

An International Publication of Engineering Science



AJOT

ALGERIAN JOURNAL OF TECHNOLOGY

**Civil Engineering
Hydraulic Engineering
Mining Engineering
Mechanical Engineering
M e t a l l u r g y
M a t e r i a l s**

2002

Series A Volume 15 Number 1

ISSN 1111-357X

ALGERIAN JOURNAL OF TECHNOLOGY

Série A

Directeur de la Publication
Directeur de la Rédaction
Diffusion et Abonnement
Publicité et Sponsoring

Pr. M.K Berrah
Pr. A.Zerguerras
C. Larbes
M. Bouabdellah

Comité de Coordination (E.N.P, Alger)

Kettab, A.
Larbi, S.

Mesrati, N.
Tiliouine, B.

Comité scientifique

Ait-Ali, M.A	ENP, Alger	Algérie
Abadlia, M.T	I.N.M.C Boumerdes	Algérie
Bali, A	ENP, Alger	Algérie
Bard, P.Y	LCPC, Paris et Univer.J.Fourier	France
Berrah M.K	ENP, Alger	Algérie
Besbes.M	E.N.I.T. Tunis	Tunisie
Benyoucef, B	Université de Tlemcen	Algérie
Bouzabata, B	Université d'Annaba	Algérie
Bouaziz, M	ENP, Alger	Algérie
Charif . A	Université de Batna	Algérie
Courtad .R.M	Université de Lyon	France
David, J.M	E.N.S D'arts et Métiers- Lille	France
Flavigny, E	I.M.G-EHMG-Grenoble	France
Foray, P	I.N.P.G-Grenoble	France
Guerrak, S	ENP, Alger	Algérie
Gahmousse, A	E.N.E.S ,Tebessa	Algérie
Kerkar, M	ENP, Alger	Algérie
Kettab, A	ENP, Alger	Algérie
Larbi, S	ENP, Alger	Algérie
Mohamed-Aguid, B	ENP, Alger	Algérie
Mesrati, N	ENP, Alger	Algérie
Nacib, B	Université de Constantine	Algérie
Rechak,S	ENP, Alger	Algérie
Salhi, ES	ENP, Alger	Algérie
Swamy, R..M	Sheffield University	Grande Bretagne
Tiliouine, B	ENP, Alger	Algérie
Thimus, J.F	U.C.L ,Louvain	Belgique
Thiriot, C	I.N.P.T,Toulouse	France
Treheux, D	Ecole Centrale de Lyon	France
Zech, Y	U.C.L,Louvain	Belgique

Le comité de lecture peut consulter tout spécialiste reconnu pour un domaine donné, dont le nom ne figure pas dans cette liste.

An International Publication of Engineering Science



AJOT

ALGERIAN JOURNAL OF TECHNOLOGY

**Civil Engineering
Hydraulic Engineering
Mining Engineering
Mechanical Engineering
M e t a l l u r g y
M a t e r i a l s**

2002

Series A Volume 15 Number 1

ISSN 1111-357X

Avant Propos

Ces dix dernières années, bien des progrès ont été réalisés dans le domaine de la recherche scientifique et technique en Algérie. Faut-il pour autant pavoiser dans l'auto-satisfaction, sans relativiser par comparaison avec les résultats obtenus par d'autres pays se trouvant dans les mêmes conditions que nous initialement ? Comment expliquer alors le mécontentement quasi-général des enseignants chercheurs, la fuite des universitaires, parmi les plus dynamiques, à l'étranger, la démotivation d'une bonne partie des étudiants poursuivant leurs études dans le pays, le sous équipement de la majorité des laboratoires, les capacités d'accueil souvent insuffisantes des cités et restaurants universitaires... Peut-on attribuer ces effets négatifs du moins en partie, à l'insécurité que connaît le pays, à une conjoncture internationale qui dure... ? Il y'a sûrement une explication majeure à la cause de ces effets.

Le système éducatif répond-il à la demande du pays en besoins de formation qualifiée en quantité suffisante ? Cette question peut paraître déplacée, quand on sait que la productivité de la formation en nouveaux diplômés, quoique quantitativement jugée relativement non élevée, le placement professionnel de ces diplômés n'est pas garanti à tous. A cela il y'a diverses raisons, le manque d'expérience et de culture* industrielles, le financement rare et contraignant rendant difficile la mise en œuvre de tout projet individuel ou collectif, la fiscalité non incitatrice à la création d'entreprises donc d'emplois...

Le débat sur la recherche Scientifique et Technique (R.S.T), sur son implication qui devrait être autrement plus forte dans les différents secteurs économiques, sur son impact dans la création d'emplois, dans l'attente de résolutions et d'actions salvatrices qui n'arrivent pas pour l'essentiel, est devenu récurrent pour ne pas dire éculé à force d'avoir servi.

