigne sur la répartition des températures au sein du four. Ceci permet une meilleure connaissance du four et du procédé. Notre protocole a depuis été mis en place par notre partenaire pour ce projet, le CERFAV, qui utilise ces outils pour réaliser des prestations chez d'autres verriers. Les mesures de flux spectral

ou total ont permis de nous assurer d'une part de l'homogénéité dans l'espace du flux produit par les résistances, et ce malgré la présence des hublots et d'autre part de le quantifier. Ces données devraient pouvoir être prises en compte dans la modélisation du rayonnement au sein du four mais cela n'entre pas dans le cadre de ce travail. Ainsi après avoir pris connaissance en détails de notre banc expérimental, nous allons maintenant présenter nos résultats expérimentaux.

Chapitre 9

Résultats expérimentaux

9.1 Cas étudié

Nous nous basons sur la même configuration qu'au chapitre 4, rappelée sur la figure 9.1.

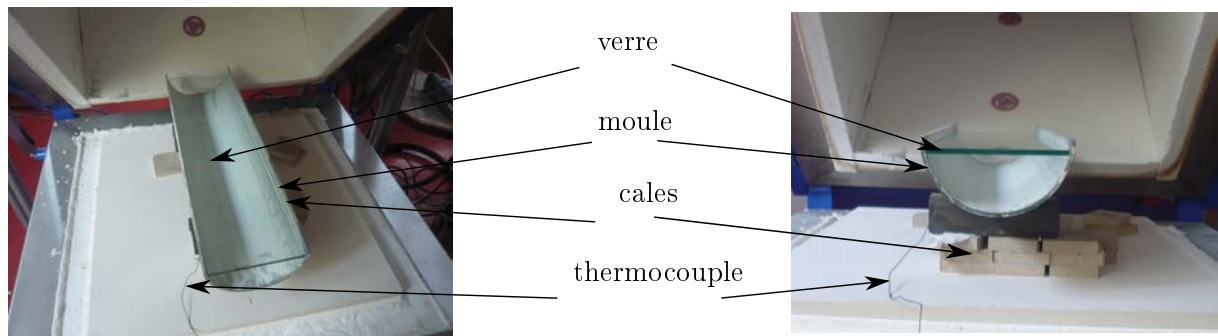


FIGURE 9.1 – Description du cas étudié

Le moule est en acier réfractaire de 3 mm d'épaisseur, de diamètre 130 mm sur une longueur de 482 mm. Pour plus de stabilité des pieds en tôle pliée ont été placés sous le demi-cylindre. La plaque de verre de $125 \times 480 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 5 mm est placée sur le moule de façon à être le plus horizontale possible, puis on vaporise sur la surface supérieure les oxydes minéraux blancs pour permettre la projection de frange. Nous plaçons un thermocouple au-dessus du verre en dehors du champ de mesure afin de relever la température de l'air au-dessus du verre, en même temps nous enregistrons les températures indiquées par les thermocouples utilisés pour la régulation du four et placés au niveau des résistances.

Les instruments de mesure sont placés au-dessus des hublots grâce au cadre et au support en aluminium avec les filtres respectifs (*cf.* figure 7.8), les enregistrements des différents capteurs (thermocouples, caméra IR et système de projection) sont réalisés grâce à leurs interfaces respectives. Les fréquences d'échantillonnage sont les suivantes :

- toutes les 10 s pour les thermocouples,
- toutes les 30 s pour la caméra IR et le système de projection de franges.

9.2 Présentation des résultats

Tout d'abord nous présentons le type de résultats obtenus grâce au système de projection de franges sur la figure 9.3. Nous avons effectué ces images sur le verre déformé. La figure représente tout d'abord les images réelles du verre et du moule vus par la caméra CCD avec et sans projection de frange, puis les cartes de phase et de déplacement $U_z = Z - Z_0$. Cette figure représente le verre déformé, le moule est bien identifié et le saut de phase, et de frange nous permet de retrouver la tranche du verre.

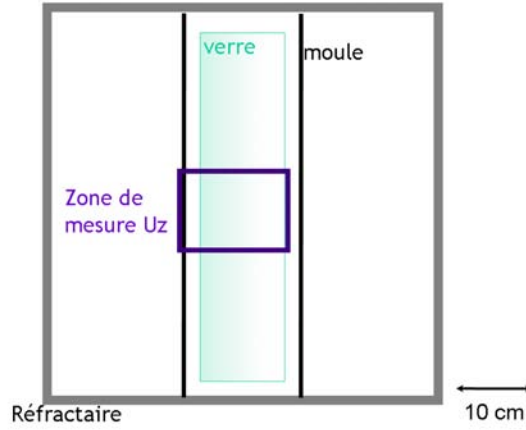


FIGURE 9.2 – Schéma de la zone de mesure de déplacement U_z sur le moule

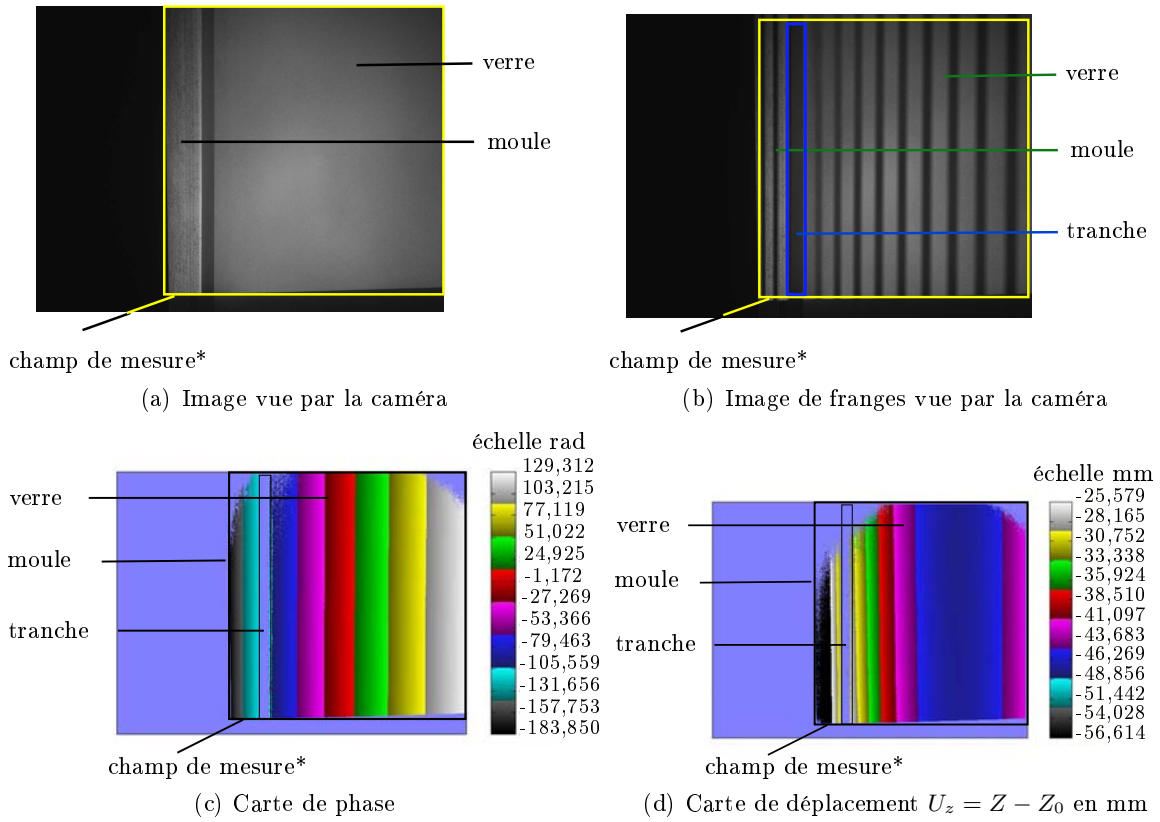
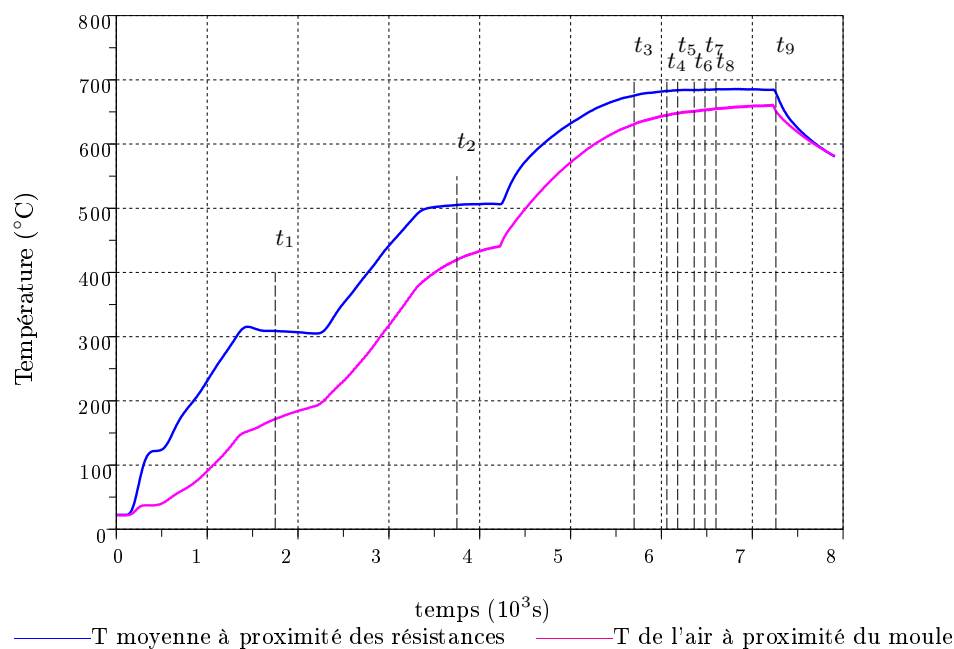


FIGURE 9.3 – Images et résultats de projection de frange

9.2. PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

Les températures au niveau des résistances et du moule ont été mesurées avec des thermocouples, les résultats sont indiqués sur la figure 9.4.



	t_1	t_2	t_3	t_4	t_5	t_6	t_7	t_8	t_9
temps écoulé à partir du début du palier en min	5	10	12	15	17	19	30		
T_{moyenne} résistances en °C	308,7	589,5	685,8	688,3	688,5	688,1	686,7	687,1	685,1

FIGURE 9.4 – Relevé de températures au cours de l'essai

La caméra IR permet d'obtenir une cartographie en deux dimensions de la température sur la face supérieure du verre. La figure 9.5 indique l'emplacement du champ de mesure sur le verre et la sole.

Les figures 9.6 et 9.7 représentent les cartes de températures obtenues par notre méthode. Sur la première figure le champ vu par la caméra est plus large que la plaque de verre, le bord du verre s'identifie facilement ainsi que la limite du hublot. Il est important de noter que seul le verre possède la propriété de Christiansen et donc la température « juste », contrairement à l'environnement qui figure lui aussi sur le champ. Ceci explique d'ailleurs l'échelle de température qui est négative dans les zones non concernées par le calibrage.

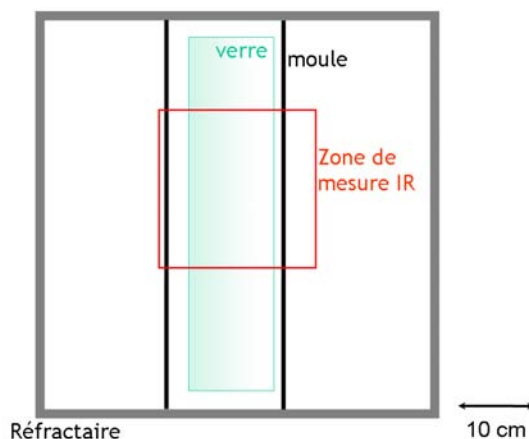
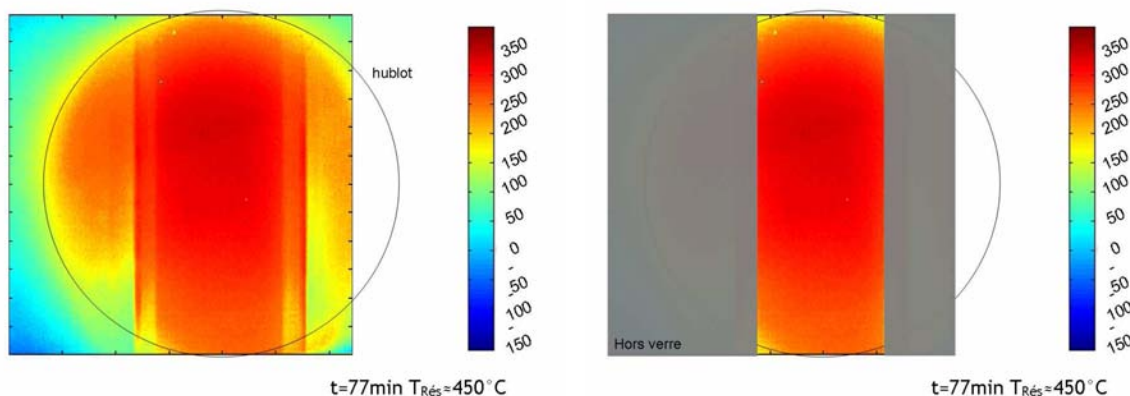


FIGURE 9.5 – Schéma de la zone de mesure infrarouge sur le moule



(a) Champ de températures vu par la caméra

(b) Champ de température du verre

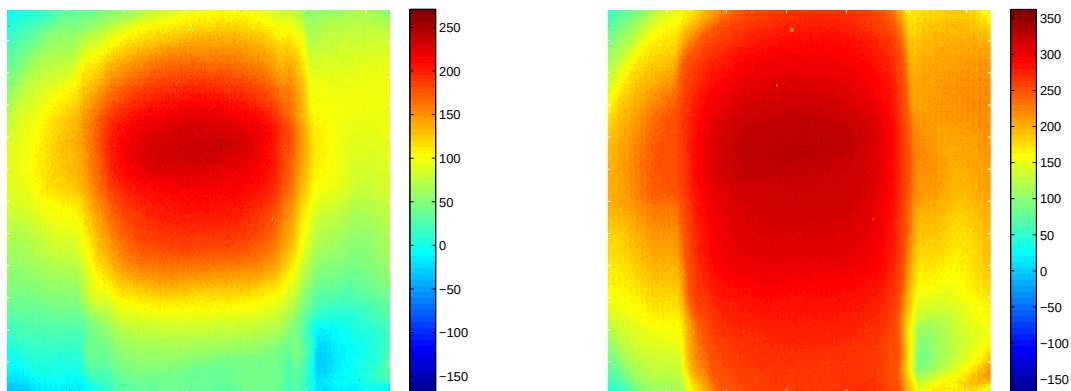
FIGURE 9.6 – Champ de températures vu par la caméra et champ exploitable pour la mesure

Pour analyser nos mesures, nous avons développé un outil de post-traitement qui permet de tracer des profils de déplacement en fonction de l'abscisse curviligne, ces résultats sont présentés sur la figure 9.9. À l'état initial, le champ lumineux est à la limite du verre (*cf.* figure 9.2), ensuite le verre se déforme et glisse et c'est ainsi que le moule et la tranche du verre apparaissent sur les images FA4 et donc sur les profils à partir de $T=686,7^{\circ}\text{C}$ $t_{\text{palier}}=17\text{min}$. Notons que la projection de frange s'intéresse uniquement à la face supérieure du verre ; il nous est impossible d'évaluer l'épaisseur du verre au cours du procédé.

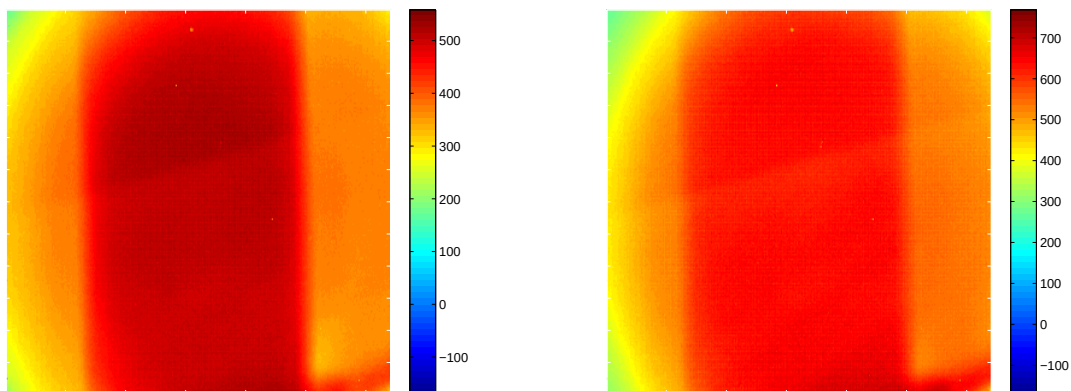
La figure 9.9 est conforme à la réalité du procédé puisque les déplacements mesurés à l'issue du thermoformage sont conformes au moule. La correction des valeurs avec la courbe d'étalonnage de la figure 7.14 semble très importante puisqu'on constate notamment que les deux premières courbes s'inversent, et que les formes finales se superposent à condition d'avoir effectué les corrections.

La dilatation thermoviscoélastique n'a pas d'effet visible sur les mesures. Nous attirons l'attention du lecteur sur le relevé de température effectué et présenté sur la figure 9.4 : en effet, l'écart de température mesuré entre les thermocouples placés au niveau des résistances et celui placé au dessus du verre est important ($\approx 50^{\circ}\text{C}$). Nous pouvons remarquer que le verre ne commence à fluer qu'une fois que la température de son environnement proche et de sa surface (comme le montreront les cartographies IR) aura atteint la transition vitreuse.

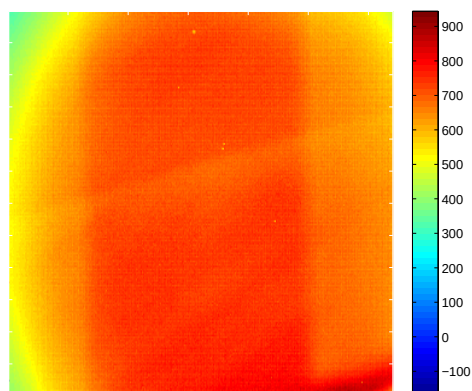
Enfin, nous avons souhaité vérifier les profils en plusieurs endroits du champ de mesure.



(a) image 50, $t \approx 1500s$, $T \approx 300^\circ C$ au niveau des résistances (b) image 100, $t \approx 3000s$, $T \approx 450^\circ C$ au niveau des résistances



(c) image 150, $t \approx 4500s$, $T \approx 580^\circ C$ au niveau des résistances (d) image 200, $t \approx 6000s$, $T \approx 680^\circ C$ au niveau des résistances

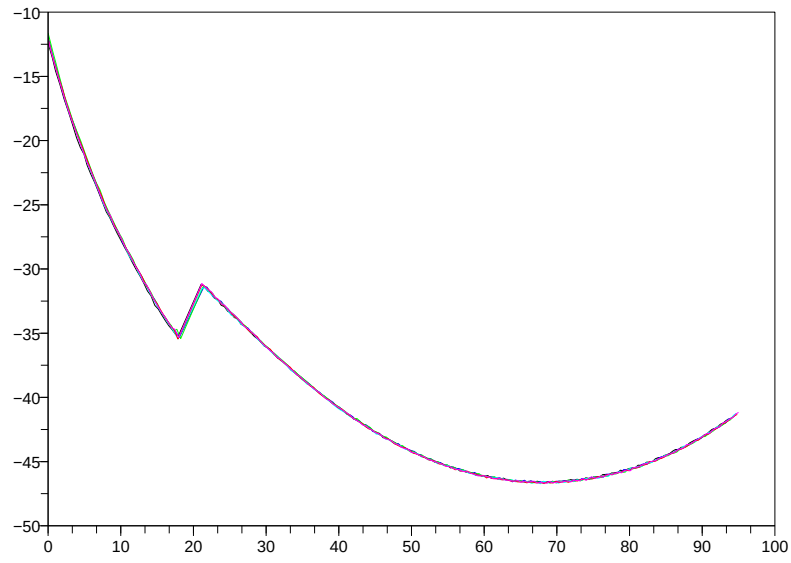


(e) image 250, $t \approx 7500s$, $T \approx 600^\circ C$ au niveau des résistances

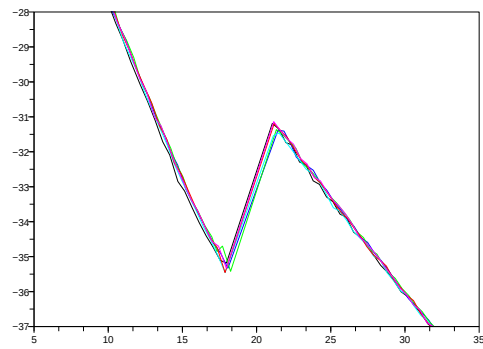
FIGURE 9.7 – Cartes de températures obtenues avec la caméra IR en K

Nous avons vérifié que sur les profils mesurés sur plusieurs droites perpendiculaires au moule et parallèles entre elles sont bien identiques comme le montre la figure 9.8.

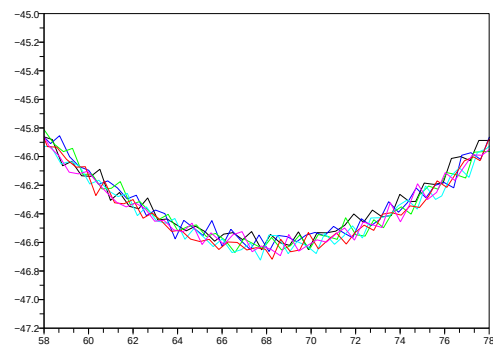
Concernant les mesures de températures, celles indiquées sur les cartes obtenues ne sont pas



(a) Graphique complet



(b) Zoom sur la discontinuité verre-moule



(c) Zoom sur la déformée maximum de la plaque de verre

FIGURE 9.8 – Profils de déplacement $U_Z = Z - Z_0$ selon une droite parallèle à x en différentes positions

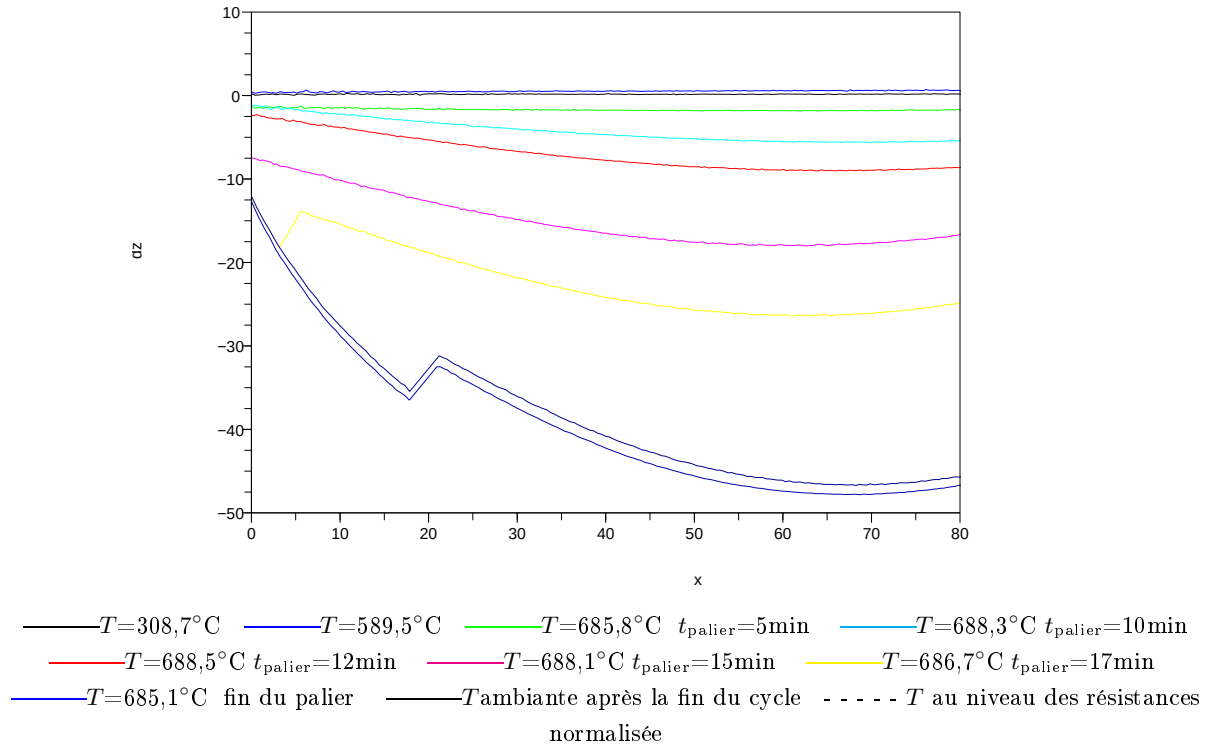


FIGURE 9.9 – Profils de déplacement $U_Z = Z - Z_0$ selon une droite $x = 0$ au cours du procédé pour différentes températures au niveau des résistances

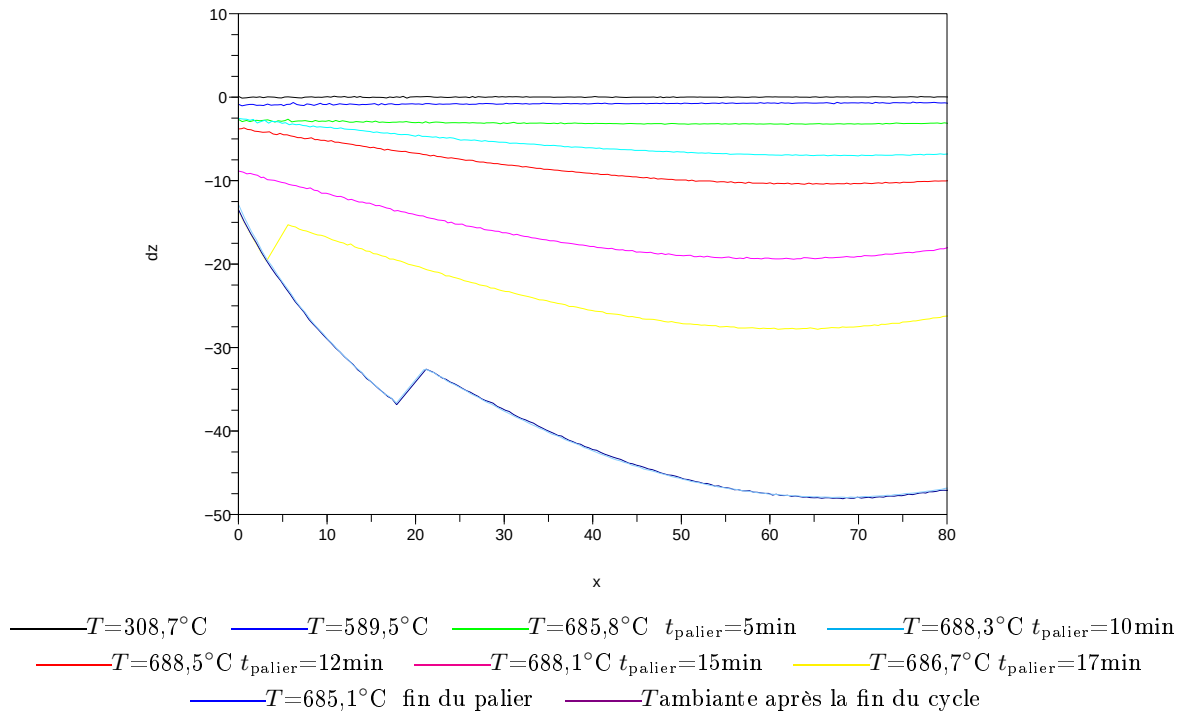


FIGURE 9.10 – Profils de déplacement $U_Z = Z - Z_0$ selon une droite $x = 0$ au cours du procédé pour différentes températures au niveau des résistances après correction avec la courbe d'étalonnage de la figure 7.14

homogènes et nous ne sommes pas en mesure d'assurer les valeurs quantitatives car l'étalonnage a été réalisé sur une petite zone centrale du champ de mesure de la caméra et que nous n'avons pas pu effectuer la correction d'uniformisation sur nos données. En effet, la non-uniformité du détecteur implique que nous ne sommes pas en mesure d'attribuer les gradients thermiques visibles sur les images à la non-uniformité réelle des température ou à celle du détecteur. Cette même lacune pourrait expliquer le bruit visible sur les profils 9.11 puisque deux pixels adjacents ne possèdent pas la même courbe de sensibilité. On peut voir des structures reproductibles entre chaque courbe qui laisse penser que ce n'est pas que du bruit ; une étude des corrélations entre les différentes courbes permettrait de trancher cette question.

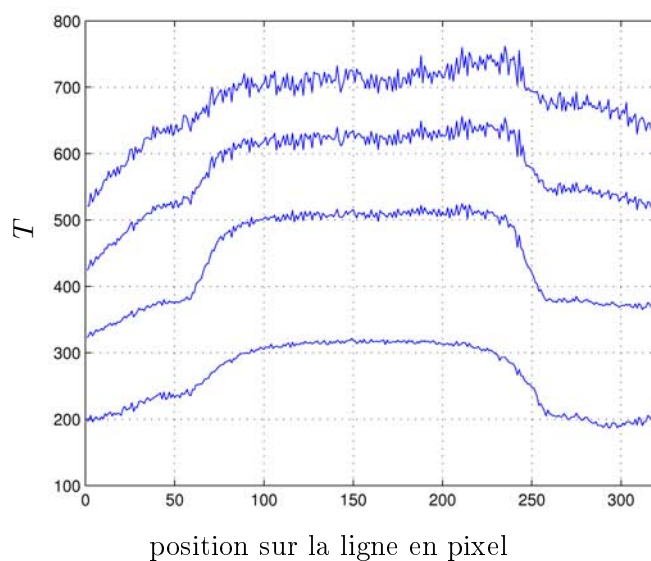


FIGURE 9.11 – Profil de température sur la médiane du champ de mesure aux mêmes instants que sur la figure 9.7

9.3 Conclusion

Nous sommes parvenus à réaliser des mesures. En mécanique, la correction de la dérive en température de la mesure avec la courbe d'étalonnage permet de retrouver des résultats similaires à la fin du palier et à la fin du cycle. Les courbes sont vierges de toute manifestation de la thermoviscoélasticité : on en constate ni la dilatation lors du chauffage ni la rétractation lors du refroidissement. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce résultat en désaccord avec les simulations numériques réalisées :

- les conditions expérimentales de cet essai sont telles que la référence prise pour calculer les déplacements est prise à une température au niveau des résistances de l'ordre de 300°C. Même en tenant compte du gradient existant dans cette phase de chauffage au sein du four, il se peut que la température de cette mesure de référence biaise nos résultats ;
- la courbe de correction a été appliquée très simplement en reportant le décalage correspondant à chacune des températures. Comme cela a déjà été abordé il faudrait mener une étude plus poussée de ce phénomène de dérive pour d'une part l'expliquer mais surtout pour établir une meilleure courbe ou fonction de correction ;
- enfin, la simulation numérique se place dans le cas d'un contact verre-moule parfaitement glissant, or dans la réalité nous n'avons pas d'information sur ce paramètre. Si toutefois il s'avérait que le contact verre moule dans notre cas d'étude expérimentale était collant, la dilatation ne se manifesterait pas par un déplacement ascendant de toute la surface supérieure.

Afin de lever ces hypothèses, une campagne de mesure est programmée pour, nous l'espérons, nous apporter des réponses.

D'autre part, concernant la mesure de température, nous n'avons pas pu effectuer les corrections d'uniformité, la seule conclusion que nous pouvons tirer est que le filtre de Christiansen permet de mesurer la température du verre. D'un point de vue quantitatif, force est de constater que nos résultats ne sont pas exploitables en l'état : les écarts de températures constatés peuvent aussi bien être dus à la non-uniformité du capteur qu'à un phénomène physique réel en l'état actuel des choses. Il nous faut donc poursuivre la qualification de la caméra IR dès que nous aurons reçu le CN adapté à cette mesure et retraité nos résultats.

Ainsi, si le banc expérimental est bien en place, des mesures complémentaires et une part d'investigation sont encore à mener en ce qui concerne la mesure de température. La mesure de déplacement transverse va être complétée dans les mois à venir par la corrélation d'image, et des mesures complémentaires permettant de mieux corriger la mesure nous permettront dans un avenir proche de mener une vaste campagne de mesure.

Conclusion et perspectives

Cette première thèse au LEMTA et au LSGS, sur le thermoformage du verre, se proposait de répondre au besoin du CERFAV : mieux connaître le procédé artisanal afin de l'optimiser. Un modèle thermomécanique complet adapté à l'étude a été décrit dans la première partie de ce travail. Il a ensuite été développé numériquement et implémenté en partie dans le logiciel commercial MSC MARC© utilisé au LSGS.

Les différents modèles mécaniques envisagés dans la littérature ont été testés. Le modèle viscoélastique rhéologique de Maxwell à six branches, complété par les modèles de dilatation viscoélastique et simplicité thermorhéologique de Narayanaswami, développés dans la partie théorique de ce mémoire se sont avérés les mieux adaptés à notre étude. Le modèle mécanique a ensuite été appliqué au thermoformage, avec et sans prise en compte de la conduction thermique. Sa mise en œuvre a nécessité une étude expérimentale préalable du procédé afin de définir des conditions aux limites réalistes. Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'influence du gradient de température au sein du verre sur le fluage. Les caractéristiques du matériau ainsi que ces gradients thermiques nous ont amenés à prendre en compte le transfert de chaleur par rayonnement dans le verre.

Ainsi, le code radiatif RAD2D développé au LEMTA, basé sur la méthode des volumes finis, a été généralisé au verre, milieu semi-transparent et non-gris. Ce module de rayonnement a ensuite été implémenté dans le logiciel MSC MARC©. Le couplage thermique (conduction-rayonnement) a été dans un premier temps validé par comparaison avec des cas tests issus de la littérature. Il a ensuite été appliqué à une plaque de verre soumise à des conditions thermiques proches du thermoformage.

En parallèle de ce travail numérique, nous avons conçu et mis en place un banc expérimental original autour d'un four de thermoformage. Celui-ci a été modifié pour permettre la réalisation de mesures plein champ. L'objectif de cette étude expérimentale est de mieux connaître le procédé et de permettre une validation expérimentale de l'outil numérique développé ici. Nous disposons à ce jour d'un four de thermoformage artisanal instrumenté doté d'outils performants de mesures surfaciques sans contact de déplacement vertical et de température. Les premières mesures vont permettre de constituer une base de données intéressantes en réalisant des essais complémentaires avec différents chargements thermiques, différentes géométries...

De plus, nous avons développé des outils performants permettant une meilleure connaissance du four de thermoformage en termes de répartition des températures et de flux émis par les résistances du four. Ces outils qui renseignent l'artisan sur le four et lui permettent d'améliorer son procédé ont d'ailleurs été transférés au CERFAV qui réalise des prestations et travaille sur l'amélioration des cycles de thermoformage. Une campagne de caractérisation du verre étudié a été initiée, elle apporte des données expérimentales importantes pour les modèles. À terme, celles-ci devraient être intégrées dans le code de calcul avec les informations sur le four pour correspondre davantage au procédé réel.

Cette étude a donc permis de répondre en grande partie à la problématique du CERFAV puisque nous avons mis en place un outil numérique permettant de simuler le thermoformage d'une plaque de verre. Il reste bien entendu des améliorations à apporter tels que la prise en

compte du rayonnement thermique, d'autres conditions aux limites, le contact verre-moule et les paramètres des matériaux issus de nos mesures expérimentales. En parallèle, nous avons mis en place plusieurs outils de mesures permettant la caractérisation du verre et du four ainsi que la mesure en temps réel et sans contact du déplacement vertical et de la température à la surface de la plaque de verre étudiée.

Ce bilan nous amène maintenant à constater que les perspectives de ce travail sont nombreuses. À court terme, il semble important d'effectuer le couplage thermomécanique complet, en prenant en compte le module de rayonnement qui a été développé ici, ce qui constitue l'avancée la plus importante au regard des travaux existants. Il serait également intéressant de poursuivre la caractérisation du verre et d'insérer les résultats expérimentaux ainsi produits dans le modèle numérique. Les mesures de flux réalisées devraient également, à terme, pouvoir être prises en compte en tant que conditions aux limites du problème radiatif. Le modèle mécanique, bien que très complet, nécessite une étude tribologique permettant d'appréhender le contact verre-moule de manière plus réaliste. Soulignons que des résultats intéressants figurent dans la littérature, mais n'ont pas été mis en œuvre dans le cadre de cette étude ; une étude des contraintes résiduelles induite par la phase de refroidissement est aussi envisagée (numériquement et expérimentalement). Enfin, l'étude numérique devrait être poursuivie par le couplage thermomécanique complet et une étude de sensibilité aux différents paramètres (géométrie, terme source radiatif, propriétés du matériau, pas de temps, discrétisation spatiale et angulaire...). Avant de transférer le code développé au cours de ce travail aux industriels partenaires, celui-ci devra faire l'objet d'une étude complémentaire qui permettra de diminuer les temps de calcul par la parallélisation des calculs radiatifs en longueur d'onde et par le développement de modèles réduits. Le passage en trois dimensions est aussi envisagé pour simuler le thermoformage d'une pièce en verre.