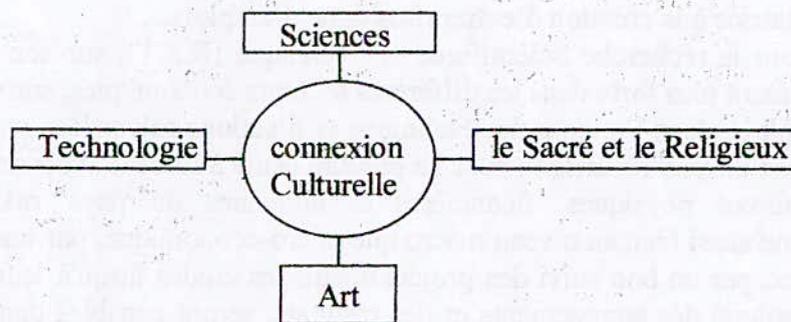
Les ressources physiques, financières et humaines du pays valorisés par une organisation idoine aussi bien au niveau macro que micro-économique, par une gestion souple à tous les niveaux, par un bon suivi des projets depuis les études jusqu'à leur concrétisation, par un contrôle soigné des engagements et des résultats, seront capables dans les limites de leurs disponibilités de produire les retombées économiques désirées avec une ampleur bien plus conséquente que celle obtenue actuellement. Entre autres, les activités de la R.S.T nationales, devenues authentiques, entreront naturellement dans les moeurs socio-culturelles* en stimulant à la fois l'innovation et les forces productives. L'effort fait par les pouvoirs publics et privés dans ce sens pour développer et organiser ces ressources traduira la politique volontariste accordée à la R.S.T. Il est évident, que ces ressources même disponibles en quantité significatives, sans une structuration appropriée, bien organisée sur tous ses aspects (d'ordre juridique, politique, commercial, fiscal etc.) et sans les éléments de gestion cités plus haut, les activités de la R.S.T sur des sujets sans vrai rapport les uns avec les autres, auront un rendement global faible en retombées économiques. Le plus grave serait de percevoir la modernité par ces apports technologiques seulement comme un bien de consommation et non comme un moyen incontournable pour une économie de croissance durable ou les objectifs visés sur le long terme sont aussi importants, si ce n'est plus, que ceux visés sur le court et le moyen termes.

D'ailleurs ce sont ces objectifs sur le long terme qui conditionnent le choix de l'organisation et du pilotage à adopter pour leur concrétisation, ainsi que le choix des mesures d'optimisation à prendre pour les réaliser à l'intérieur des moyens et capacités financières disponibles. En absence de ces objectifs toute démarche sera confuse, à courte vue ou une simple réaction à l'événement ou au fait subi.

Si l'enseignement supérieur reste perçu seulement comme un ensemble d'établissements de formation (de première formation, de formation continue, de formation

des formateurs, etc...) sans lien étroit par sa R.S.T avec les différents acteurs des secteurs productifs du pays il perd pratiquement la moitié de sa raison d'être avec même une perte significative en qualité sur les « produits » de la moitié qu'il conserve. L'apport d'Internet dans la formation est certainement un plus mais pas une solution au problème de l'enseignement supérieur mentionné plus haut. La question qui se pose aujourd'hui, c'est de savoir s'il faut continuer à former des cohortes de diplômés chaque année, en grand nombre sous de faibles coûts unitaires, sans perspective réelle sur le marché de l'emploi, ou plutôt former de véritables élites professionnelle à des coûts unitaires standards avec une perspective réelle sur le marché de l'emploi. La solution pratique serait peut être entre ces deux cas extrêmes, celle qui fait coïncider le mieux les profils de formation aux qualifications professionnelles demandées par le marché du travail, aux moindres coûts.

D'une façon plus générale, dans une constitution, quand c'est le politique qui prime sur l'économique le droit au travail pour tous est mieux garanti que dans celle qui fait que l'économique prime sur le politique, mais cette garantie est obtenue au prix d'une réduction des libertés individuelles et collectives. L'Expérimentation de ces deux systèmes à un même pays montre que ce sont souvent les mêmes catégories sociales qui en profitent le plus relativement à l'ensemble des travailleurs. Selon l'économiste Schumpeter, la solution viable est un équilibre entre ces deux cas extrêmes qu'il n'est pas aisé d'atteindre.



* La culture est à la fois une stratification dans le temps et un carrefour d'horizon divers

Le Directeur de Rédaction
Professeur : A.ZERGUERRAS

DIMENSIONNEMENT OPTIMAL D'UNE FONDATION SUPERFICIELLE DANS UN CONTEXTE PROBABILISTE

S. LAKEHAL¹, B. TILIOUINE², B. ZEGHLACHE³

Laboratoire de Génie Sismique et Dynamique des Structures, Département de Génie Civil, Ecole Nationale Polytechnique, 10 Avenue H. Badi, 16200 Alger - Algérie

خلاصة :

تخصت هذه الدراسة للبحث عن تحديد احتمالي للأبعاد لأساس سطحي. عاة استعمال مفهوم احتمالي يتطلب من جهة كسب معطيات إحصائية ومن جهة أخرى أدخلهم في نموذج ميكانيكي. منهجية التقريب التي تستنتج هي أكثر تعقيد و عامة يجب أمرين أممي و إقتصادي. المعلومات الضرورية للبحث عن الحل المثالي للمسألة المطروحة لها علاقة بخصائص المواد المستعملة و التحريضات الخارجية التي تبرز هذه الأخرى ميزة بشدة عشوائية. علاوة على ذلك يجب أن تسمح معايير الإقتصاد بخفض الثمن الكلي المحتمل للمواد المستعملة و في بعض الأحيان الوزن الكلي لإحتمال إهمار معين لأساس سطحي و تبين عدة تطبيقات نسبة لحالة الأساس الجرة التي من أجلها معيار المثالية المختار يكون أنفع بدلالة متغيرين

ABSTRACT

This study is devoted to the solution of reliability – based optimization problem of shallow foundations. Use of the probabilistic concept requires in general the collection of statistical data on the one hand and their introduction in a mechanical model on the other hand. The resulting methodology is as much sophisticated as it should generally meet both safety and minimum total cost requirements. Necessary informations in order to obtain the problem solution consist essentially in material characteristics and loadings which are both random. In addition, the design criterion should allow for the minimization of the total probable cost of the foundation, or under certain conditions, of the total weight for a given probability of failure of the foundation. Various aspects of a general formulation of the problem of the reliability based optimal design of shallow foundations are presented. Conclusions of engineering significance are given in light of the optimal solutions obtained from the case study of the reliability - based optimal design of shallow foundation in a random environment.