Du point de vue expérimental, l'aspect innovant et complet du banc de mesure nous invite à l'améliorer et à réaliser une campagne de mesures complète afin de créer une base de données expérimentales de référence sur le procédé. Tout d'abord, l'acquisition du système de corrélation d'image décrit dans ce travail dont la livraison est prévue dans les mois à venir nous donnera accès au déplacement dans les trois dimensions grâce à un système de suivi lagrangien de la mesure. Le calibrage en température nécessite également des investigations supplémentaires pour diminuer l'incertitude de mesure. Enfin, nous souhaitons encore mieux connaître le four et le procédé en multipliant les thermocouples de contrôle et en améliorant la commande de régulation.

À plus long terme, ce travail s'inscrit au cœur d'un projet ANR MIPIVERRE, labellisé par un pôle de compétitivité, dont nous sommes aujourd'hui à mi-parcours. Il est l'objet de collaborations inter-universitaires et industrielles qui devraient permettre d'exploiter encore davantage les outils et résultats de cette étude. Citons par exemple le transfert industriel selon les besoins de nos partenaires, et le développement d'outils d'analyse inverse. Ceux-ci devraient, à terme, permettre de déterminer, de manière numérique, le chargement thermique optimal pour une pièce à produire, voire même la conception de moules « intelligents », capables de compenser les gradients thermiques du four par des apports de chaleur ou un refroidissement local du verre. Cette étude constitue donc le premier pas vers une meilleure productivité en thermoformage du verre.

Références

- Agnon Y. et Stokes Y. (2005). An inverse modelling for glass forming by gravity sagging. *European Journal of Mechanics B/Fluids* 24 : 275–287.
- Andre S. (1992). *Identification de la diffusivité phonique du verre par méthode Flash de 20° C à 600° C*. Thèse de Doctorat, LEMTA-INPL, Nancy.
- Asllanaj F., Feldheim V. et Lybaert P. (2007). Solution of radiative heat transfer in 2-D geometries by a modified finite volume method based on a cell vertex scheme using unstructured triangular meshes. *Numerical Heat Transfer, Part B* 51(2) : 97–119.
- Asllanaj F., Parent G. et Jeandel G. (2007). Transient radiation and conduction heat transfer in a gray absorbing - emitting medium applied on two dimensional complex shaped domains. *Numerical Heat Transfer, Part B* 52(2) : 97–119.
- Asllanaj F., Soudre L., Meshaka Y. et Jeandel G. (2008a). New computational model for transient radiative and conductive exchanges in glass. Application in thermoforming. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. proposed.
- Asllanaj F., Soudre L., Meshaka Y. et Jeandel G. (2008b). Simulation of transient two-dimensionnal radiative and conductive heat exchanges in high temperature glass. In *CHT 2008, Advances in computationnal heat tranfser, Marrakech, Maroc*, p.
- Avril S., Ferrier E., Vautrin A., Hamelin P. et Surrel Y. (2004). A full-field optical method for the experimental analysis of reinforced concrete beams repaired with composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 35(7-8) : 873–884.
- Bernard F., Daudeville L. et Gy R. (2005). Calcul des contraintes résiduelles dans les zones d’assemblage de plaques en verre trempé. *Mécanique et Industries* 6(1) : 55–64.
- Berour N. (2005). *Modélisation du transfert de chaleur par rayonnement, conduction et convection*. Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy 1.
- Berour N., Lacroix D. et Jeandel G. (2006). Radiative and conductive heat exchanges in high temperature glass melt with the finite volume method approach. Influence of several spatial differencing schemes on RTE solution. *Numerical Heat Transfer, Part A* 49 : 567–588.
- Berthelot J. M. (1992). *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*. Masson, Paris.
- Beveridge P., Domenech I. et Pascual E. (2005). *Le verre - L’art et les techniques du travail au four*. GRÜND.
- Bianco N. et Manca O. (2000). Two dimensional transient analysis of absorbing thin films in laser treatments. *Journal of Heat Transfer* 122 : 113–117.
- Borde C. (1984). *Étude de la déformation non élastique de verres d’oxydes autour de la transition vitreuse*. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France.

- Carré H. (1996). *Étude du comportement à la rupture d'un matériau fragile précontrainte : le verre trempé*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et chaussées, France.
- Cesar De Sa J.-M. (1986). Numerical modelling of glass forming processes. *Engineering Computations* 3(4) : 266–275.
- Cohen M. F. et Greenberg D. P. (1988). *The hemi-cube : a radiosity solution for complex environments*. New York, NY, USA : Computer Science Press, Inc.
- Druma C., Alam M., Druma A. et Hoque A. (2004). Finite element analysis of TV panel glass during cooling. *Materials and manufacturing processes* 19 : 1171–1187.
- Duffrene L. (1994, December). *Comportement viscoélastique d'un verre silico-sodo-calcique dans le domaine des températures intermédiaires : approche phénoménologique et modélisation en triaxialité*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France.
- Duquennoy M., Devos D., Romero E., Jenot F., Lochegnies D., Ouaftouh M. et Ourak M. (2006). Ultrasonic evaluation of residual stresses in flat glass tempering by an original double interferometric detection, ultrasonics. In *Proceedings of Ultrasonics International (UI'05) and World Congress on Ultrasonics (WCU)*, p. 923–927.
- Falipou M. (1998). *Tribologie du contact verre-métal à haute température. Application au formage du verre creux*. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon.
- Feulvarch E., Moulin N., Saillard P., Lornage T. et Bergheau J.-M. (2005). 3D simulation of glass forming process. *Journal of Materials Processing Technology* 164-165 : 1197–1203.
- Furmanski P. et Banaszek J. (2004). Finite element analysis of concurrent radiation and conduction in participating media. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 84 : 563–573.
- Guilbert G. (1985). *Étude des caractéristiques optiques des milieux poreux semi-transparents*. Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy 1.
- Guillemet C. et Barton J. (2005). *Le verre - Science et Technologie*. EDP Sciences.
- Guillemet C., Gy R. et Labrot M. (1992). Viscosity, configurational entropy and structural relaxation of silica-soda-lime glass. In *XVIIth international congress on glass, Madrid*, p.
- Guillemet C., Gy R., Labrot M., Neuville D., Sipp A. et Richet P. (1993). Viscosity, configurational entropy and structural relaxation of a silica-soda-lime glass. In *XVI International Congress on Glass, Vol. 2, Glass Transition - Phase Transformation - Non-Oxide Glasses, Madrid, Spain*, p. 183–188.
- Hoque A., Fischer C. E. et Wu W. T. (2001). Simulation of the glass pressing process using 3-dimensional large deformation finite element software. *Scientific Forming Technologies Corporation, Ohio*.
- Jacob P. et Hagen H. (1999). A BSP-based algorithm for analytical form-factor calculation. *Computer Graphics and Geometry* 1(2) : 50–74.
- Jacquot P. (2008). Speckle interferometry : A review of the principal methods in use for experimental mechanics applications. *Strain* 44 : 57–69.
- Jain A. et Yi A. Y. (2005). Finite element modeling of structural relaxation during annealing of a precision-molded glass lens. *Journal of Manufacturing Science and Engineering* 128(3) : 683–690.

- Jain A. et Yi A. Y. (2006). Finite element modeling of structural relaxation during annealing of a precision-molded glass lens. *Journal of Manufacturing Science and Engineering* 128 : 683–690.
- Klein J., Lointier P., Chalvidan V. et Hild F. (2004). Développement d'un capteur optique de mesure de déplacements tridimensionnels sans contact. In *V^{ème} Colloque Francophone du Club Contrôles et Mesures Optiques pour l'Industrie, Saint-Etienne, France*, p.
- Koch R. et Becker R. (2004). Evaluation of quadrature schemes for the discrete ordinates method. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 84(4) : 423–435.
- Kreis T. (1996). *Holographic Interferometry : Principles and Methods*. Akademie Verlag.
- Kurkjian C. R. (1963). Relaxation of torsional stress in the transformation range of soda-lime-silicate-glass. *Physics and Chemistry of glasses* 4(4) : 128–136.
- Lacroix D., Berour N., Boulet P. et Jeandel G. (2006). Transient radiative and conductive heat transfer in non-gray semitransparent two dimensional media with mixed boundary conditions. *Heat and Mass Transfer* 42 : 322–337.
- Lacroix D., Parent G., Asllanaj F. et Jeandel G. (2002). Coupled radiative and conductive heat transfer in a non-grey absorbing and emitting semitransparent media under collimated radiation. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 75 : 589–609.
- Lee K. H. et Viskanta R. (1999). Comparison of the diffusion approximation and the discrete ordinates method for the investigation of heat transfer in glass. *Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. : Glastechnische Berichte* 72(8) : 254–265.
- Lee K. H. et Viskanta R. (2001). Two-dimensional combined conduction and radiation heat transfer : comparison of the discrete ordinates method and the diffusion approximation methods. *Numerical Heat Transfer, Part A* 39 : 205–225.
- Lemaitre J. et Chaboche J. (2004). *Mécanique des matériaux solides* (2nde éd.). DUNOD.
- Lindenlaub C. (1982). Thermoformage. *Techniques de l'Ingénieur* A3660.
- Lochegnies D. et Cable M. (2004). Modelling and control of glass forming and tempering. *International Journal of Forming Processes* 7.
- Lochegnies D., Moreau P. et Oudin J. (1996). Finite element strategy for glass sheet manufacturing by creep forming. *Numerical methods in Engineering* 12 : 331–341.
- Mann D., Field R. E. et Viskanta R. (1992). Determination of specific heat and true thermal conductivity of glass from dynamic temperature data. *Wärme und Stoffübertragung* 27 : 225–231.
- Mattei S. (2005). Rayonnement thermique des matériaux opaques. *Techniques de l'Ingénieur* BE 8 210 : 1–24.
- Mishra S. C. et Roy H. K. (2007). Solving transient conduction-radiation problems using the lattice Boltzmann method and the finite volume method. *J. Comput. Phys.* 223(1) : 89–107.
- Mishra S. C., Talukdar P., Trimis D. et Durst F. (2003). Computational efficiency improvements of the radiative transfer problems with or without conduction - a comparison of the collapsed dimension method and the discrete transfer method. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 46(16) : 3083–3095.

- Modest M. F. (2003). *Radiative Heat Transfer - second edition* (international editions éd.). Mc Graw Hill.
- Mondal B. et Mishra S. C. (2008). Lattice Boltzmann method applied to the solution of the energy equations of the transient conduction and radiation problems on non-uniform lattices. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 51(1-2) : 68–82.
- Narayanaswamy O. S. (1971). A model of structural relaxation in glass. *Journal of the American Society* 54(10) : 491–498.
- Narayanaswamy O. S. et Gardon R. (1969). Calculation of residual stresses in glass. *Journal of the American Society* 52(10) : 554–558.
- Noiret C. (1996). *Modèles éléments finis du pressage, du fluage et du soufflage du verre*. Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, France.
- Parsa M. H., Rad M. et Shahosseini M. R. (2005). Simulation of windscreen bending using viscoplastic formulation. *Journal of Materials processing technology* 170 : 298–303.
- Rekhson S. (1990). Computer modeling of glass behavior. *Journal of Non Crystalline Solids* 123 : 26–35.
- Rekhson S. et Lu Z. H. (1993). Computer modelling of the forming process. *The Glass Industry* 74 : 15–19.
- Rekhson S., Wang Y. et Wang H. P. (1990). Computer modelling of glass flow in ribbon process. *Ceramic engineering and science proceedings* 11 : 196–204.
- Robinson D. W. (1983). Automatic fringe analysis with a computer image-processing system. *Applied Optics* 22 : 2169–2176.
- Rousse D. R. (2000). Numerical predictions of two-dimensional conduction, convection, and radiation heat transfer. I. Formulation. *International Journal of Thermal Sciences* 39(3) : 315–331.
- Rousse D. R., Gautier G. et Sacadura J.-F. (2000). Numerical predictions of two-dimensional conduction, convection, and radiation heat transfer. II. Validation. *International Journal of Thermal Sciences* 39(3) : 332–353.
- Roux S., Hild F., et Berthaud Y. (2002). Correlation image velocimetry : A spectral approach. *Applied Optics* 41 : 108–115.
- Rubin M. (1985). Optical properties of soda lime glasses. *Solar Energy Materials* 12 : 275–288.
- Sacadura J. F. (1980). *Initiations aux transferts thermiques*. Lavoisier Technique et Documentation.
- Sakami M. et Charette A. (2000). Application of a modified discrete ordinates method to two-dimensional enclosures of irregular geometry. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 64(3) : 275–298.
- Salençon J. (1983). *Viscoélasticité*. Presses de l'école nationale des ponts et chaussées.
- Scholze H. (1980). *Le verre - Nature, structure et propriétés* (2nde éd.). Institut du verre.
- Stockes Y. M. (1998). *Very viscous flows driven by gravity*. Thèse de Doctorat, University of Adelaide, Australia.

- Stokes Y. M. (2000). Numerical design tools for thermal replication of optical-quality surfaces. *Computers and fluids* 29 : 401–414.
- Surrel Y. (2000). Fringe analysis. *Journal of Applied Physics* 77 : 55–102.
- Tool A. Q. (1946). Relation between inelastic deformability and thermal expansion of glass in its annealing range. *Journal of the American Society* 29(9) : 240–253.
- Van Iseghem M. (2000). *Simulation of a glass forming process ; application to the assembling of electron guns*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Wu K. H. et Wu C. Y. (1998). Transient two dimensional radiative and conductive heat transfer in an axisymmetric medium. *Heat and Mass Transfer* 33 : 327–331.
- Yi A. Y. et Jain A. (2005). Numerical modeling of viscoelastic stress relaxation during glass lens forming process. *Journal of the American Ceramic Society* 88(3) : 530–535.
- Zanotto E. D. (1998). Do cathedral glasses flow. *American Journal of Physics* 66 : 392–396.
- Zarzycki J. (1982). *Les verres et l'état vitreux*. Masson.
- Zhou H. M., Feng W., Geng T. et Li D. Q. (2006). Residual thermal stresses simulation of television panel in the forming process. Part 2 : Simulations and validation. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C : Journal of Mechanical Engineering Science* 220 (5) : 583–591.

Annexes

Annexe A

Etablissement de l'ETR

Raisonnons sur un élément de volume : le rayonnement se propage dans une certaine direction d'incidence $\underline{\Delta}$, au sein d'un volume élémentaire d'un milieu semi-transparent, choisi cylindrique de longueur ds et orienté selon la direction de propagation du rayonnement, $\underline{\Delta}$. En traversant le cylindre, l'intensité du rayonnement change : la densité d'énergie radiative $u_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)$ varie et il en est de même pour la luminance, selon une quantité $dL_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)$, conformément au schéma A.1.

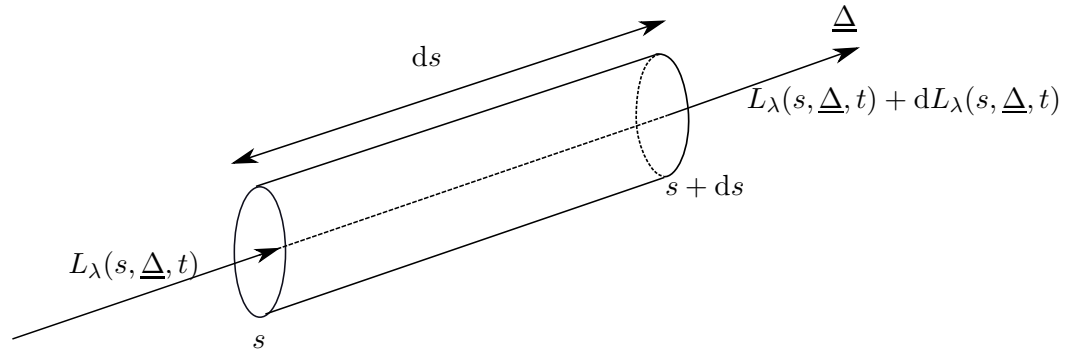


FIGURE A.1 – Variation de la luminance à travers un cylindre

Pour déterminer la variation de la luminance à l'intérieur du volume de contrôle, un bilan d'énergie est réalisé au sein du volume dV .

Les notations utilisées sont les suivantes :

- La densité d'énergie radiative spectrale donnée pour une direction en unité de volume, de temps et de longueur d'onde : $u_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)$. Elle est telle que :

$$u_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) = \int_{4\pi} \frac{1}{v_g} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \cos \theta \, d\Omega \, d\lambda \quad (\text{A.1})$$

- La densité locale d'énergie monochromatique produite par unité de volume, d'angle solide, de temps et de fréquence : w_λ .
- La quantité d'énergie rayonnée à travers l'élément de surface par unité de temps, et de fréquence pour une direction donnée : q_λ .

Ainsi en reprenant la contribution de chacune de ces grandeurs on obtient **pour le volume de contrôle** dV les trois termes suivants :

- La variation d'énergie radiative s'exprime comme suit :

$$\int_V \frac{\partial u_\lambda}{\partial t} dV \, dt \, d\lambda \quad (\text{A.2})$$

– L'énergie produite ou perdue, par diffusion et absorption est donnée par :

$$\int_V \int_{4\pi} w_\lambda dt d\lambda d\Omega dV \quad (\text{A.3})$$

– L'expression de l'énergie rayonnée est la suivante :

$$\int_{S_V} \underline{q}_\lambda \cdot \underline{n}_{ext} ds dt d\lambda \quad (\text{A.4})$$

avec $\underline{n}_{ext}$ la direction, normale extérieure telle que $\underline{n}_{ext} ds = d\underline{S}$ et S_V la surface d'intégration entourant le volume V

Il découle le bilan suivant :

$$\int_V \frac{\partial u_\lambda}{\partial t} dV dt d\lambda = - \int_{S_V} \underline{q}_\lambda \cdot \underline{n}_{ext} dS dt d\lambda + \int_V \int_{4\pi} w_\lambda dt d\lambda d\Omega dV \quad (\text{A.5})$$

En utilisant le théorème d'Ostrogradsky (ou de la divergence généralisée), le bilan s'exprime en intégrale de volume uniquement, comme suit :

$$\int_V \frac{\partial u_\lambda}{\partial t} dV dt d\lambda = - \int_V \text{div} \underline{q}_\lambda dV + \int_V \int_{4\pi} w_\lambda dt d\lambda d\Omega dV \quad (\text{A.6})$$

En exprimant les grandeurs caractéristiques en fonction de la luminance, l'expression du bilan se simplifie par la suppression des intégrales :

$$u_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) = \int_{4\pi} \frac{1}{v_g} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) d\Omega \quad (\text{A.7})$$

$$\text{et } \vec{q}_\lambda(s, t) = \int_{4\pi} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \underline{\Delta} d\Omega \quad (\text{A.8})$$

soit l'équation bilan suivante :

$$\frac{1}{v_g} \frac{\partial L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial t} = -\text{div}(L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \underline{\Delta}) + w_\lambda \quad (\text{A.9})$$

avec $\underline{\Delta}$ le vecteur direction et la vitesse qui s'écrit dans notre cas $v_g \cdot \underline{\Delta}$ avec v_g la vitesse de propagation des ondes électromagnétiques dans le milieu ou vitesse de groupe. Elle s'exprime en fonction de l'indice optique n_λ de celui-ci et de la vitesse de propagation des ondes dans le vide, c qui vaut approximativement $2,99 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

$$c = n_\lambda v_g \quad (\text{A.10})$$

On sait que :

$$\text{div}(L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \underline{\Delta}) = L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \text{div} \underline{\Delta} + \underline{\Delta} \cdot \underline{\text{grad}} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \quad (\text{A.11})$$

avec $\text{div} \underline{\Delta} = 0$ puisque $\underline{\Delta}$ exprime la direction et représente donc un vecteur unitaire. Ainsi que l'expression de la différentielle de Stokes ou dérivée particulière, qui s'écrit pour une variable X qui dépend de la position s , la direction $\underline{\Delta}$ et du temps t :

$$\frac{DX}{Dt} = \frac{\partial X}{\partial t} + \underline{\Delta} \cdot \underline{\text{grad}} X \quad (\text{A.12})$$

Il découle l'équation du transfert radiatif, qui est une équation locale :

$$\frac{1}{v_g} \frac{D}{Dt} L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) = \frac{1}{v_g} \frac{\partial L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial t} + \frac{\partial L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial s} = w_\lambda \quad (\text{A.13})$$

Le terme w_λ d'énergie produite ou perdue doit être exprimé en fonction de la luminance et des divers mécanismes qui interviennent. En effet, cette énergie globale résulte de la contribution de quatre phénomènes : le rayonnement propre du milieu lié à l'absorption, l'atténuation par absorption, le renforcement et l'atténuation par diffusion ; ils se mettent en équation comme suit :

$$w_\lambda = w_{\lambda_{\text{émis}}} - w_{\lambda_{\text{absorbé}}} + \int_{\vec{u}'} dW_\lambda(\underline{\Delta}' \rightarrow \underline{\Delta}) - \int_{\underline{\Delta}''} dW_\lambda(\underline{\Delta} \rightarrow \underline{\Delta}'') \quad (\text{A.14})$$

Détaillons chacun des termes :

- Émission par rayonnement propre : $w_{\lambda_{\text{émis}}}$

La température du milieu entraîne la production d'un rayonnement (émission propre). En considérant l'équilibre thermodynamique respecté au moins localement, et en utilisant la loi de Kirchhoff, le terme d'émission propre s'écrit :

$$w_{\lambda_{\text{émis}}} = \kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) n_\lambda^2(T) L_\lambda^0(T(s, t)) \quad (\text{A.15})$$

avec

$T(s, t)$: température locale au point s et à l'instant t ,

$n_\lambda(T)$: indice optique relatif du milieu fonction de la température,

$L_\lambda^0(T(s, t))$: luminance du corps noir à la température locale, donnée par la loi de Planck,

$\kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T)$: coefficient monochromatique d'absorption, fonction de la température et de la direction.

- Atténuation par absorption : $w_{\lambda_{\text{absorbé}}}$

Elle découle également de la loi de Kirchhoff :

$$w_{\lambda_{\text{absorbé}}} = \kappa_\lambda(\underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \quad (\text{A.16})$$

- Atténuation par diffusion : $w_{\lambda_{\text{atténuation par diffusion}}}$

$$w_{\lambda_{\text{atténuation par diffusion}}} = \int_{\underline{\Delta}''} dW_\lambda(\underline{\Delta} \rightarrow \underline{\Delta}'') \quad (\text{A.17})$$

Ce phénomène est directement lié aux caractéristiques intrinsèques du matériau semi-transparent diffusant. Celui-ci diffuse donc une partie du rayonnement incident dans toutes les directions autres que $\underline{\Delta}$.

$$\int_{\underline{\Delta}''} dW_\lambda(\underline{\Delta} \rightarrow \underline{\Delta}'') = \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}, T) L_\lambda(s, \underline{\Delta}, t) \quad (\text{A.18})$$

où $\sigma_{s\lambda}$ est le coefficient de diffusion monochromatique, l'indice s étant mis pour « *scattering* ».

- Renforcement par diffusion : $w_{\lambda_{\text{renforcement par diffusion}}}$

$$w_{\lambda_{\text{renforcement par diffusion}}} = \int_{\underline{\Delta}'} dW_\lambda(\underline{\Delta}' \rightarrow \underline{\Delta}) \quad (\text{A.19})$$

Considérons le rayonnement suivant la direction $\underline{\Delta}$, il est renforcé par la diffusion d'une partie du rayonnement se propageant initialement de la direction $\underline{\Delta}'$ conformément au schéma A.3. Pour pouvoir quantifier ce gain d'énergie, il faut bien entendu considérer les contributions probabilistes de l'ensemble des directions de l'espace sur les 4π sr en faisant intervenir la fonction de phase, telle que la probabilité pour que le rayonnement diffusé provenant de $\underline{\Delta}'$ soit dans l'angle solide $d\Omega$ centré autour de la direction $\underline{\Delta}$, soit égale à :

$$\frac{1}{4\pi} P_\lambda(\vec{\Omega}' \rightarrow \vec{\Omega}) d\Omega \quad (\text{A.20})$$

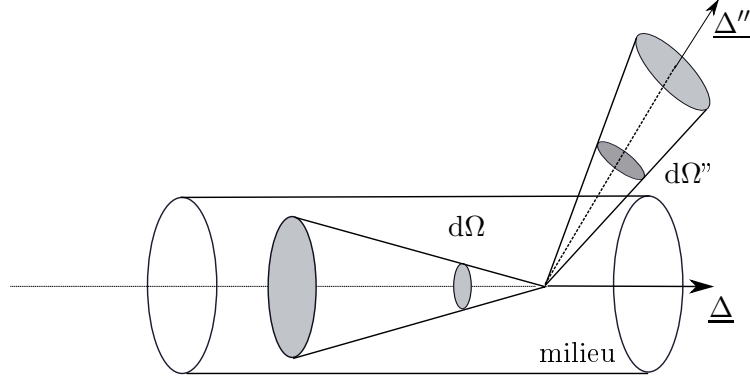


FIGURE A.2 – Schéma d'atténuation de la luminance par diffusion

Il découle l'expression du gain par diffusion suivante :

$$\int_{\underline{\Delta}'} dW_{\lambda}(\underline{\Delta}' \rightarrow \underline{\Delta}) = \frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}', T) P_{\lambda}(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}, T) L_{\lambda}(s, \underline{\Delta}', t) d\Omega' \quad (\text{A.21})$$

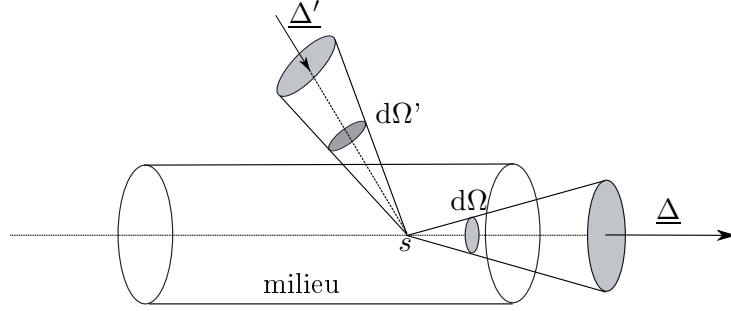


FIGURE A.3 – Schéma de renforcement de la luminance par diffusion

Finalement, en raisonnant sur la luminance qui traverse le volume de contrôle V , la variation de luminance observée sur le trajet ds résulte de la contribution de chacun des termes décrits précédemment soit :

$$\begin{aligned} \frac{1}{v_g} \frac{\partial L_{\lambda}(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial t} + \frac{\partial L_{\lambda}(s, \underline{\Delta}, t)}{\partial s} &= \kappa_{\lambda}(\underline{\Delta}, T) n_{\lambda}^2 L_{\lambda}^0(T(s, t)) \\ &\quad - \kappa_{\lambda}(\underline{\Delta}, T) L_{\lambda}(s, \underline{\Delta}, t) - \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}, T) L_{\lambda}(s, \underline{\Delta}, t) \\ &\quad + \frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} \sigma_{s\lambda}(\underline{\Delta}', T) P_{\lambda}(s, \underline{\Delta}', \underline{\Delta}, T) L_{\lambda}(s, \underline{\Delta}', t) d\Omega' \end{aligned} \quad (\text{A.22})$$

Annexe B

Etablissement de l'équation de conservation de l'énergie

Considérons un volume de contrôle V délimité par la surface S et faisons, en première approximation, l'hypothèse que le volume V et sa frontière S sont indéformables et semi-transparents. Notons $\underline{n}_{\text{ext}}$ la normale à la surface S orientée vers l'extérieur, conformément à la figure B.1.

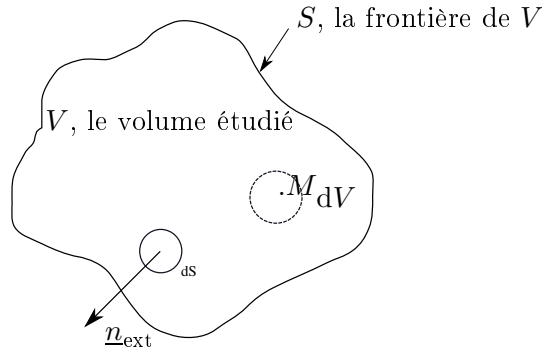


FIGURE B.1 – Volume de contrôle et notations utilisés pour établir l'équation

Le milieu reçoit, émet et transmet un certain flux de chaleur qui entraîne des variations du champ de températures T , donc de la densité de flux total de chaleur $\underline{Q}_{\text{tot}}$, en fonction de la position s et du temps t . La quantité de chaleur reçue par le volume V à travers la surface S par unité de temps est donc de la forme :

$$\int_S -\underline{Q}_{\text{tot}} \cdot \underline{n}_{\text{ext}} dS \quad (\text{B.1})$$

Le milieu solide est considéré indéformable : l'énergie de déformation dissipée est négligeable devant les transferts de chaleur, compte tenu des variations de températures imposées. Ainsi seule la variation locale de température intervient dans l'expression de la variation instantanée de l'énergie interne totale E du milieu, comme le montre la relation suivante :

$$\frac{\partial E}{\partial t} = \frac{\partial \Phi}{\partial t} = \frac{\partial \Phi}{\partial T} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \int_V c_p(T) \cdot \frac{\partial T}{\partial t} dm = \int_V \rho_v(T) c_p(T) \cdot \frac{\partial T}{\partial t} dV \quad (\text{B.2})$$

avec :

- Φ la quantité d'énergie échangée par le milieu avec son environnement,
- $\rho_v(T)$ la masse volumique du milieu,
- $c_p(T)$ la chaleur massique du milieu à pression constante.

L'association de cette relation au premier principe de thermodynamique¹ nous amène au bilan suivant, en négligeant l'énergie de déformation :

$$\int_V \rho_v(T) c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} dV = \int_S -\underline{Q}_{\text{tot}} \cdot \underline{n}_{\text{ext}} dS = \int_V -\text{div}(\underline{Q}_{\text{tot}}) dV \quad (\text{B.3})$$

En exprimant cette relation comme bilan local au sein du volume de contrôle V et par unité de volume, on fait apparaître l'équation de conservation de l'énergie en fonction de $\underline{Q}_{\text{tot}}$ qui désigne la densité totale de flux de chaleur :

$$\rho_v(T) c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} + \text{div}(\underline{Q}_{\text{tot}}) = 0 \quad (\text{B.4})$$

L'hypothèse relative au type de transferts de chaleur mis en jeu ici, implique :

$$\underline{Q}_{\text{tot}} = \underline{Q}_{\text{cond}} + \underline{Q}_{\text{r}} \quad (\text{B.5})$$

avec

$$\underline{Q}_{\text{cond}} = -k_{\text{cond}}(T) \underline{\text{grad}} T \quad (\text{B.6})$$

où $k_{\text{cond}}(T)$ désigne la conductivité thermique du milieu variant avec la température.

La loi de Fourier (B.6) traduit la dépendance du flux de chaleur conductif avec les écarts de température et la direction du flux qui va des zones chaudes vers les zones froides.

La forme finale de l'équation de conservation de l'énergie est donc :

$$\rho_v(T) c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} - \text{div} (k_{\text{cond}}(T) \underline{\text{grad}} T) = S_{\text{r}} \quad (\text{B.7})$$

où S_{r} correspond au terme source radiatif donné par la relation (2.15).

Ce dernier sera obtenu par la résolution de l'ETR. En pratique, la divergence de flux radiatif n'est autre que l'énergie nette absorbée par le milieu. Si elle est nulle, le milieu est dit à l'équilibre radiatif.

Notons que l'équation (B.7) est non linéaire puisque les propriétés thermophysiques du milieu varient avec la température.

¹qui exprime la conservation de l'énergie.

Annexe C

Données du fabricant

Dénomination de l'échantillon : Verre Silico-sodocalcique

Fabricant : AGC Flat Glass (ex Glaverbel)

Composition chimique massique : *cf.* tableaux C.1 et C.2

	teneur massique en %
Sable SiO ₂	57
Feldspath SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O	3
Calcaire CaO	4
Dolomie CaO, MgO	18
Soude Na ₂ O	18

TABLEAU C.1 – Composition chimique massique avant fusion

	teneur massique en %
SiO ₂	69 à 74
Na ₂ O	12 à 16
MgO	5 à 12
CaO	0 à 6
Divers	0 à 3

TABLEAU C.2 – Composition chimique massique après fusion

Propriétés physiques : *cf.* tableau C.3

masse volumique	2500 kg/m ³
module d'Young E	70 000 MPa
coefficient de Poisson ν	0,20
module de cisaillement G	29166 N/mm
dureté Vickers	6,35 GN/m
dureté Knoop	6 Gpa
dureté Mohs	6
résistance caractéristique à la flexion (norme EN 572-1)	45 MPa
résistance à la compression	1000 MPa
résistance à la traction	10 N/mm (verre recuit)
température de ramollissement	600 °C environ
température de fusion	1500 °C
coefficient de dilatation thermique β	$9 \cdot 10^{-6}$ m/m/K
conductivité thermique k_{cond}	1
capacité thermique massique c	700 J/kg/K
émissivité normale	0,89
indices de réfraction	
air/verre	0,67
verre /air	1,50
eau / verre	0,88
verre /eau	1,13
résistance spécifique	$5 \cdot 10^7$ m à 1000 Hz et 25°C
constante diélectrique	7,6 à 1000 Hz et 25°C

TABEAU C.3 – Propriétés physiques

Annexe D

Résolution de l'ETR par la méthode des volumes finis

La modélisation du transfert de chaleur par rayonnement décrite au chapitre 2 présente l'ETR et ses conditions aux limites possibles. Une fois les équations générales posées, il reste à les résoudre. Comme cela a été présenté, le système est intégral-différentiel et nécessite l'utilisation de méthodes numériques. De nombreux auteurs se sont penchés sur la résolution du problème radiatif et autant de méthodes ont émergées, principalement depuis quelques années (*cf.* Berour (2005) pour une présentation des principales méthodes). Dans le cadre de cette étude, c'est la Méthode des Volumes Finis (MVF) qui a été retenue et sera donc développée ici. Nous nous basons sur la méthode développée au laboratoire pour un milieu gris 2D plan limité par des surfaces noires. Elle est applicable à une géométrie complexe utilisant un maillage non structuré constitué de triangles et elle est présentée dans l'article Asllanaj *et al.* (2007). Nous allons ici détailler cette méthode, puisqu'un des objectifs de ce travail de thèse est de l'adapter à l'application choisie : le verre, milieux non gris, semi-transparent bordé par des frontières semi-transparentes et/ou opaques à réflexion spéculaire ou diffuse.

Ainsi, après avoir rappelé le formalisme de l'ETR, les discrétisations angulaire puis spatiale seront décrites ; ensuite le principe général de la MVF sera abordé et finalement nous présenterons le schéma de fermeture utilisé ici.

D.1 L'Equation du Transfert Radiatif en milieu gris

Nous rappelons ici la formulation utilisée et la mise en équation simplifiée du problème. En effet, il s'agit ici de considérer le milieu gris, purement absorbant et émissif (*i.e.* sans diffusion) et les surfaces limitant celui-ci sont noires. Le coefficient d'absorption est choisi par hypothèse indépendant de la direction (cette hypothèse est justifiée par le fait que le verre est un milieu isotrope). Par contre, il dépend de la température du milieu (puisque l'on applique un chargement thermique, que le palier s'effectue à haute température et qu'il y a de la conduction avec le moule) et donc implicitement de la position. On s'intéresse à une géométrie 2D plane et quelconque à laquelle on applique un maillage non structuré constitué de triangles et le problème radiatif est considéré en régime stationnaire. L'objectif de cette annexe étant uniquement la présentation de la méthode, nous avons choisi de nous conformer à ce cas simple et donc à l'article sus-cité. L'adaptation de la méthode et du code au cas du verre étant un point central de cette thèse, elle fera l'objet d'un développement plus important dans un chapitre du mémoire.

Dans le cas considéré, l'ETR s'écrit :

$$\underline{\Delta} \cdot \underline{\text{grad}} L(s, \underline{\Delta}) = \kappa(T(s)) [n^2 L^0(T(s)) - L(s, \underline{\Delta})] \quad (\text{D.1})$$

Pour simplifier les écritures qui vont suivre, on suppose que l'indice optique du milieu, n , vaut 1. De plus, cela ne représente pas une difficulté ni pour la mise en place de la méthode ni pour la résolution puisqu'il s'agit d'un simple facteur dans le cas d'un milieu gris. On déduit de l'ETR le flux radiatif qui s'écrit comme suit :

$$\underline{Q}_r(s) = \int_{\Omega} L(s, \underline{\Delta}) \underline{\Delta} d\Omega \quad (\text{D.2})$$

Il est également possible de déduire le terme source radiatif selon l'expression :

$$\begin{aligned} S_r(s) &= -\text{div} \underline{Q}_r(s) \\ &= \kappa(T(s)) \left[\int_{\Omega} L(s, \underline{\Delta}) d\Omega - 4\pi L^0(T(s)) \right] \end{aligned} \quad (\text{D.3})$$

Nous considérons ici des frontières noires, la condition aux limites s'exprime comme suit :

$$L(s, \underline{\Delta}) = L^0(T(s)) \quad (\text{D.4})$$

On supposera, dans la description, le champ de températures du milieu connu (soit parce qu'il est imposé, soit parce qu'il découle de la résolution de l'équation de la chaleur) et le coefficient d'absorption en fonction de la température.

D.2 Discrétisation angulaire

L'ETR présente la particularité d'être dépendante de la direction de propagation du rayonnement, la luminance doit donc être obtenue pour chaque direction considérée, nécessitant de discrétiser l'espace angulaire. Nous choisirons un nombre fini N de directions discrètes $\underline{\Delta}^k$ ($k = 1, \dots, N$ qui sera par la suite caractéristique de la direction considérée). Dans un premier temps, on s'affranchit de cet exposant pour présenter les grandeurs angulaires discrètes, notons que le maillage angulaire construit est basé sur un pas constant (**cf.** figure D.1). Nous pouvons aussi utiliser une discrétisation angulaire à pas variables où même une des quadratures angulaires généralement mises en oeuvre avec la Méthode aux Ordonnées Discrètes que sont les quadratures : S_N , DCT_N , $LC_N, \dots$ (pour de plus amples informations se reporter à l'article de Koch et Becker (2004)).