RESUME

La présente étude est consacrée à la recherche du dimensionnement probabiliste optimal d'une fondation superficielle. L'utilisation du concept probabiliste nécessite en général, l'acquisition de données statistiques d'une part et leur introduction dans un modèle mécanique d'autre part. La méthodologie d'approche qui en résulte est d'autant plus complexe, qu'elle doit en général, satisfaire au double impératif de sécurité et d'économie. Les informations nécessaires en vue de la recherche de la solution optimale du problème posé ont trait essentiellement aux caractéristiques des matériaux mis en œuvre et aux sollicitations extérieures, lesquelles présentent les unes comme les autres, un caractère fortement aléatoire. En outre, les critères de dimensionnement doivent permettre de minimiser le coût total probable des matériaux mis en œuvre ou encore dans certains cas leur poids total pour une probabilité de ruine donnée de la fondation considérée. Différents aspects d'une formulation générale du problème de dimensionnement optimal des fondations superficielles dans un contexte probabiliste, sont présentés. Des conclusions d'importance pratique sont formulées à la lumière des solutions optimales obtenues à partir de cas d'étude de dimensionnement probabiliste optimal des fondations superficielles dans un environnement aléatoire

1. INTRODUCTION

La recherche de la solution économique dans l'acte de construire a toujours été envisagée par les ingénieurs concepteurs, constructeurs et chercheurs. Cette recherche qui conduit à la structure économique a poussé ces chercheurs du monde entier à optimiser. L'émergence de ces méthodes d'optimisation n'a servi qu'à rendre explicite la recherche, l'évaluation, le classement des options, ce qui jusque là avait été accompli de façon implicite.

Le problème principal qui se pose à l'ingénieur est de donner une réponse satisfaisante lors de la conception d'un ouvrage. Cet ouvrage doit satisfaire aux normes de sécurité en vigueur tout en étant le plus économique possible. La considération de ces deux aspects constitue le fondement du problème véritable de dimensionnement. En se plaçant au niveau du concept probabiliste de la sécurité, on se donne comme objectif de trouver la fondation optimale.

Dans ce contexte, sont considérés comme aléatoires les propriétés des matériaux, les actions, les lois de comportement des matériaux, et tout ce qui en découle. La sécurité s'évalue en terme de probabilité de survie (ou de ruine). Un coefficient de sécurité relatif à une action aléatoire et à un sol de caractéristiques aléatoires, permet d'apprécier la marge de sécurité pour cette action par rapport à la capacité portante du sol.

La nécessité d'introduire un critère d'optimisation nous a amenés à définir un critère spécifique pour les fondations superficielles.

2. METHODES DE DIMENSIONNEMENT PROBABILISTE

En pratique, dans les problèmes réels d'optimisation, on utilise souvent le poids ou le volume comme critère plutôt qu'un coût minimal, car il est difficile, et parfois même impossible, de quantifier le coût total probable

de manière précise. Puisque le poids total d'une structure ou d'un ouvrage s'avère dans de nombreux cas constituer une bonne mesure du coût, il est logique de substituer au critère du coût le critère du poids.

Cependant, pour les fondations superficielles ce critère doit tenir compte non seulement du volume (ou poids) de la fondation mais aussi du volume des fouilles nécessaires à leurs mises en place. Dans ce but, on définit un poids fictif (voir équation 3).

Selon ce critère, l'objectif du dimensionnement optimal d'une fondation en contexte probabiliste est de trouver la fondation de poids fictif W_T minimal, dont la probabilité de mise hors service (ou la probabilité de survie $P_{(+)\alpha}$) a une valeur $P_{(-)\alpha}$ fixée ou imposée à priori.

Mathématiquement, ce problème de programmation stochastique se pose comme suit :

$$\begin{aligned} & \text{Trouver} && \{X\} \\ & \text{tel que} && W_T(\{X\}) \text{ soit minimal} \\ & \text{et que} && P_{(+)}\{X\} \geq P_{(+)\alpha} && (1a) \\ & \text{ou} && P_{(-)}\{X\} \leq P_{(-)\alpha} && (1b) \end{aligned}$$

Si $\{X\} = (X_1, X_2, \dots, X_p)^T$ respecte uniquement la contrainte probabiliste (1b), elle est une solution admissible, si de plus $\{X\}$ satisfait à la condition (1a), elle est la solution optimale $\{X\}_{op}$.

Les composantes X_1, X_2, \dots, X_p du vecteur solution $\{X\}$ peuvent être des variables non aléatoires ou des paramètres (espérance mathématiques, variances ...).

Ces composantes se réfèrent soit à la configuration géométrique générale de la fondation (hauteur, largeur, profondeur ...); soit à la répartition du matériau dans cette même fondation (moment d'inertie, ou autre ...).

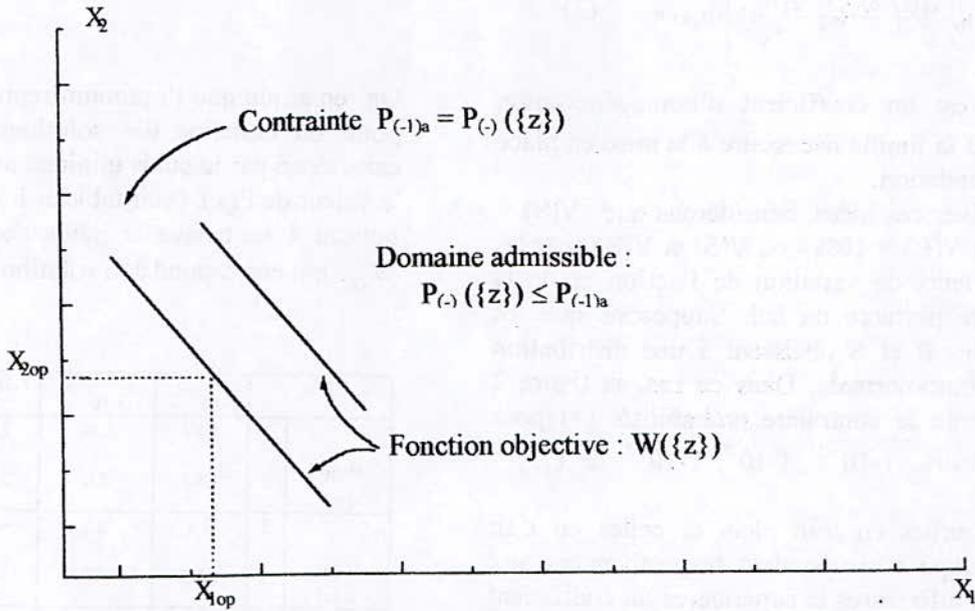


Fig.1- : Illustration du problème d'optimisation

Lorsque $\{X\}$ ne dépend que deux variables, une illustration graphique du problème d'optimisation est donnée à la figure 1. Nous avons admis que le poids fictif qui représente la fonction objective, dépend linéairement de ces variables. Le domaine des solutions admissibles est limité par la contrainte probabiliste (1b) ramenée à une égalité. L'optimum est atteint pour le point extrême du domaine admissible (voir figure 1.). Une formulation équivalente à (1) est la suivante :

trouver $\{X\}$ tel que :

$$W_T[\{x\}, P_{(+)}(\{x\}) \geq P_{(+)}a]$$

soit minimal (2a)

ou

$$W_T[\{x\}, P_{(-)}(\{x\}) \leq P_{(-)}a]$$

soit minimal (2b)

Dans ce cas, le poids fictif est de plus fonction de la probabilité de survie ou de ruine de la structure

$$\frac{\bar{R}}{S} = \frac{1/2 \cdot \gamma \cdot X_1 \cdot N_\gamma + \gamma \cdot X_2 (N_q - 1) + C \cdot N_C}{X_1 - \gamma \cdot X_2} = \theta^* (v(s), v(R)) P_{(+)}a$$

$\bar{R} = 1/2 \cdot \gamma \cdot X_1 \cdot N_\gamma + \gamma \cdot X_2 (N_q - 1) + C \cdot N_C$ est la résistance du sol ou capacité portante de la semelle où N_γ, N_q, N_C sont des coefficients appelés respectivement terme de surface, terme de profondeur, et terme de cohésion, γ est le

3. APPLICATIONS

Illustrons les deux formulations (1) et (2) du critère du poids fictif par un exemple .

Pour préciser et expliciter ces notions prenons l'exemple d'une fondation filante soumise à une charge centrée Q (voir le schéma). Nous nous proposons de déterminer la solution optimale pour diverses valeurs fixées a priori de la probabilité de survie $P_{(+)}a$ de cette fondation.

3.1 Formulation (1)

Explicitons d'abord les variables, la contrainte probabiliste et la fonction objective du problème.

- Les variables de dimensionnement sont $X_1 = B$ et $X_2 = D$.

- La contrainte probabiliste, ramenée à une égalité exprime que la fondation doit avoir la probabilité de survie $P_{(+)}s = P_{(+)}a$. Cette contrainte s'écrit :

θ^* étant le coefficient de sécurité central nécessaire à la fondation pour lui assure la probabilité de survie $P_{(+)}a$

poids de spécifique du sol, \bar{S} est l'action ou la contrainte appliquée et Q est la charge moyenne appliquée sur la fondation

- La fonction objective est le poids fictif de la fondation définit comme suit :

$$W_T = \rho_b \left[\frac{x_1(x_1-b)}{4} + (x_2 - \frac{x_1-b}{4}) \cdot b \right] + \rho_s \cdot x_1 \cdot \eta \quad (3)$$

où η est un coefficient d'homogénéisation relatif à la fouille nécessaire à la mise en place de la fondation.

Pour fixer ces idées, considérons que $V(S) = 30\%$ et $V(R) = 10\%$ ou $V(S)$ et $V(R)$ sont les coefficients de variation de l'action et de la capacité portante du sol. Supposons que les variables R et S obéissent à une distribution logarithmo-normale. Dans ce cas, la figure 2 représente la contrainte probabiliste (1) pour les valeurs $1 \cdot 10^{-2}$, $1 \cdot 10^{-3}$, $1 \cdot 10^{-5}$ de $P_{(+s)} = P_{(+a)}$

Les courbes en trait plein et celles en trait interrompu correspondent respectivement aux bornes inférieures et supérieures du coefficient θ^* . On constate que le domaine des solutions admissibles s'amenuise avec l'augmentation de la probabilité de survie de la fondation. Cette même figure montre aussi la fonction objective pour diverses valeurs (1, 7, 9 tonnes..) du poids fictif.

On remarque que l'optimum représenté par le point du domaine des solutions admissibles caractérisé par le poids minimal augmente avec la valeur de $P(+)$ (voir tableau 1). Dans le tableau 1 se trouve le poids de la fondation W_{OP} qui correspond à la solution optimale.

On remarque que l'optimum représenté par le point du domaine des solutions admissibles caractérisé par le poids minimal augmente avec la valeur de $P(+)_a$ (voir tableau 1). Dans le tableau 1 se trouve le poids de la fondation W_{OP} qui correspond à la solution optimale.

$P_{(+a)}$		$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$
B_{OP} (m)	1	1.87	1.90	1.98	2.05	2.13
	2	1.95	2.0	2.08	2.20	2.3
D_{OP} (cm)	3	2.0	12	42.1	74	108
	4	28.3	47	86.0	143	197
W_{OP} (10^3 daN)	5	1.315	1.485	1.973	2.479	3.045
	6	1.760	2.077	2.673	3.589	4.453
Gain (%)	7	53	47	30	12	-
	8	38	26.5	5.5	-	-

Tableau 1.

Les valeurs indiquées aux lignes 1, 3, 5, 7 et 2, 4, 6, 8 correspondent respectivement aux bornes inférieures et supérieures du coefficient de sécurité central θ^* .