Le vecteur directeur caractérisant la direction $\underline{\Delta}$ est défini dans un repère cartésien par les angles polaire Φ et azimutal θ , *cf.* figure D.1. On subdivise l'espace angulaire de 4π Sr en $N_\theta \times N_\varphi = N_d$ angles solides notés $\Delta\Omega$ selon le schéma de discrétisation angulaire à pas constants $(\Delta\theta, \Delta\varphi)$.

On peut écrire en projetant selon les trois directions de l'espace :

$$\underline{\Delta} = \sin \varphi \cos \theta \underline{e}_x + \sin \varphi \sin \theta \underline{e}_y + \cos \varphi \underline{e}_z \quad (\text{D.5})$$

L'angle solide de contrôle $\Delta\Omega$ (*cf.* D.1) et sa valeur discrétisée sont définis par :

$$\Delta\Omega = \int_{\Delta\Omega} d\Omega = \int_{\theta_-}^{\theta_+} d\theta \int_{\varphi_-}^{\varphi_+} \sin \varphi d\varphi = \Delta\theta (\cos \varphi_- - \cos \varphi_+) \quad (\text{D.6})$$

avec

$$\theta^- = \theta - \frac{\Delta\theta}{2} ; \theta^+ = \theta + \frac{\Delta\theta}{2} ; \varphi^- = \varphi - \frac{\Delta\varphi}{2} ; \varphi^+ = \varphi + \frac{\Delta\varphi}{2}$$

Pour chaque surface, on peut définir un vecteur normal unitaire $\underline{n}_f$ avec l'expression générique suivante :

$$\underline{n}_f = n_f^x \underline{e}_x + n_f^y \underline{e}_y \quad (\text{D.7})$$

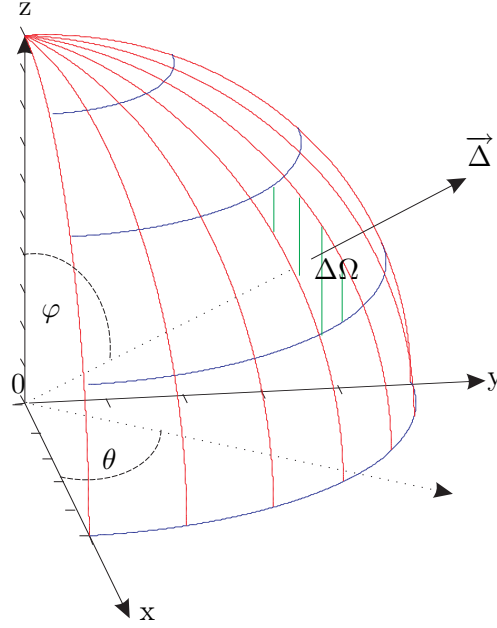


FIGURE D.1 – Discretisation angulaire

Nous verrons par la suite que la MVF se base sur la forme intégrée des cosinus directeurs dans le domaine délimité par l'angle solide de contrôle. Nous calculons la grandeur Δ_f qui sera définie par la suite de la façon suivante :

$$\begin{aligned}\Delta_f &= \int_{\Delta\Omega} \underline{\Omega} \cdot \underline{n_f} d\Omega = n_f^x \int_{\Delta\Omega} \underline{\Omega} \cdot \underline{e_x} d\Omega + n_f^y \int_{\Delta\Omega} \underline{\Omega} \cdot \underline{e_y} d\Omega \\ &= n_f^x \int_{\theta^-}^{\theta^+} \cos \theta d\theta \int_{\varphi^-}^{\varphi^+} (\sin \varphi)^2 d\varphi + n_f^y \int_{\theta^-}^{\theta^+} \sin \theta d\theta \int_{\varphi^-}^{\varphi^+} (\sin \varphi)^2 d\varphi\end{aligned}\quad (D.8)$$

Après de simples calculs, on trouve :

$$\begin{aligned}\Delta_f &= \left(\frac{\Delta\varphi}{2} - \frac{\sin 2\varphi^+ - \sin 2\varphi^-}{4} \right) (n_f^x (\sin \theta^+ - \sin \theta^-) \\ &\quad + n_f^y (\cos \theta^- - \cos \theta^+))\end{aligned}\quad (D.9)$$

La discrétisation angulaire générée, il faut également mettre en place la discrétisation spatiale : elle consiste en fait à définir les volumes de contrôles et leurs frontières (panneaux), les points d'intégration...

D.3 Discrétisation spatiale

Nous appliquerons la MVF sur un maillage non-structuré et sur des domaines, en deux dimensions, de forme quelconque. La discrétisation du domaine est alors effectuée à l'aide d'éléments triangulaires à trois noeuds et la solution sera approchée en ces noeuds (*cf.* figure D.2). La méthode étant parfaitement adaptée à des géométries quelconques, notre code peut être couplé à n'importe quel code commercial qui utilise le même type de maillage. Il présente de plus l'avantage de donner les solutions aux sommets des triangles (correspondant aux noeuds du maillage) confortant la possibilité de couplage avec d'autres codes. Les valeurs approchées de la solution seront obtenues en intégrant l'ETR sur des volumes de contrôle associés aux noeuds. Ceux-ci sont des volumes polygonaux obtenus en joignant les sommets des triangles aux milieux des côtés de

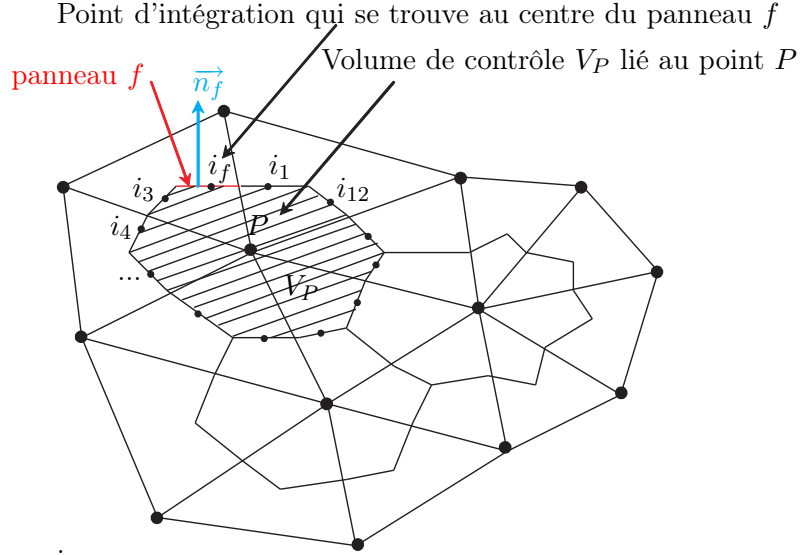


FIGURE D.2 – Maillage du domaine 2D à l'aide de triangles et définition d'un volume de contrôle pour un noeud intérieur

ces triangles (*cf.* figure D.2). La surface du volume de contrôle lié au noeud P est subdivisée en N_f panneaux de surface et au centre de ceux-ci sont définis les points d'intégration (voir figures D.2 et D.3). Le nombre de panneaux de surface varie d'un volume de contrôle à l'autre. Pour le panneau f , i_f est le point d'intégration qui se trouve en son centre, A_f est son aire (en 2D il s'agit en fait d'une distance) et $\vec{n}_f$ est la normale extérieure unitaire.

Cette construction présente l'avantage de connaître parfaitement la position des noeuds d'intégration. En effet, étant situés sur les médianes des triangles, leur position découle des propriétés géométriques des barycentres des triangles explicitées dans les relations D.21 qui seront vues plus loin. De plus, ces volumes de contrôles, une fois réunis, reconstituent parfaitement le maillage initial, caractéristique fondamentale pour l'application de la méthode. Dans le cas des noeuds à la frontière, ils sont construits comme montré sur la figure D.3. Ces volumes doivent être traités à part dans le but de respecter la physique du problème à savoir que le volume et les points d'intégration doivent appartenir au milieu.

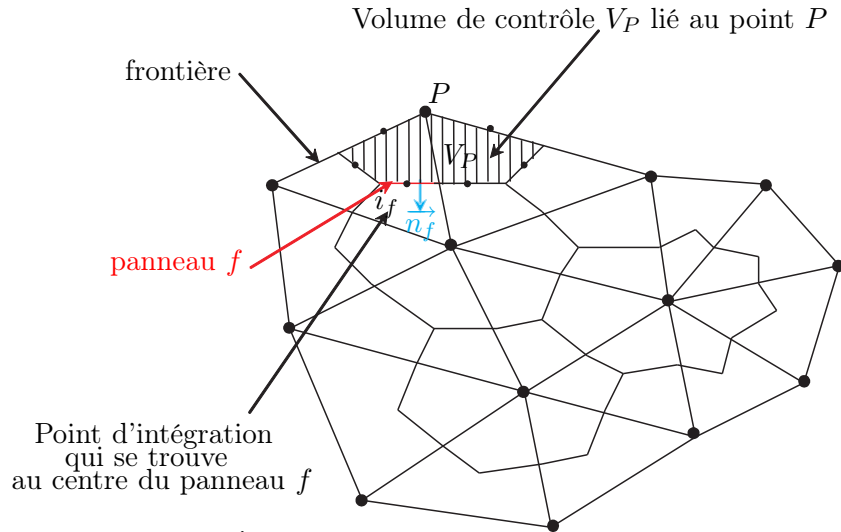


FIGURE D.3 – Volume de contrôle entourant les noeuds à la frontière

Ces notations définies, nous allons pouvoir aborder la méthode elle-même.

D.4 Résolution de l'ETR

La MVF est très largement utilisée dans tous les domaines de la physique, du transfert de chaleur aux écoulements de fluides. Elle présente d'une part l'avantage d'être conservative : la conservation globale de l'énergie est assurée pour chaque composante discrète de l'intensité de rayonnement ou luminance, ainsi que pour le flux radiatif. Elle assure donc pour chaque composante de la luminance un bilan radiatif exact, permettant une augmentation du niveau de précision voire même des convergences de résidus plus rapides dans certaines applications en comparaison avec des méthodes plus classiques. D'autre part, cette méthode s'applique aisément à des maillages non-structurés donc à des problèmes en géométrie complexe et également dans le cadre de couplage avec d'autres codes.

D.4.1 Principe de la méthode numérique

La méthode des volumes finis consiste à intégrer une équation bilan sur un volume de contrôle. Dans le cas de l'ETR, il est de plus nécessaire de tenir compte de l'angle solide et de la direction discrète d'intégration.

L'équation D.10 est la forme intégrée de l'ETR (équation D.1) sur le volume de contrôle lié au noeud P noté V_P , dans un angle solide élémentaire $\Delta\Omega$, autour d'une direction $\underline{\Delta}$, noté $\Delta\Omega^k$ avec k le numéro de la direction considérée :

$$\int_{\Delta\Omega^k} \int_{V_P} \underline{\Delta} \cdot \underline{\text{grad}} L(s, \underline{\Delta}) dV d\Omega = \int_{\Delta\Omega^k} \int_{V_P} \kappa(T(s)) [L^0(T(s)) - L(s, \underline{\Delta})] dV d\Omega \quad (\text{D.10})$$

Ensuite, par application du théorème d'Ostrogradsky, le membre de gauche de l'équation D.10 peut être transformé d'une intégrale de volume en intégrale de surface :

$$\int_{\Delta\Omega^k} \int_{V_P} \underline{\Delta} \cdot \underline{\text{grad}} L(s, \underline{\Delta}) dV d\Omega = \int_{\Delta\Omega^k} \int_{\Gamma_P} L(s, \underline{\Delta}) (\underline{\Delta} \cdot \underline{n}) dS d\Omega \quad (\text{D.11})$$

où Γ_P représente la frontière de l'élément de volume V_P , $\underline{n}$ est la normale unitaire extérieure à cette surface, comme représenté sur les figures D.2 et D.3.

Cette équation traduit un état d'équilibre pour l'intensité du rayonnement. Elle exprime que l'énergie radiative nette quittant la surface du volume V_P à travers l'angle solide $\Delta\Omega^k$ est égale à la génération d'énergie radiative nette par absorption et émission à l'intérieur du volume V_P et à travers l'angle solide $\Delta\Omega^k$.

La MVF consiste à déterminer une approximation de la luminance au noeud P , pour la direction discrète $\underline{\Delta}^k$ représentée par l'angle solide $\Delta\Omega^k$ et notée L_P^k . La discrétisation de l'équation précédente permet son écriture simplifiée, pour ce faire, on approximera la valeur $L_P^k (\approx L(P, \underline{\Delta}^k))$ grâce aux luminances définie en chaque point d'intégration. Celles-ci, pondérées par la longueur du panneau A_f , seront sommées sur l'ensemble des points d'intégration N_f du volume de contrôle considéré. Notons dès à présent que cette longueur A_f est indépendante de la direction discrète considérée, l'expression précédente se discrétise alors comme suit :

$$\int_{\Delta\Omega^k} \int_{\Gamma_P} L(s, \underline{\Delta}) (\underline{\Delta} \cdot \underline{n}) dS d\Omega \cong \sum_{f=1}^{N_f} A_f L_f^k \int_{\Delta\Omega^k} (\underline{\Delta} \cdot \underline{n}_f) d\Omega \quad (\text{D.12})$$

où $\underline{n}_f$ est la normale au panneau f .

Nous attirons l'attention du lecteur sur l'hypothèse sous-jacente à cette simplification : on suppose ici que la luminance $L_f^k (\approx L(i_f, \underline{\Delta}^k))$ est constante sur le panneau f et sur l'angle solide $\Delta\Omega^k$. Bien entendu cette approximation aura des répercussions sur la précision du calcul, pour

réduire son influence il faudra discrétiser finement l'espace angulaire et spatial de telle sorte que l'hypothèse soit vérifiée.

Le second membre de l'équation D.10 est approché en utilisant les valeurs nodales. Pour ce faire, une seconde approximation est concédée, à savoir que le coefficient d'absorption $\kappa(T(s))$ et les luminances $L^0(T(s))$ et $L(s, \underline{\Delta})$ sont constants dans le volume de contrôle V_P et prennent leur valeur au noeud P . Une fois encore cette hypothèse sera vérifiée si V_P est suffisamment petit. On supposera de plus que ces termes sont constants suivant la direction $\underline{\Delta}$, équivalente à l'angle solide $\Delta\Omega^k$, considérée. Il vient :

$$\int_{\Delta\Omega^k} \int_{V_P} \kappa(T(s)) [L^0(T(s)) - L(s, \underline{\Delta})] dV d\Omega \cong \kappa(T_P) [L^0(T_P) - L_P^k] \Delta\Omega^k V_P \quad (D.13)$$

Il vient donc l'expression discrétisée de l'ETR :

$$\sum_{f=1}^{N_f} A_f \Delta_f^k L_f^k = \kappa(T_P) [L^0(T_P) - L_P^k] \Delta\Omega^k V_P \quad (D.14)$$

où Δ_f^k est une intégrale qui ne dépend que de l'orientation du panneau f pour la direction considérée et qui est définie par :

$$\Delta_f^k = \int_{\Delta\Omega^k} (\underline{\Delta} \cdot \underline{n}_f) d\Omega \quad (D.15)$$

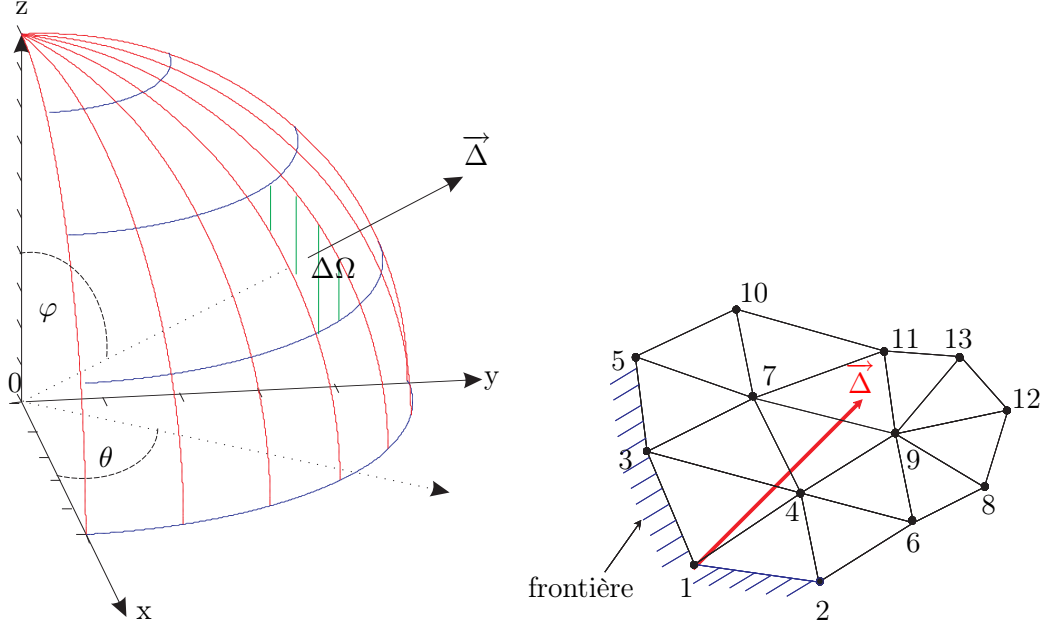
Notons que cette quantité est calculée à partir des formules issues des discrétisations angulaires D.8 et D.9 et **de manière exacte**.

Nous n'avons alors pas complètement résolu notre problème, en effet, si le membre de droite est bien exprimé uniquement en fonction de la valeur au noeud P ; le membre de gauche lui dépend des valeurs aux points d'intégrations. Il nous faut donc l'exprimer en fonction des valeurs aux noeuds. Pour ce faire, nous allons utiliser l'expression intégrale de l'ETR et modifier l'équation ci-dessus avant de présenter le schéma de fermeture original choisi.

Aucune valeur de luminance n'est affectée aux points d'intégration puisque par définition il ne s'agit pas de noeuds du problème. Ainsi, pour obtenir des valeurs de luminance, d'une part, on s'appuie sur les directions de propagation du rayonnement pour déterminer les noeuds les plus proches des points d'intégrations. Le fil conducteur de tout le développement réalisé ci-après est l'adéquation entre le problème numérique et la physique du problème. On ne considérera parmi ces noeuds que ceux situés en amont du noeud P qui nous intéresse. En effet, on ne peut connaître les valeurs en aval d'un noeud puisque par définition le rayonnement se propage selon chaque direction $\underline{\Delta}$. On parcourt donc cette direction dans le sens inverse de celui de la propagation du rayonnement pour trouver les noeuds qui nous intéressent (*cf.* figure D.4(b) pour un exemple d'ordre de parcours). Pour ce faire il faut bien considérer non pas un rayon (matérialisé par une droite) mais un pinceau dont la largeur dépend de la taille du maillage, autour du rayon pouvant englobé ces noeuds.