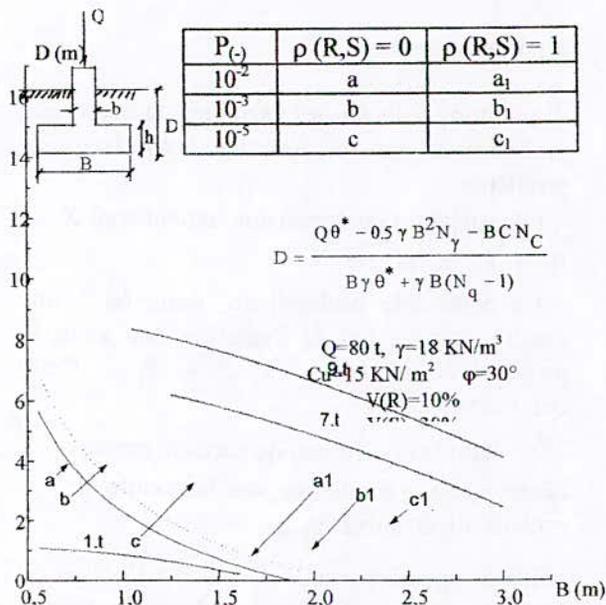


Figure 2. Exemple, pour une semelle filante de la première formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.

$\rho(R,S)$: coefficient de corrélation linéaire entre R et S

θ^* : coefficient de sécurité centrale nécessaire pour assurer à la fondation la

3.2 formulation (2)

L'autre possibilité de trouver la solution optimale consiste à exprimer le poids total en fonction de la probabilité de survie à assurer à la fondation. Portons la valeur de X_2 tirée de (1) dans 2, on obtient ainsi l'expression du poids fictif donné sur la figure 3.

En conservant les mêmes données que celles de l'exemple traité ci-dessus, on a reporté sur la figure 3, la variation de W_T en fonction de X_1 pour les valeurs : $1 \cdot 10^{-2}$, $1 \cdot 10^{-3}$, $1 \cdot 10^{-5}$ de la probabilité de survie $P_{(+s)} = P_{(+a)}$; les courbes en trait plein et en trait interrompu correspondent respectivement aux bornes inférieures et supérieures de θ^* . La valeur minimale de W_T est donnée pour diverses probabilités de survie dans le tableau (1)

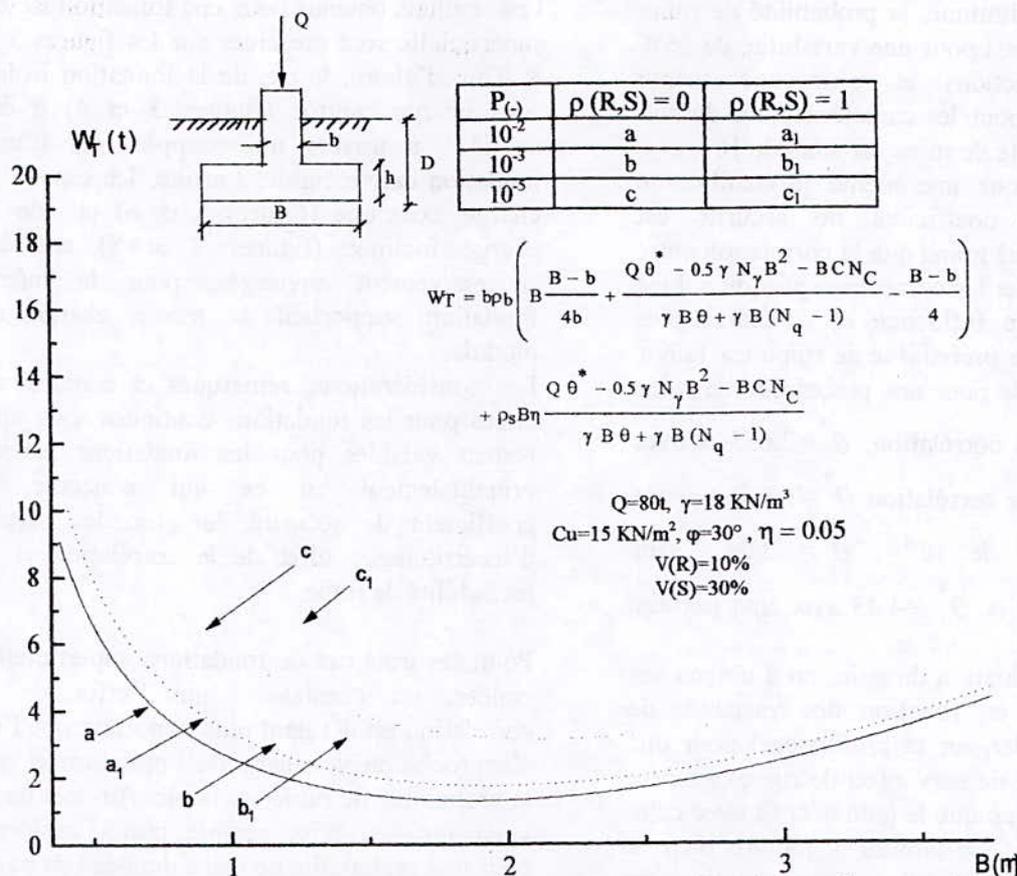


Figure 3. Exemple pour une semelle filante de la seconde formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.
 $\rho(R,S)$: coefficient de corrélation linéaire entre R et S
 θ^* : Coefficient de sécurité centrale nécessaire pour assurer à la fondation la probabilité de survie $P(+)_a$

Dans cette exemple très simple, la solution optimale est aisée à obtenir. Il n'en est plus de même pour un nombre de variables et de mode de ruine plus élevé.