Les points d'intégration i_f sont projetés, en fonction de la direction discrète considérée, pour obtenir les points u_f **situés en amont du point P et dans le pinceau abordé précédemment de telle sorte qu'ils soient proches de noeuds du maillage**. On leur associe donc les valeurs de la luminance L_{u_f} , *a priori* inconnues elles aussi, mais raisonnablement interpolées à partir de noeuds les plus proches. Notons que les points d'intégration i_f dépendent uniquement du maillage et sont définis une fois pour toute, les points u_f dépendent eux de la direction discrète considérée.

Il nous faut maintenant relier les luminances L_f^k et $L_{u_f}^k$, la forme intégrale de l'ETR nous permet de le faire. On considère pour cela le chemin optique entre 2 points s_1 et s_2 dans une direction donnée $\underline{\Delta}$ (s_1 étant en amont de s_2) :



(a) Noeuds situés en amont du noeud principal (b) Ordre de parcours pour une direction discrète P (entourés)

$$L(s_2, \underline{\Delta}) = L(s_1, \underline{\Delta}) e^{-\int_{s_1}^{s_2} \kappa(T(s)) ds} + \int_{s_1}^{s_2} \kappa(T(s)) L^0(T(s)) e^{-\int_s^{s_2} \kappa(T(u)) du} ds \quad (D.16)$$

On introduit cette expression dans le membre de gauche de l'équation D.14 et on obtient, la valeur approchée du flux radiatif Q_f^k à travers la surface d'un panneau f dans la direction $\Delta\Omega^k$:

$$\begin{aligned} Q_f^k \approx A_f \Delta_f^k L_f^k &= A_f \Delta_f^k L_{uf}^k e^{-\int_{uf}^{if} \kappa(T(s)) ds} \\ &+ A_f \Delta_f^k \left[\int_{uf}^{if} \kappa(T(s)) L^0(T(s)) e^{-\int_s^{if} \kappa(T(u)) du} ds \right] \end{aligned} \quad (D.17)$$

Pour simplifier les écritures qui vont suivre, introduisons les notations suivantes :

$$D_{uf}^k = A_f \Delta_f^k e^{-\int_{uf}^{if} \kappa(T(s)) ds} \quad (D.18)$$

$$C_{uf}^k = A_f \Delta_f^k \left[\int_{uf}^{if} \kappa(T(s)) L^0(T(s)) e^{-\int_s^{if} \kappa(T(u)) du} ds \right] \quad (D.19)$$

En utilisant ces nouvelles notations, on obtient l'expression suivante :

$$Q_f^k \approx L_{uf}^k D_{uf}^k + C_{uf}^k \quad (D.20)$$

Cette relation introduit également les valeurs L_{uf}^k , D_{uf}^k et C_{uf}^k qui doivent être aussi reliées aux valeurs nodales ; nous utiliserons pour cela le schéma de fermeture.

D.4.2 Relations de fermeture

En géométrie 2D, ils existent de nombreux schémas de fermeture pour des maillages structurés constitués de rectangles ou de triangles, *cf.* Berour (2005) pour la présentation des plus courants

et *a contrario* très peu de schémas existent pour des maillages non-structurés constitués de triangles. Parmi eux, nous pouvons faire référence à Rousse (2000), Rousse *et al.* (2000), et Sakami et Charette (2000).

Asllanaj *et al.* (2007) ont développé dans leur article un nouveau schéma de fermeture, basé sur celui de Rousse, il sera utilisé dans le cadre de l'étude et rapidement présenté ici. De manière générale, ces relations de fermeture permettent de relier les valeurs de luminances définies aux points d'intégration et aux points u_f à celles aux nœuds du maillage.

D.4.2.1 Construction des points u_f

On considère une direction $\underline{\Delta}$ et un élément triangulaire de référence ayant pour sommets (P_1, P_2, P_3) et tel que : P_1 soit le nœud le plus en amont, qu'ensuite vienne le nœud P_2 , et enfin P_3 (cf. figure D.4). On note ΔP_l ($l = 1, 2, 3$), la droite passant par P_l et perpendiculaire à $\underline{\Delta}$ et i_l ($l = 1, \dots, 3$) les points d'intégration relatif au triangle (P_1, P_2, P_3) tels que :

$$\begin{aligned} i_1 &= \frac{1}{2} \left(\frac{5}{6}P_1 + \frac{5}{6}P_2 + \frac{1}{3}P_3 \right) \\ i_2 &= \frac{1}{2} \left(\frac{5}{6}P_1 + \frac{5}{6}P_3 + \frac{1}{3}P_2 \right) \\ i_3 &= \frac{1}{2} \left(\frac{5}{6}P_2 + \frac{5}{6}P_3 + \frac{1}{3}P_1 \right) \end{aligned} \quad (\text{D.21})$$

Ces formules sont bien indépendantes de la direction considérée et ne dépendent que du maillage. D'autre part, tout triangle du maillage peut se ramener, en choisissant un ordre judicieux de renumérotation de ses sommets, à ce triangle de référence. Un triangle quelconque peut donc toujours s'exprimer par rapport au triangle de référence par une homothétie et/ou une rotation, de fait, on peut appliquer les formules présentées dans ce paragraphe.

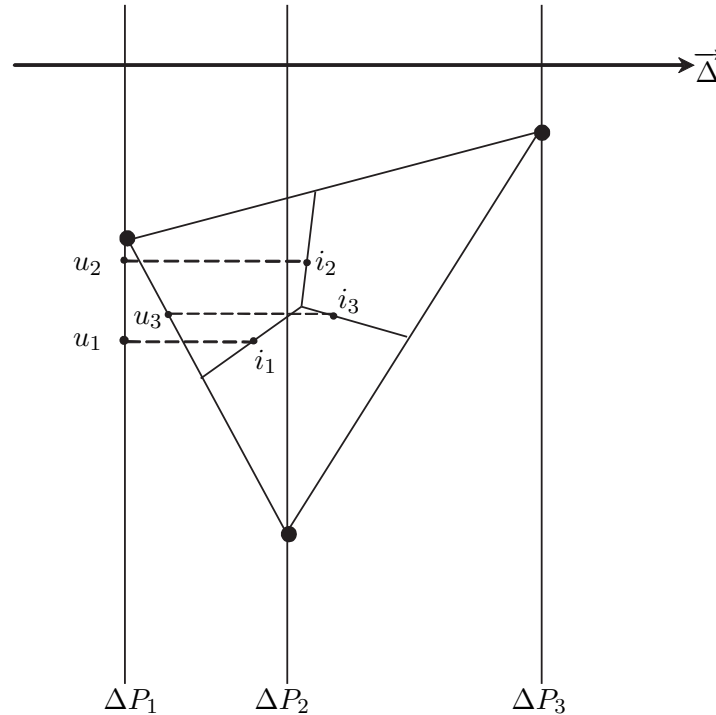


FIGURE D.4 – Construction des points i_f et des points u_f ($f=1,2$)

Pour les cas que nous allons présenter, exception faite des cas particuliers notamment des frontières (*cf.* Asllanaj *et al.* (2007) pour les détails), les points u_1 et u_2 sont toujours construits de la même façon. Dans un premier temps on projette les points d'intégration i_f ($f = 1, 2$) sur des droites perpendiculaires à la direction discrète considérée **et situées en amont des points i_1 et i_2** , la droite ΔP_1 (*cf.* figure D.4) dans le cas des points u_1 et u_2 .

Le point u_3 est le point d'intersection en l'amont de i_3 , entre la direction $\underline{\Delta}$ et le premier côté d'un élément rencontré. Ainsi seuls deux cas peuvent se présenter : soit u_3 se trouve sur la droite (P_1, P_2) , soit il se trouve sur la droite (P_1, P_3) .

On peut alors toujours approximer, par interpolation linéaire, les luminances aux points u_f qui nous intéressent par les valeurs aux nœuds les plus proches et en amont. Ainsi on se retrouve avec les relations principales suivantes :

$$L_{u_1}^k \approx L_{P_1}^k \quad ; \quad L_{u_2}^k \approx L_{P_2}^k$$

Si u_3 se trouve sur la droite (P_1, P_2) ou sur la droite (P_1, P_3) , on a :

$$L_{u_3}^k \approx \frac{|u_3 P_2|}{|u_3 P_1| + |u_3 P_2|} L_{P_1}^k + \frac{|u_3 P_1|}{|u_3 P_1| + |u_3 P_2|} L_{P_2}^k \quad (\text{D.22})$$

Notons que le nœud P_3 n'intervient pas dans la formule car, dans la configuration choisie pour le triangle de référence, il sera toujours en aval du point P .

Bien entendu, il faudrait traiter les différents cas particuliers : frontières, i_3 en amont de P_2 , les droites ΔP_1 et ΔP_2 sont confondues etc...Mais d'une part, cette étude reprend la méthode sans l'améliorer. D'autre part, tout ceci a déjà fait l'objet d'une publication dans laquelle la technique est détaillée et tous ces cas abordés, le lecteur pourra donc se reporter, pour plus de détails, à l'article d'Asllanaj *et al.* (2007).

D.4.2.2 Approximation de D_{uf}^k et C_{uf}^k

Le lecteur peut se reporter à l'article d'Asllanaj *et al.* (2007) pour les détails de calculs d'intégrale par méthode approchée, concernant les intégrales intervenant dans les expressions D.18 et D.19. La température T est approchée par interpolation linéaire à partir des trois nœuds du triangles (P_1, P_2, P_3) . L'ETR étant exprimée en fonction des valeurs nodales, il reste à résoudre le système d'équation.

D.4.3 Résolution du système d'équations

Les conditions aux limites que nous imposons nous donnent les informations aux frontières (donc en amont de tout nœud intérieur au maillage) à partir de ceci on calcule les valeurs en tout nœud aval. Il s'agit bien entendu de propager le rayonnement à travers le domaine dans un ordre précis selon la direction discrète polaire considérée. Pour obtenir cet ordre de parcours (« marching ordre map ») on réalise une étape préalable de calcul. Le parcours de départ est défini en choisissant un nœud intérieur de départ (voisin d'une frontière), on teste ensuite tous ces voisins jusqu'à ce que l'un d'eux soit tel que les seuls nœuds en amont sont les nœuds de frontières (dont les intensités sont connues à partir des conditions aux limites). Ensuite, l'ordre de parcours est donné en cherchant systématiquement le premier nœud intérieur rencontré qui se trouve en aval. Ainsi de suite, jusqu'à ce que tous les nœuds intérieurs, ainsi que les nœuds à la frontière (pour lesquels $\underline{n} \cdot \underline{\Delta}^k < 0$) soient renumérotés, *cf.* figure D.4(b). Dans le cas particulier où deux nœuds « coïncides » alors un ordre doit être choisi arbitrairement. On aura donc autant d'ordre de parcours que de direction de propagation polaire considérée pour la résolution de l'ETR.

Connaissant les luminances aux frontières on peut déterminer celles des nœuds du milieu et propager ainsi le rayonnement à partir des nœuds amont vers les nœuds aval. Ceci peut être

mis en évidence en injectant les relations de fermetures établies précédemment dans l'ETR : on obtient alors une équation portant sur la luminance L_P^k inconnue. Il suffit alors de connaître le champ de températures du milieu (imposé ou déduit de l'équation de la chaleur) et son coefficient d'absorption pour pouvoir calculer L_P^k à partir des luminances des nœuds voisins et amont du nœud P.

Le champ de luminance du milieu obtenu grâce à la MVF, on peut alors calculer le vecteur densité de flux radiatif, le terme source radiatif, les flux surfaciques incidents. On peut aussi par cette méthode résoudre le problème d'équilibre radiatif : en imposant un terme source radiatif nul. Pour ce faire, on procède de manière itérative en imposant un champ de températures initial, puis on résout l'ETR avec la MVF, on déduit le champ de températures du milieu de la formule du terme source nul et on recommence la boucle jusqu'à obtenir le champ de températures « correct » (*i.e.* remplissant les critères de convergence).

Notons qu'Asllanaj *et al.* (2007) ont validé cette méthode au travers de plusieurs cas tests et les résultats obtenus sont très bons pour des maillages angulaire et spatial, et des temps de calcul raisonnables.

D.5 Problème thermique adimensionné

D.5.1 Equation de la chaleur adimensionnée

Nous rappelons l'équation de la chaleur :

$$\rho_v c_p \frac{\partial T}{\partial t} - k_{cond} \Delta T = S_r \quad (D.23)$$

Nous supposons, dans ce cas que les propriétés thermophysiques (ρ , c_p et k_{cond}) sont constantes. Nous introduisons les nombres sans dimensions suivants :

$$x^* = \frac{x}{L}; y^* = \frac{y}{L}; T^* = \frac{T}{T_{ref}}; \xi = \frac{at}{L^2}$$

où L et T_{ref} sont respectivement la longueur de référence et la température de référence du milieu. La diffusivité thermique d'un milieu gris est donnée par : $a = \frac{k_{cond}}{\rho_v c_p}$.

Le flux radiatif adimensionné est donné par :

$$\vec{q}_r^* = \frac{\vec{q}_r}{4\sigma_B T_{ref}^4} \quad (D.24)$$

Ainsi, nous obtenons l'équation de la chaleur adimensionnée sous la forme suivante :

$$\frac{\partial T^*}{\partial \xi} - \Delta T^* = \frac{\tau}{N_s} S_r^* \quad (D.25)$$

Où S_r^* est donnée par $S_r^* = -\vec{\nabla} \cdot \vec{q}_r^*$ et τ est l'épaisseur optique du milieu qui a pour valeur $\tau = \kappa L$. N_s est un nombre sans dimension appelé nombre de Stark défini par :

$$N_s = \frac{k_{cond} \kappa}{4\sigma_B T_{ref}^3} \quad (D.26)$$

Le nombre de Stark exprime le rapport entre le flux de chaleur conductif et le flux de chaleur radiatif.

D.5.2 ETR adimensionnée

L'ETR pour un milieu gris et non diffusant est donné par :

$$\frac{dL(s, \vec{\Delta})}{ds} = \vec{\Delta} \cdot \vec{\nabla} L(s, \vec{\Delta}) = -\kappa L(s, \vec{\Delta}) + n^2 \kappa L^0(T(s)) \quad (\text{D.27})$$

où n est l'indice optique du milieu. Nous introduisons la luminance et la luminance du corps noir adimensionnées :

$$L^* = \frac{\pi L}{n^2 \sigma_B T_{ref}^4}; \quad L^{0*}(T) = \frac{1}{n^2} \left(\frac{T}{T_{ref}} \right)^4$$

Au final, la forme adimensionnée de l'ETR est la suivante :

$$\vec{\Delta} \cdot \vec{\nabla} L^* = \tau[(T^*)^4 - L^*] \quad (\text{D.28})$$

où τ est l'épaisseur optique du milieu.

Annexe E

Propriétés optiques du verre

Il existe de nombreuses méthodes pour mesurer les propriétés radiatives des matériaux à cause des nombreux paramètres à prendre en compte (matériaux métalliques ou diélectriques, étude de rugosité, couche minces, matériaux semi-transparent). Concernant l'absorptivité et l'émissivité, c'est la méthode dite directe qui a été retenue. Basée sur la définition même de l'émissivité, elle consiste à évaluer la luminance de l'échantillon par rapport à celle qu'émettrait le corps noir dans les mêmes conditions. Ce dernier est à émission diffuse et suit la loi de Lambert :

$$L^0 = \frac{M^0}{\pi} \quad \epsilon(T) = \frac{M^0(T)}{M(T)} \quad (\text{E.1})$$

où M^0 correspond à l'émittance du corps noir, $M(T)$ à celle de l'échantillon.

L'émissivité est ainsi déduite du flux émis par le corps noir et de celui de l'échantillon grâce à un spectromètre à transformée de Fourier.

La partie du spectre électromagnétique utile et correspondant au rayonnement thermique s'étend de $0,4 \mu\text{m}$ à $1000 \mu\text{m}$. La mesure est effectuée avec un spectromètre IRTF comprenant une source infrarouge, un interféromètre, un compartiment échantillon, un détecteur, un convertisseur analogique-digital et un ordinateur. Deux sources internes sont disponibles mais nous mesurons le flux émis par une source extérieure et qui arrive parallèlement à l'entrée du spectromètre grâce à un miroir.

E.1 Montage expérimental

Il est constitué de deux lasers CO_2 ¹ qui éclairent l'échantillon respectivement par le dessus et le dessous. Un système de périscope a été mis en place pour pouvoir placer les deux faisceaux selon le même axe. Ces derniers vont donc subir le même nombre de réflexions avant de parvenir aux faces de l'échantillon. Il est à noter que ce système de périscope a été mis en place car les lasers ne peuvent pas se mettre l'un au dessus de l'autre étant donné qu'ils possèdent un système de ventilation sur le dessus.

Pour des raisons de sécurité, aucune partie du faisceau laser n'est accessible. Pour cela, des tubes de protection ont été mis en place pour éviter des accidents.

Un système constitué de lentilles, visant à élargir le faisceau laser, est directement intégré au tube de protection des faisceaux. De cette façon aucune interaction extérieure ne pourra se faire avec les faisceaux. Le système de fixation des lentilles, basé sur des anneaux de serrage, est tel qu'elles soient concentriques aux tubes. Une évolution future envisagée est d'ajouter un système nommé « LaseRemap » permettant de répartir la densité d'énergie du faisceau de manière uniforme plutôt que gaussienne comme sur un faisceau classique. Cette modification a été prise

¹ULC-100-OEM de Universal Laser Systems Inc. qui fournit une puissance de 100 Watts en continu sur un diamètre de 4mm

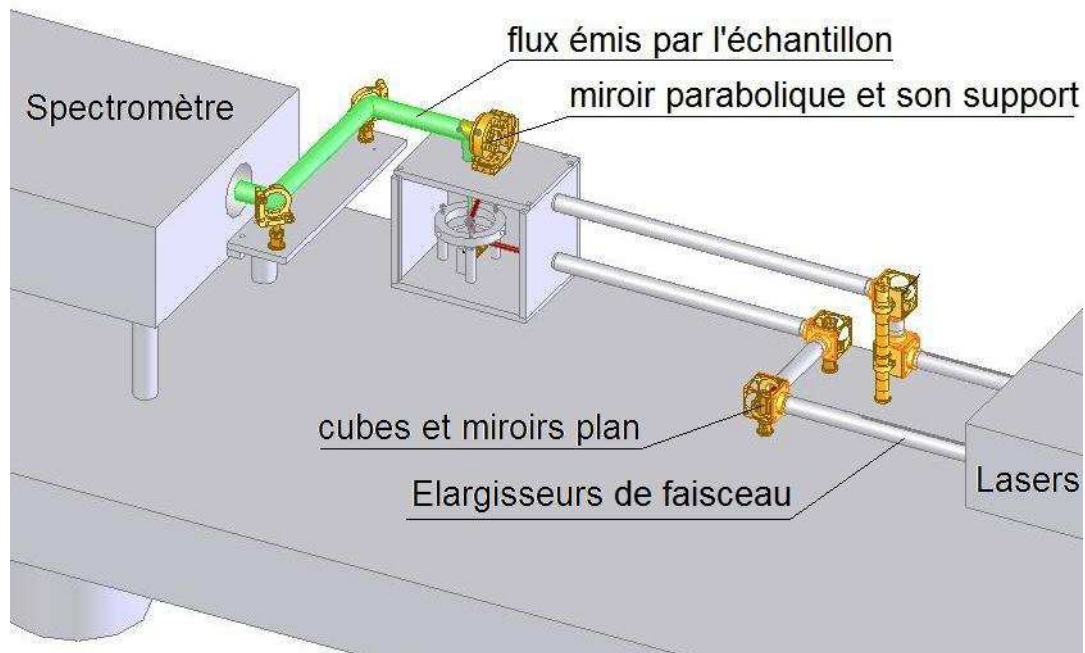


FIGURE E.1 – Dispositif de mesure de l'émissivité

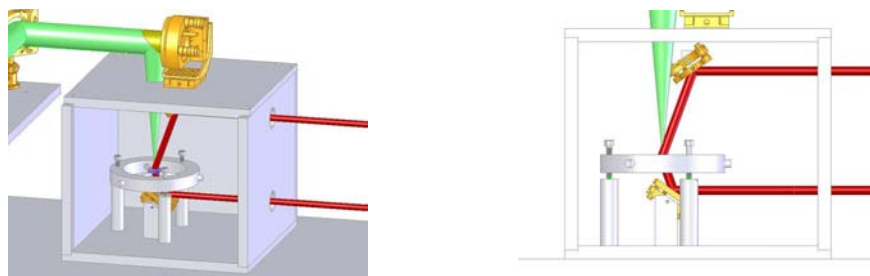


FIGURE E.2 – Images 3D de la cuve et ses composants

en compte dans le développement du montage notamment concernant le dimensionnement de la cuve.

Les faisceaux arrivent donc, par deux ouvertures sur la face droite, dans la cuve contenant le porte échantillon, les deux miroirs et leur support (figure E.2). Le couvercle de la cuve possède une ouverture alignée à la normale de l'échantillon, laissant ainsi passer le flux dans un angle solide donné pour rejoindre le spectromètre. La face avant est une plaque en verre, opaque au rayonnement laser infrarouge, permettant de visualiser l'intérieur de la cuve lors des mesures. Les deux miroirs plans, internes à la cuve, sont inclinés à 35° par rapport à la normale. Ainsi celui du haut ne gênera pas le passage du flux et celui du bas dirige le faisceau laser sur le couvercle de la cuve s'il n'y a pas d'échantillon. Il est à noter que le miroir parabolique de type « off axis » de focale 203,2mm est placé sur le couvercle de la cuve pour permettre la visée en son foyer dans un cône d'angle d'environ 5° autour de la normale. Dans notre cas, la visée s'effectue autour de l'incidence normale. Ce miroir peut effectuer un mouvement de rotation de 90° autour de son axe pour pouvoir recevoir le flux provenant du corps noir.

À l'intérieur de la cuve se trouve également le porte-échantillon. Il est constitué d'un anneau-support métallique comportant trois insères dans lesquelles viennent se placer trois couteaux réglables par translation supportant l'échantillon (figure E.3). Ces couteaux sont en Duratec 1000©, réfractaire usinable pour limiter le transfert de chaleur par conduction avec l'échantillon. Leur forme triangulaire a un double objectif : ne pas gêner le passage du faisceau laser du bas



FIGURE E.3 – Porte échantillon avec ensemble tiges et couteaux

et limiter le contact avec l'échantillon qui repose uniquement sur l'arrête du couteau. Le porte couteau est lui même réglable par un système trait-point-plan soutenu par des tiges de longueur définies pour pouvoir laisser passer le faisceau laser par le bas. En d'autres termes, la hauteur minimale des tiges est définie par la hauteur de sortie du faisceau laser plus une marge de réglage pour que le faisceau puisse être dirigé sur l'échantillon. Il est à noter que ce dispositif permet ainsi d'accueillir des échantillons de diamètre et d'épaisseur variables.

Le flux émis normalement à la surface de l'échantillon est redirigé vers le spectromètre IR par un miroir parabolique. Dans un second temps, le miroir parabolique est dirigé vers le corps noir pour que le spectromètre réalise les deux mesures nécessaires à la détermination de l'émissivité. Le corps noir permet d'atteindre des températures plus élevées qui s'étendent sur une gamme allant de 300 à 1700°C avec une grande stabilité (1°C toutes les huit heures). Il a une émissivité effective de 0,99 avec son diamètre d'émission de 25mm et sa longueur du tube intérieur de 300mm. Cependant, il impose quelques contraintes : son volume et son poids encombrant (80 kg) ne permettent pas de le poser sur la table optique ; ce qui implique de rapprocher la cuve près du bord de table car la partie la plus homogène du corps noir doit être placée à la distance focale du miroir parabolique (20cm). Néanmoins, les dimensions de la cavité permettent un réglage facile du miroir parabolique.

Photos montage expérimental



FIGURE E.4 – Photo de l'ensemble porte échantillon

E.2 Mesures en réflexion

Dans un premier temps, des mesures en réflexion spéculaire sur un échantillon de verre ont été effectuées sur la gamme spectrale de 30 cm^{-1} à 7500 cm^{-1} avec une première séparatrice en KBr au niveau du spectromètre Bruker. La démarche est la suivante :

- placer la référence (miroir plan) dans la chambre d'échantillon du spectromètre
- configurer le spectromètre par l'intermédiaire du logiciel OPUS© : nombre de mesures à effectuer (le nombre de scans permet de diminuer les bruits de mesures), fréquence, choix du type de détecteur (dans notre cas le DTGS, détecteur pyroélectrique permettant d'effectuer des mesures dans le proche et le moyen infrarouge)
- mesure du rayonnement en provenance du CN



FIGURE E.5 – Photo du dispositif avec le corps noir et le spectromètre



FIGURE E.6 – Photo de l'ensemble du montage

- placer l'échantillon
- mesure du flux réfléchi par l'échantillon

Pour compléter le spectre, les mêmes étapes sont répétées avec deux autres séparatrices (composite référence T222 de 700 cm^{-1} à 30 cm^{-1} et mylar $75\text{ }\mu\text{m}$ pour les nombres d'ondes inférieurs à 30 cm^{-1}) et ainsi obtenir un spectre quasi complet. Pour avoir un domaine spectral assez conséquent et pouvoir traiter les données avec les relations de Kramers-Kronig qui seront présentées ultérieurement, des mesures dans le domaine du visible et de l'Ultra-Violet ont également été effectuées. Le phénomène de Christiansen est caractérisé par une réflectivité minimale (presque nulle), l'échantillon se comporte alors comme un corps noir et son émissivité vaut 1. Plusieurs nombres d'onde de Christiansen sont relevés : 1275 cm^{-1} pour lequel la réflectivité est nulle et 560 cm^{-1} pour lequel la réflectivité n'est pas tout à fait nulle et vaut 2,5%.

E.3 Mesures et détermination d'émissivité

E.3.1 Mode opératoire

Dans la pratique, il faut d'abord procéder au réglage des miroirs plans pour que les faisceaux laser arrivent au centre de l'échantillon. Le spectromètre est quant à lui réglé en configuration faisceau d'entrée parallèle, puis un diaphragme est placé dans la chambre d'échantillon pour



FIGURE E.7 – Photo de l'ensemble lasers avec ses cubes et tubes de protection



FIGURE E.8 – Photo du système de périscope pour la mesure des flux émis

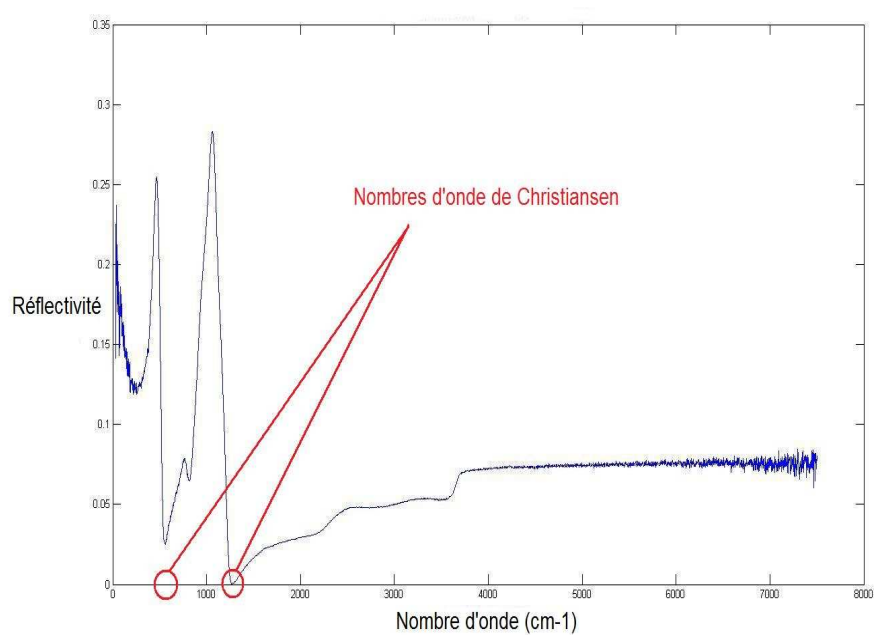


FIGURE E.9 – Réflectivité mesurée pour une lamelle de verre

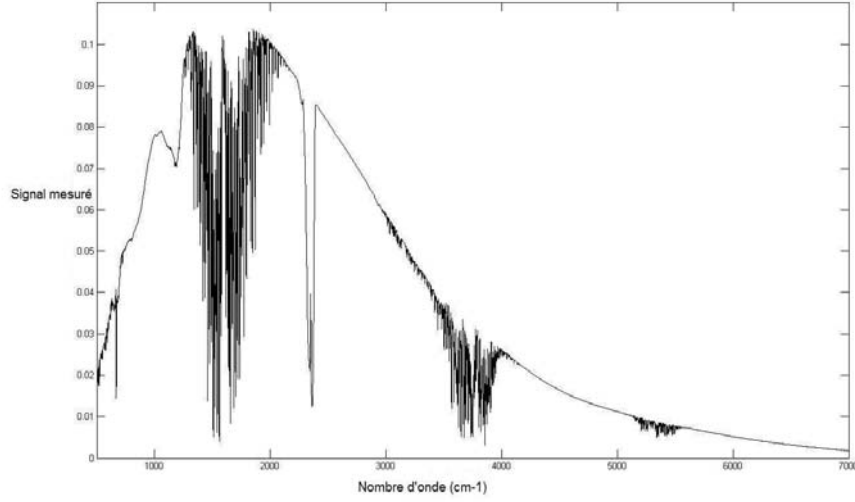


FIGURE E.10 – Signal mesuré avec le corps noir à 1000 °C

pouvoir sélectionner la zone de l'échantillon à observer pour que celle-ci soit la plus homogène possible. En effet le centre de la chambre d'échantillon, où se trouve le diaphragme, et l'endroit où se situe l'échantillon dans la cuve sont conjugués et le grandissement correspond au rapport de la focale du miroir parabolique et la focale du miroir de focalisation du spectromètre. L'étalonnage du spectromètre se termine par les réglages logiciels en terme de nombre et de vitesse de scans, choix du détecteur. La mesure du corps noir à 1000°C est d'abord effectuée pour avoir une référence, *cf.* figure E.10. On constate que la courbe obtenue reste en accord avec l'allure des courbes de Planck théoriques ; la zone fortement « bruitée » entre 1200 et 2000 cm⁻¹ puis 3500 et 4000 cm⁻¹ est due aux bandes d'absorption de la vapeur d'eau et le pic d'absorption à 2250 cm⁻¹ au CO₂.

Après avoir tourné et ajusté le miroir parabolique de 90°, les lasers sont mis en route avec une puissance donnée pour augmenter et puis stabiliser la température de l'échantillon. La mesure de la luminance de l'échantillon est réalisée de la même manière que pour le corps noir. La puissance des lasers est ensuite augmentée pour effectuer les mesures à différentes températures, dans la limite de déformation de l'échantillon.

L'ensemble des spectres représentatifs de la luminance de l'échantillon pour différentes températures sont présentés sur la figure E.11. Les remarques concernant les bandes d'absorption de la vapeur d'eau et du dioxyde de carbone ainsi que le pic représentatif de la longueur d'onde caractéristique du laser CO₂ à environ 1000cm⁻¹ restent valables.

E.3.2 Détermination de la température de l'échantillon

À partir de ces mesures on peut déterminer la température de l'échantillon à la longueur d'onde de Christiansen pour laquelle :

$$\Phi_s(\sigma_c, T) = \Phi_0(\sigma_c, T) \quad (\text{E.2})$$

Le corps noir étant un radiateur idéal, la relation suivante permet de retrouver le flux théorique pour n'importe quelle température :

$$\Phi_0(\sigma, T) = \frac{\Phi_0(\sigma, T_0)}{L_\lambda^0(\sigma, T_0)} L_\lambda^0(\sigma, T) \quad (\text{E.3})$$

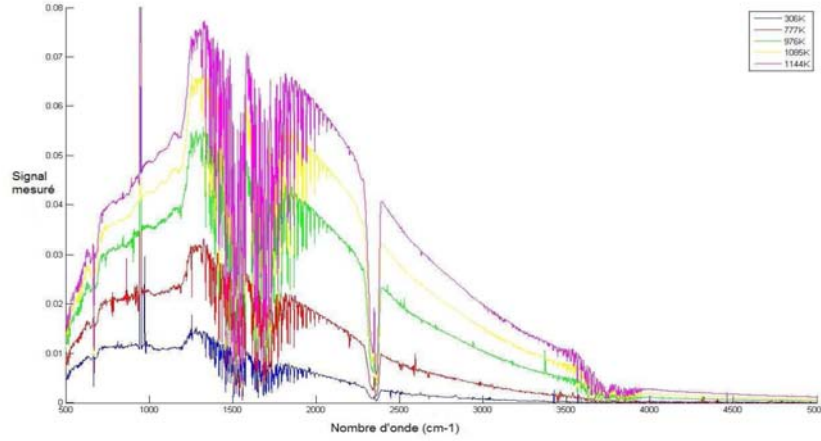


FIGURE E.11 – Flux émis par l'échantillon, mesuré pour différentes températures

avec $T_0 = 1273K$.

La température est ainsi déduite à partir des relations précédentes selon :

$$T = \frac{h_p c \sigma_c}{k_b \ln \left[\frac{\Phi_0(\sigma, T_0)}{\Phi_s(\sigma_c, T)} \left[\exp \left(\frac{h_p c \sigma_c}{k_b T_0} \right) - 1 \right] + 1 \right]} \quad (\text{E.4})$$

E.3.3 Calcul de l'émissivité

La dernière étape constitue le calcul de l'émissivité à partir des flux mesurés. L'émissivité étant le rapport du flux émis par l'échantillon sur celui du corps noir **à la même température**, en reprenant l'expression E.3 utilisant les relations théoriques de Planck, on obtient l'émissivité :

$$\begin{aligned} \epsilon &= \frac{\phi_s(T_s)}{\phi_0(T_s)} = \frac{\phi_s(T_s)}{\phi_0(T_0)} \frac{L^0(T_0)}{L^0(T_s)} \\ \epsilon &= \frac{\phi_s(T_s)}{\phi_0(T_s)} \frac{\exp \left(\frac{h_p c \sigma_c}{k_b T_s} \right) - 1}{\exp \left(\frac{h_p c \sigma_c}{k_b T_0} \right) - 1} \end{aligned} \quad (\text{E.5})$$

avec

- T_0 la température de référence du corps noir (1273 K)
- T_s la température de l'échantillon calculée avec l'expression (E.4)
- ϕ_0 et ϕ_s les flux mesurés émis respectivement par le corps noir et l'échantillon

Les mesures et calculs pour un échantillon de verre blanc de 1 cm de diamètre fourni par le CERFAV sont présentés sur la figure 3.12. La conclusion importante de ces mesures est que pour le verre, la température influence peu l'émissivité. Même si pour une température basse, il est plus émissif entre 3500 et 2500 cm^{-1} , mais tend vers des valeurs trop éloignées de 1 dans l'infrarouge lointain au niveau de la deuxième longueur d'onde de Christiansen. Toujours pour les basses températures, la courbe est également beaucoup plus bruitée après 3650 cm^{-1} vers la fin du moyen infrarouge en raison de la forte diminution du signal vers les courtes longueurs d'onde.

E.4 Calcul des indices optiques

E.4.1 Indices optiques

Ils peuvent être obtenus à partir de la réflectivité mesurée. Dans le cas d'une lame infiniment épaisse (ou suffisamment absorbante) et sous les hypothèses de surfaces parfaitement lisses et

polies (réflexion spéculaire obéissant aux lois de Descartes). Ainsi, les formules de Fresnel théoriques permettent d'évaluer les valeurs de ρ_λ . En incidence normale, le coefficient de réflexion complexe vaut :

$$R = \frac{\tilde{n} - 1}{\tilde{n} + 1} \quad (\text{E.6})$$

avec

$$R = r \exp(-i\varphi) = \sqrt{\rho} \exp(-i\varphi) \quad (\text{E.7})$$

et

$$\tilde{n} = n + i\kappa \quad (\text{E.8})$$

D'autre part, ρ est le module au carré du coefficient de réflexion complexe, ainsi on a la relation suivante :

$$\rho = \left| \frac{n + i\kappa - 1}{n + i\kappa + 1} \right|^2 \quad (\text{E.9})$$

Dans le cas où de réflexions multiples au sein d'une lame mince à faces parallèles (optiquement polie), isotherme et constituée d'un matériau homogène, alors la réflectivité totale nécessite un « bilan » du rayonnement en jeu au niveau de la lame. Au contact de la première interface, une quantité ρ est réfléchi et la quantité $1 - \rho$ pénètre dans le matériau. De là, $(1 - \rho)\tau$ est transmis et $(1 - \rho)(1 - \tau)$ est absorbé le long du chemin dans le matériau. À l'interface 2, $\rho(1 - \rho)\tau$ est réfléchi et par conséquent $(1 - \rho)^2\tau$ traverse la paroi limite inférieure. Comme le processus continue, la fraction d'énergie incidente réfléchi par l'échantillon est la somme des termes quittant la surface 1.