4. RESULTATS ET CONCLUSIONS

4.1 Fondations superficielles filantes

Le principal avantage apporté par le dimensionnement probabiliste optimal est que cette méthode permet de prendre en considération le degré d'incertitude sur les informations relatives aux actions et aux caractéristiques, étant bien entendu que la sécurité est estimée en terme de probabilité de ruine (ou de survie). Ce degré d'incertitude sur les informations à une grande incidence sur la valeur de la solution optimale. Il est regrettable, qu'actuellement, nous constatons un manque d'informations ou de données statistiques précises concernant les actions et les caractéristiques aléatoires des matériaux et

des structures. C'est le facteur majeur qui constitue un obstacle au développement du dimensionnement probabiliste optimal. Les principaux résultats obtenus pour les fondations superficielles filantes (Figures 1 et 2) peuvent être résumés comme suit :

- Pour concevoir à un niveau de sécurité spécifié, un facteur de sécurité semble suffisant. Les effets des incertitudes et des probabilités peuvent être appréciés proprement à travers le seul facteur de sécurité. Bien sûr, le coefficient de sécurité lui-même est fonction de la probabilité de ruine (ou de survie), des incertitudes sur les informations, et les aberrations sur ces dernières vont directement l'affectés.
- On a obtenu que pour un coefficient de sécurité de 3, généralement adopté dans les procédures classiques de dimensionnement déterministe d'une fondation, correspond une probabilité de 10^{-4} pour une variabilité de 30% sur les actions et de 10% sur les caractéristiques du sol. Lorsque la

variabilité diminue, la probabilité de ruine diminue, ainsi pour une variabilité de 25% sur les actions et pour une même variabilité pour les caractéristiques du sol, la probabilité de ruine est alors de 10^{-5} .

- De plus pour une même probabilité de survie, le coefficient de sécurité est d'autant plus grand que la corrélation entre les actions et les caractéristiques du sol est forte. Cette influence est d'autant plus forte que la probabilité de ruine est faible. Par exemple pour une probabilité de ruine de 10^{-3} sans corrélation, $\theta^* = 2.655$ et avec une parfaite corrélation $\theta^* = 3.5$. Pour une probabilité de 10^{-4} , $\theta^* = 3.24$ sans corrélation et $\theta^* = 4.43$ avec une parfaite corrélation.
- Pour l'évaluation du gain, on a obtenu ses variations en fonction des variables de décision (largeur et profondeur) pour une probabilité de survie (ou de ruine) donnée. On remarque que le gain décroît avec cette probabilité. Le tableau 1 montre bien la diminution du gain, l'augmentation de l'optimum, avec l'importance de la corrélation.
- Dans tous les cas étudiés, la fonction objective est non linéaire.
- Les variables de décision ont été limitées à deux, les plus prépondérantes. Ceci nous a permis de mieux percevoir, d'une façon plus concrète, les problèmes considérés, et d'aboutir ainsi à un dimensionnement rationnel.

Finalement, nous pouvons dire que l'approche stochastique est une voie rationnelle pour arriver à étudier la sécurité. Il est recommandé d'orienter la recherche dans cette voie.

Une telle recherche aide à mieux comprendre la nature du problème de dimensionnement probabiliste optimal et à faire apparaître la dépendance de la solution optimale vis à vis de divers paramètres, (probabilité de survie à assurer à la structure, les coefficients de variation des actions et des capacités portantes des éléments, les coefficients de corrélation entre les actions et les capacités portantes des éléments).

4.2 Fondations superficielles isolées

Les résultats obtenus pour une fondation isolée superficielle sont présentés sur les figures 3 à 8. Tout d'abord, le cas de la fondation isolée sous charge centrée (figures 3 et 4) a été étudié, à travers un exemple réel d'une fondation carrée rigide. Ensuite, les cas de la charge excentrée (figures 5 et 6) et de la charge inclinée (figures 7 et 8) ont été successivement envisagés, pour la même fondation supportant la même charge en module.

Les considérations, remarques et conclusions citées pour les fondations continues sous mur restent valables pour les fondations isolées principalement en ce qui concerne le coefficient de sécurité, le gain, les degrés d'incertitudes, l'effet de la corrélation et la probabilité de ruine.

Pour, les trois cas de fondations superficielles isolées, on constate que l'effet de la corrélation est d'autant plus important que l'on s'approche du voisinage de l'optimum et que la probabilité de ruine est faible. Au-delà de ce voisinage son effet semble plutôt uniforme pour une probabilité de ruine donnée (on passe d'une courbe non corrélée à la courbe parfaitement corrélée par une simple translation).

Dans tous les cas, comme attendu, le poids effectif optimal relatif au coût optimal, augmente avec la diminution de la probabilité de ruine. Une excentricité ou bien une inclinaison de la charge engendre aussi une augmentation de ce poids optimal.

De plus pour les trois cas considérés, on constate que pour les différentes probabilités de ruine considérées, la largeur optimale de la fondation augmente faiblement avec la diminution de la probabilité de ruine. Par contre la profondeur d'ancrage optimale est fortement affectée par cette diminution de la probabilité de ruine et ce d'autant plus que la probabilité de ruine est d'autant plus faible. Ceci est principalement dû au fait que le prix de revient d'un mètre cube de béton ferrailé est nettement plus cher que le prix de revient d'un mètre cube de fouille de sol meuble en surface.

De même, contrairement à notre attente, une excentricité ou une inclinaison de la charge affecte peu la largeur optimale mais affecte fortement la profondeur d'ancrage optimale de la fondation.

Ce qui fait, que pour la charge inclinée, au vu des résultats obtenus, le terme de profondeur dans la fonction objective, relatif au coût des fouilles, a dû être revu, pour tenir compte d'un surcoût engendré par un ancrage qui ne serait plus superficiel. Les figures 7 et 8 montrent les résultats obtenus dans ce cas. Elles montrent qu'alors, la largeur optimale et la profondeur optimale d'ancrage, sont affectées dans une même proportion, aussi bien par

l'augmentation de l'inclinaison que par la diminution de la probabilité de ruine.