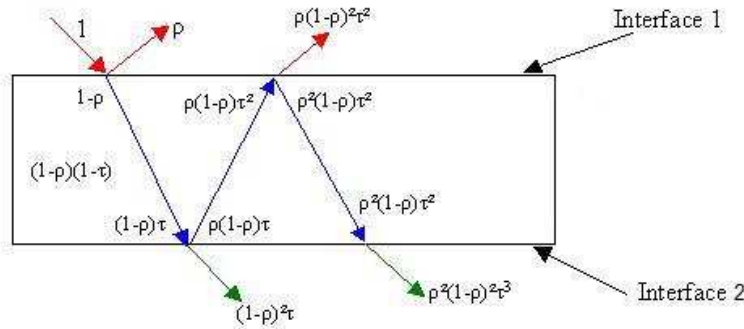


FIGURE E.12 – Schéma simplifié de l'évolution du faisceau incident

La réflectivité totale vaut donc :

$$\begin{aligned} \rho_{total} &= \rho + \rho(1 - \rho)^2\tau^2 + \rho^3(1 - \rho)^2\tau^4 + \dots \\ &= \rho \left[1 + (1 - \rho)^2\tau^2 (\rho^2\tau^2 + \rho^4\tau^4 + \dots) \right] \end{aligned} \quad (\text{E.10})$$

L'ensemble des derniers termes correspondant à une somme de termes d'une suite géométrique de raison $\rho^2\tau^2$, on obtient finalement :

$$\rho_{total} = \rho \left[1 + \frac{(1 - \rho)^2\tau^2}{1 - \rho^2\tau^2} \right] \quad (\text{E.11})$$

Notons que la démarche est la même pour la transmittivité et l'absorptivité. Ainsi la somme des termes quittant la surface 2 vaut :

$$\tau_{total} = \tau(1 - \rho)^2 [1 + \rho^2\tau^2 + \rho^4\tau^4 + \dots] \quad (\text{E.12})$$

$$\tau_{total} = \frac{\tau(1-\rho)^2}{1-\rho^2\tau^2} \quad (\text{E.13})$$

L'absorptivité vaut quant à elle :

$$\begin{aligned} \alpha_{total} &= (1-\rho)(1-\tau) [1 + \rho\tau + \rho^2\tau^2 + \rho^3\tau^3 + \dots] \\ &= \frac{(1-\rho)(1-\tau)}{1-\rho\tau} \end{aligned} \quad (\text{E.14})$$

Pour déduire de ces mesure les indices optiques, il faut exprimer $\tilde{n}$ en fonction de R pour pouvoir identifier la partie réelle et la partie imaginaire afin d'aboutir aux indices complexes n et κ .

$$\tilde{n} = \frac{R+1}{R-1} \quad (\text{E.15})$$

R est remplacé par son expression (E.7) et il découle :

$$\tilde{n} = \frac{1 + r \cos \psi - i r \sin \psi}{1 - r \cos \psi - i r \sin \psi} \quad (\text{E.16})$$

Soit finalement :

$$\tilde{n} = \frac{1 - r^2 - i2r \sin \psi}{1 - 2r \cos \psi + r^2} = \frac{1 - r^2}{1 - 2r \cos \psi + r^2} + i \frac{-2r \sin \psi}{1 - 2r \cos \psi + r^2} \quad (\text{E.17})$$

Et par identification avec l'expression E.8 :

$$n = \frac{1 - \rho}{1 - 2\sqrt{\rho} \cos \psi + \rho} \quad (\text{E.18})$$

$$\kappa = \frac{-2\sqrt{\rho} \sin \psi}{1 - 2\sqrt{\rho} \cos \psi + \rho} \quad (\text{E.19})$$

E.4.2 Relation de Kramers-Krönig

La mesure de ρ ne suffit donc pas pour déduire les indices optiques de l'échantillon, la phase ψ est calculée par les relations de Kramers-Krönig (KK). Celles-ci sont applicables pour un système linéaire et causal (respectant aussi les conditions mathématiques pour la transformée de Fourier) ainsi l'expression E.7 s'écrit :

$$\ln(R) = \ln \sqrt{\rho} - i\psi \quad (\text{E.20})$$

Les relations de KK permettent de relier les parties réelle et imaginaire d'une grandeur complexe, ici le coefficient de réflexion complexe.

$$\ln \rho(\omega) = -\frac{2}{\pi} \text{vp} \int_0^\infty \frac{\omega' \psi(\omega')}{\omega'^2 - \omega^2} d\omega' \quad (\text{E.21})$$

$$\psi(\omega) = -\frac{2}{\pi} \omega \text{vp} \int_0^\infty \frac{\ln \rho(\omega')}{\omega'^2 - \omega^2} d\omega' \quad (\text{E.22})$$

avec la variable d'intégration ω' une fréquence et ω la fréquence de mesure.

Cependant pour le calcul de la phase, dans la pratique, les mesures sont réalisées dans un domaine limité et non sur la gamme complète s'étalant de zéro à l'infini. La solution adoptée consiste alors à extrapoler en dehors du domaine de mesure, mais il faut soit connaître la nature physique du matériau soit disposer des valeurs de couples particuliers (ρ, ψ) ou (n, κ) pour que cette interpolation soit pertinente.

Concernant notre échantillon, après avoir regroupé l'ensemble des données issues des mesures en réflexion, un programme Fortran ainsi qu'un script Matlab existants au laboratoire permettent

d'obtenir les indices optiques pour une lamelle de verre à partir d'une des relations de KK. Cependant, la méthode d'intégration exponentielle utilisée, de type n-points, ne semble pas adaptée. Il serait intéressant de poursuivre dans cette voie en améliorant la méthode d'intégration.

Le calcul avec le code fortran, basé sur la méthode d'intégration de type Simpson ou rectangle, donne des résultats corrects à l'exception des valeurs de l'indice d'extinction qui descend en dessous de zéro dans tout le moyen et proche infrarouge.

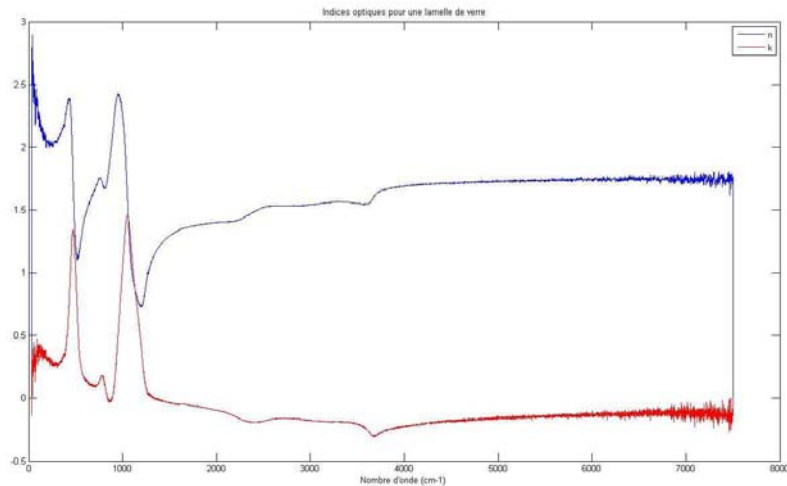


FIGURE E.13 – Indices optiques d'une lamelle de verre, mesures en réflexion

En ce qui concerne les mesures d'émissivité, les données ne peuvent pas être exploitées dans l'état et des mesures en réflexion et transmission sont nécessaires pour pouvoir évoluer vers le calcul des indices optiques. De plus l'exploitation de ce type de mesure ou la résolution d'un système constitué des relations (E.11) et (E.13) serait intéressante. Mais manquant de temps, nous avons été contraints de laisser cet aspect de côté.

Annexe F

Filtres optiques



FIGURE F.1 – Courbes de transmission du filtre KG5

SCHOTT

KG5

Reflection factor P_d	0.92
Bubble content Bubble class	
Chemical resistance FR class	0
SR class	3.0
AR class	4.0

Density ρ [g/cm ³]	2.53
Transformation temperature T_g [°C]	565
Thermal expansion $\alpha_{-30/+70^\circ\text{C}}$ [10 ⁻⁶ /K]	5.4
$\alpha_{-20/+300^\circ\text{C}}$ [10 ⁻⁶ /K]	6.2
Temperature coefficient T_k [nm/°C]	

Per DIN 58191 KP 689
Per DIN 58191

Ionically colored glass

Limit values of τ_i
for thickness $d = 2$ mm

Wave-length [nm]	Limits	Value from catalog curve
365	≥ 0.80	0.89
500	≥ 0.86	0.89
600	≥ 0.80	0.84
700	≤ 0.43	0.40
800	≤ 0.09	0.06
900	≤ 0.008	0.002
1060	$\leq 1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$
2200	≤ 0.001	$5 \cdot 10^{-4}$

Refractive index n λ [nm] Element n	
365 Hg	1.53
587.6 He	1.51

Tristimulus values						
	d	x	y	Y	λ_y [nm]	P_e
A	1	0.440	0.411	85	505	0.02
2856	2	0.434	0.415	78	505	0.03
K	3	0.428	0.419	72	505	0.05
	5	0.416	0.425	62	505	0.07
	1	0.417	0.403	85	503	0.02
3200	2	0.410	0.406	78	503	0.03
K	3	0.404	0.409	72	503	0.05
	5	0.394	0.415	62	504	0.07
D ₆₅	1	0.308	0.331	85	496	0.02
	2	0.304	0.333	79	497	0.03
	3	0.300	0.334	74	497	0.04
	5	0.294	0.338	64	497	0.06

Application notes
Short pass filter
- see section 6.7.2

[I]
Long-term changes in the polished surface are possible under some circumstances
- see section 5.5

V
Transmission changes are possible under the action of intense ultraviolet radiation
- see section 8.3
Status June 1997

Transmittance τ and internal transmittance τ_i at $d = 2$ mm

λ [nm]	τ	τ_i	λ [nm]	τ	τ_i
200	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	700	0.37	0.40
210	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	710	0.32	0.35
220	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	720	0.28	0.30
230	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	730	0.23	0.26
240	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	740	0.20	0.21
250	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	750	0.16	0.18
260	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	760	0.13	0.15
270	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	770	0.11	0.12
280	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	780	0.08	0.09
290	0.002	0.002	790	0.07	0.07
300	0.02	0.02	800	0.05	0.06
310	0.10	0.11	850	0.01	0.01
320	0.27	0.29	900	0.002	0.002
330	0.47	0.52	950	$4 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$
340	0.63	0.68	1000	$9 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
350	0.73	0.80	1060	$3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
360	0.80	0.87	1100	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
370	0.83	0.90	1200	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
380	0.84	0.91	1300	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
390	0.83	0.90	1400	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
400	0.81	0.88	1500	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$
410	0.79	0.86	1600	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
420	0.78	0.85	1700	$4 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$
430	0.78	0.85	1800	$6 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-4}$
440	0.79	0.86	1900	$6 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-4}$
450	0.80	0.87	2000	$6 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
460	0.79	0.86	2100	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$
470	0.80	0.87	2200	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$
480	0.81	0.88	2300	$7 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$
490	0.81	0.89	2400	0.002	0.002
500	0.82	0.89	2500	0.003	0.003
510	0.82	0.89	2600	0.005	0.005
520	0.81	0.88	2700	0.007	0.008
530	0.81	0.88	2800	$8 \cdot 10^{-4}$	$9 \cdot 10^{-4}$
540	0.81	0.88	2900	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
550	0.82	0.89	3000	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
560	0.82	0.89	3200	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
570	0.82	0.89	3400	$6 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
580	0.81	0.88	3600	0.002	0.002
590	0.79	0.86	3800	$9 \cdot 10^{-4}$	0.001
600	0.77	0.84	4000	$8 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-5}$
610	0.75	0.81	4200	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
620	0.71	0.78	4400	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
630	0.68	0.74	4600	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
640	0.64	0.70	4800	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
650	0.60	0.65	5000	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
660	0.56	0.60	5200	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
670	0.51	0.56			
680	0.46	0.51			
690	0.41	0.45			

FIGURE F.2 – Données diverses du filtre KG5



FIGURE F.3 – Courbes de transmission du filtre BG39

SCHOTT

BG39

Reflection factor P_d	0.91
Bubble content Bubble class	2
Chemical resistance FR class	0
SR class	5.1
AR class	3.0

Density ρ [g/cm ³]	2.73
Transformation temperature T_g [°C]	321
Thermal expansion $\alpha_{30/70^\circ\text{C}}$ [10 ⁻⁶ /K]	11.6
$\alpha_{20/200^\circ\text{C}}$ [10 ⁻⁶ /K]	13.1
Temperature coefficient T_k [nm/°C]	

Per DIN 58191 BP 475/269
Per DIN 58191 KP 609

Ionically colored glass

Limit values of τ_i
for thickness $d = 1$ mm

Wave-length [nm]	Limits	Value from catalog curve
350	≥ 0.60	0.65
405	≥ 0.85	0.88
514	≥ 0.93	0.97
633	≤ 0.30	0.26
694	≤ 0.03	0.02
1060	≤ 0.001	$1 \cdot 10^{-4}$

Refractive index n λ [nm]	Element	n
404.7	Hg	1.55
587.6	He	1.54

Tristimulus values d [mm]	x	y	Y	λ_d [nm]	P_s
A	1	0.365	0.434	66	500 0.19
2856	2	0.314	0.444	53	500 0.30
K	3	0.279	0.449	45	499 0.39
	5	0.235	0.450	35	498 0.49
	1	0.344	0.418	67	498 0.19
3200	2	0.296	0.425	55	498 0.31
K	3	0.264	0.426	47	497 0.39
	5	0.223	0.425	37	497 0.49
	1	0.257	0.326	73	491 0.21
D_{65}	2	0.226	0.321	62	490 0.32
	3	0.207	0.317	55	490 0.40
	5	0.183	0.311	45	490 0.49

Application notes
Band pass filter
- see section 6.7.3

Short pass filter
- see section 6.7.2

[!!]
Long-term changes in the polished surface are possible
- see section 5.5

Status June 1997

Transmittance τ and internal transmittance τ_i at $d = 1$ mm

λ [nm]	τ	τ_i	λ [nm]	τ	τ_i
200	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	700	0.009	0.01
210	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	710	0.005	0.005
220	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	720	0.003	0.003
230	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	730	$9 \cdot 10^{-4}$	0.001
240	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	740	$6 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-4}$
250	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	750	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
260	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	760	$9 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
270	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	770	$8 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-5}$
280	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	780	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
290	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	790	$3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
300	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	800	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
310	$9 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	850	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
320	0.04	0.04	900	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
330	0.23	0.26	950	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
340	0.45	0.49	1000	$3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
350	0.59	0.65	1060	$9 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
360	0.67	0.73	1100	$4 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$
370	0.71	0.78	1200	0.003	0.003
380	0.74	0.82	1300	0.02	0.02
390	0.77	0.85	1400	0.06	0.07
400	0.79	0.87	1500	0.16	0.18
410	0.81	0.89	1600	0.31	0.34
420	0.82	0.90	1700	0.46	0.51
430	0.83	0.92	1800	0.67	0.74
440	0.85	0.93	1900	0.67	0.74
450	0.85	0.94	2000	0.74	0.81
460	0.86	0.95	2100	0.78	0.86
470	0.87	0.96	2200	0.79	0.87
480	0.88	0.96	2300	0.78	0.86
490	0.88	0.97	2400	0.78	0.86
500	0.88	0.97	2500	0.75	0.82
510	0.88	0.97	2600	0.67	0.74
520	0.88	0.97	2700	0.63	0.69
530	0.87	0.96	2800	0.30	0.33
540	0.86	0.94	2900	0.06	0.07
550	0.83	0.91	3000	0.02	0.02
560	0.80	0.87	3200	0.002	0.002
570	0.75	0.82	3400	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
580	0.68	0.75	3600	$6 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
590	0.61	0.67	3800	0.002	0.002
600	0.52	0.58	4000	$6 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-4}$
610	0.43	0.48	4200	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
620	0.34	0.38	4400	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
630	0.26	0.29	4600	$6 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-4}$
640	0.19	0.21	4800	0.003	0.003
650	0.13	0.14	5000	0.003	0.003
660	0.08	0.09	5200	0.003	0.003
670	0.05	0.06			
680	0.03	0.03			
690	0.02	0.02			

FIGURE F.4 – Données diverses du filtre BG39

Résumé

Étude numérique et expérimentale du thermoformage d'une plaque de verre

L'objectif de ce travail consiste à accroître la connaissance sur le thermoformage du verre. Ce procédé, largement mis en œuvre par le CERFAV, est basé sur la déformation du verre au sein d'un four électrique radiant sous l'effet de la température.

Deux axes de travail ont été identifiés : le développement d'un outil de simulation numérique, et la conception d'un banc expérimental original. D'un point de vue mécanique, le modèle viscoélastique rhéologique choisi permet de décrire le comportement du verre successivement élastique linéaire, viscoélastique puis visqueux, de l'ambiance jusqu'à 800°C. D'un point de vue thermique, le couplage de la conduction avec le rayonnement, validé pour des cas tests issus de la littérature, a été appliqué dans des conditions similaires au thermoformage sans déformation. Pour ce faire, le code radiatif RAD2D développé au LEMTA a été généralisé au verre et implémenté dans le logiciel MSCMARC®.

La phase expérimentale a été marquée par la conception et le développement d'un banc d'essais original autour d'un four de thermoformage. Les mesures sans contact de déplacement vertical et de température de la face supérieure du verre ont ainsi été comparées qualitativement aux résultats numériques. Par ailleurs, le four a fait l'objet d'un protocole de qualification (température et flux) qui permettra d'affiner la modélisation. En parallèle, une campagne de détermination des propriétés thermomécaniques du verre a été initiée en vue de paramétrer plus fidèlement le modèle numérique.

En conclusion cette première étude a permis la mise en place d'outils performants de calcul et de mesure, les premiers résultats probants devront être complétés par une seconde étude.

Mots clés :

couplage thermomécanique, viscoélasticité, verre, thermoformage, mesures sans contact, couplage conduction - rayonnement, fluage

Abstract

Numerical and experimental study of glass plate forming

This study aims at increasing knowledge on glass forming. This process, studied and developed by the CERFAV, is based on the deformation of glass by increasing temperature within an electric radiant furnace. Two investigation tools were developed in parallel : a computational program dedicated to the numerical simulation, and an original experimental set up.

The rheological viscoelastic model implemented into the MSCMARC® software for mechanics was chosen to describe the behavior of glass at temperature ranging from ambient to 800°C in turn elastic, viscoelastic and viscous. The coupled code (conduction with radiation), validated for test cases found in the literature, were applied to benchmarks similar to glass forming with no deformation. The radiative home-made RAD2D code based on the Finite Volume Method was adapted to glass and implemented into MSCMARC®.

The experimental part of the study consisted in designing and developing an original set up based on a thermoforming furnace. The no-contact-measurements of vertical displacement and temperature on the upper face of the glass were qualitatively compared to our innovative numerical results. In addition, the furnace was characterized in terms of temperature and fluxes and a determination campaign of the thermomechanical properties of the glass was initiated in order to provide data for the refinement of the model.

To conclude, efficient tools for calculation and measurement were developed in the present study. The first results are convincing and will be supplemented by further investigations.

Keywords :

thermomechanical coupling, viscoelasticity, glass, thermoforming, measurements without contact, conduction-radiation coupling, creep