Cette dernière remarque met en évidence le soin nécessaire à apporter à l'évaluation du coût probable (ou poids effectif probable qui en découle) et de sa variation en fonction des variables aléatoires de dimensionnement. Une sous ou sur estimation de cette fonction affecte de façon plus prépondérante la profondeur optimale plutôt que la largeur optimale.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Bagheri, S. & Magnan, J. P., "Analyse probabiliste de la stabilité et des tassements des remblais du site expérimental de Cubzac-les-Ponts", *Rapport de recherche LPCP*, No. 122, Paris, 1980.
- [2] Carmasol, A., "Dimensionnement stochastique des structures", *J.M.A.*, Paris, 1980, pp. 108-193.
- [3] Carmasol, S. & Salencon, J., "Une analyse probabiliste du dimensionnement des structures par le calcul à la rupture", *Journal de mécanique théorique et appliqué*, Vol. 4, No. 3, 1985, pp. 305-321.
- [4] Favre, J. L. "Milieu continu et milieu discontinu : mesure statistique indirecte des paramètres rhéologiques et approche probabiliste de la sécurité", *Thèse de Doctorat d'Etat en Sciences Physiques*, Université P. et M. Curie, Paris, 1980.
- [5] Fogli, M., Muzeau, J. P. & Lemaire, M., "Reliability of structures subjected to buckling in probabilistic context", *Fourth International Conference on Structural Safety and Reliability: ICOSAR'85*, Vol. 3, Kobe, Japan, May 27-29, 1985.
- [6] Frangopol, D. M., "A reliability-based optimisation technique for automatic plastic design", *Computer methods in Applied Mechanics and Engineering*, Vol. 44, No. 1, 1984, pp. 105-117.
- [7] Frangopol, D. M., "Interactive reliability-based structural optimisation", *Computers and Structures*, Vol. 19, No. 4, 1984, pp. 559-563.
- [8] Frangopol, D. M., "Sensitivity reliability-based optimum design", *Journal of Structural Engineering*, ASCE, Vol. 111, No. 8, Aug., 1985, pp. 1703-1721.
- [9] Frangopol, D. M., "Towards reliability-based computer-aided optimisation of reinforced concrete structures", *Engineering Optimisation*, Vol. 8, No. 4, 1985, pp. 301-313.
- [10] Frangopol, D. M., "Multi-Criteria reliability-based optimisation of structural systems", *Proceedings of the International Conference on Structural Safety and Reliability: ICOSAR'85*, Vol. 3, Kobe, Japan, May 27-29, 1985, pp. 591-595.
- [11] Genevois, B. "Rôle de la variabilité spatiale des paramètres de sol sur la capacité portante des fondations superficielles", *Thèse de Docteur Ingénieur*, ECP, Déc. 1984.
- [12] Jacob, B. "An application of the bayesian probability theory to a predictive model of steel strength", *Second International Workshop of Pavia*, 24-27 Aug., 1984.
- [13] Moses, F., "Structural system reliability and optimisation", *Computers and Structures*, Vol. 7, 1977, pp. 283-290.
- [14] Nowak, A. S., "Sensitivity analysis of human errors", *Proceeding Fourth International Conference on Applications of Statistics in Probability in Soil and Structural Engineering*, Vol. 1, Florence, Italy, 1983, pp. 729-739.
- [15] Schmith, L. A., "Structural synthesis - Its genesis and development", *AIAA Journal*, Vol. 19, No. 10, Oct. 1981, pp. 1349-1262.
- [16] Vanerplaats, G. N., *Numerical optimisation techniques for engineering design*, McGraw-Hill, New York, N.Y., 1984.

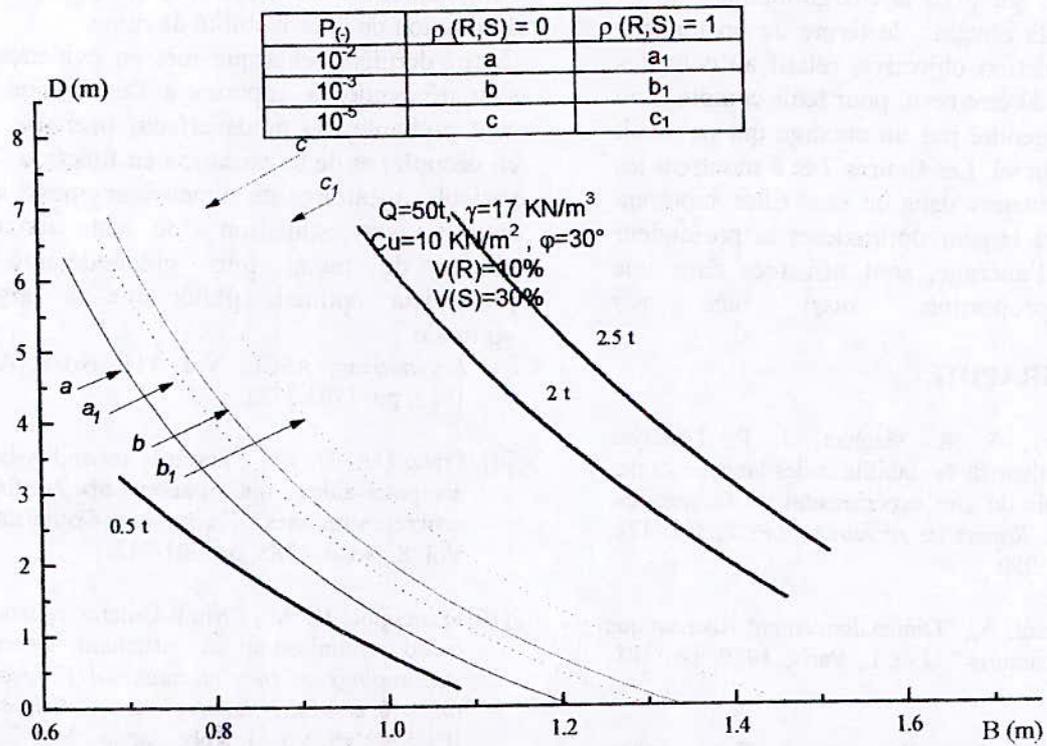


Figure 4. Semelle carrée de la première formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.

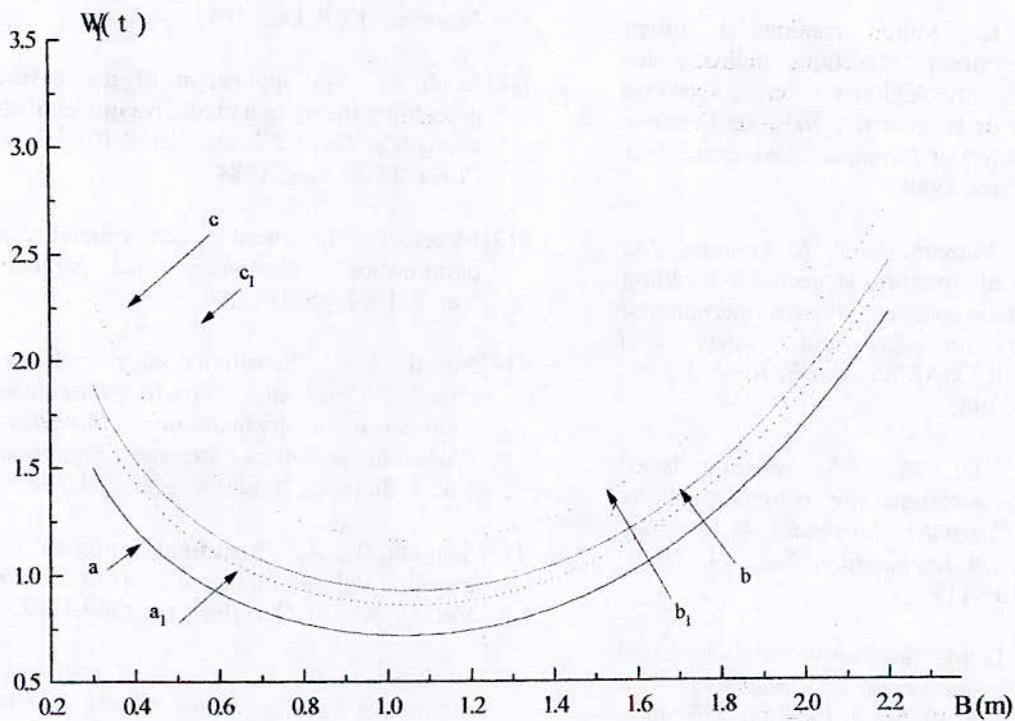


Figure 5. Semelle carrée de la seconde formulation du problème de dimensionnement à poids minimal

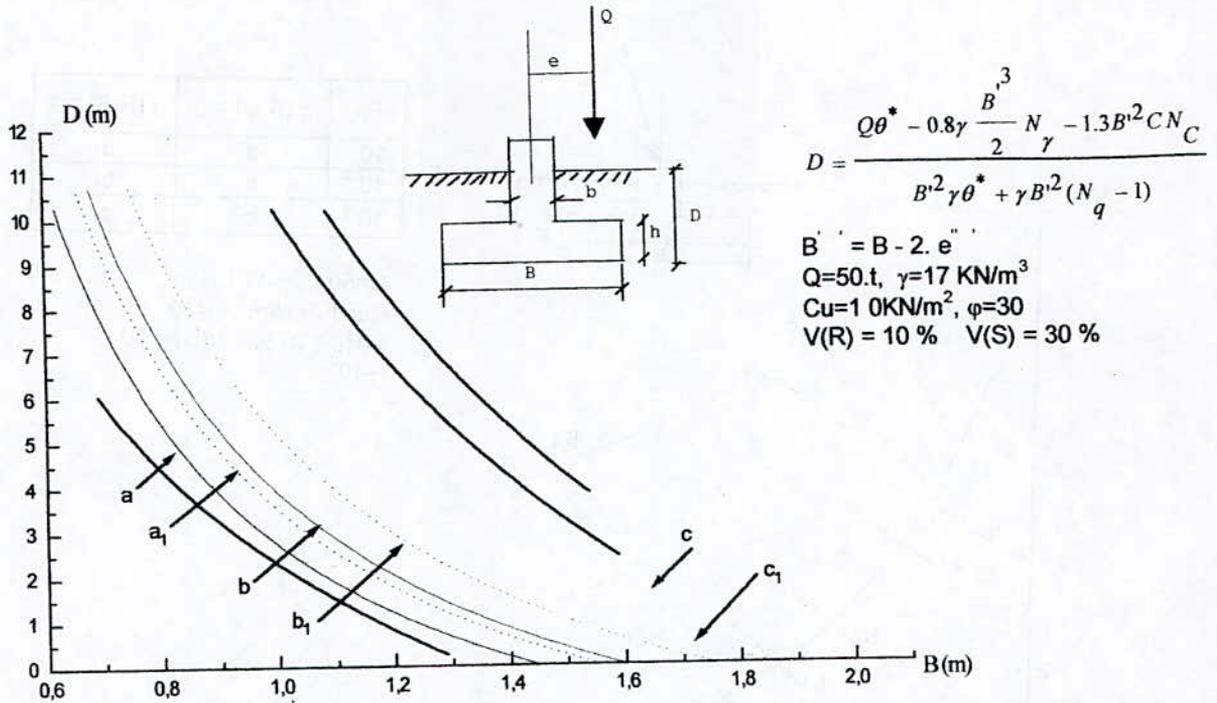


Figure 6. Exemple pour une fondation isolée soumise à charge excentrée de la première formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.

$\rho(R,S)$: coefficient de corrélation linéaire entre R et S

θ : Coefficient de sécurité centrale nécessaire pour assurer à la fondation la probabilité de survie $P_{(+)\alpha}$

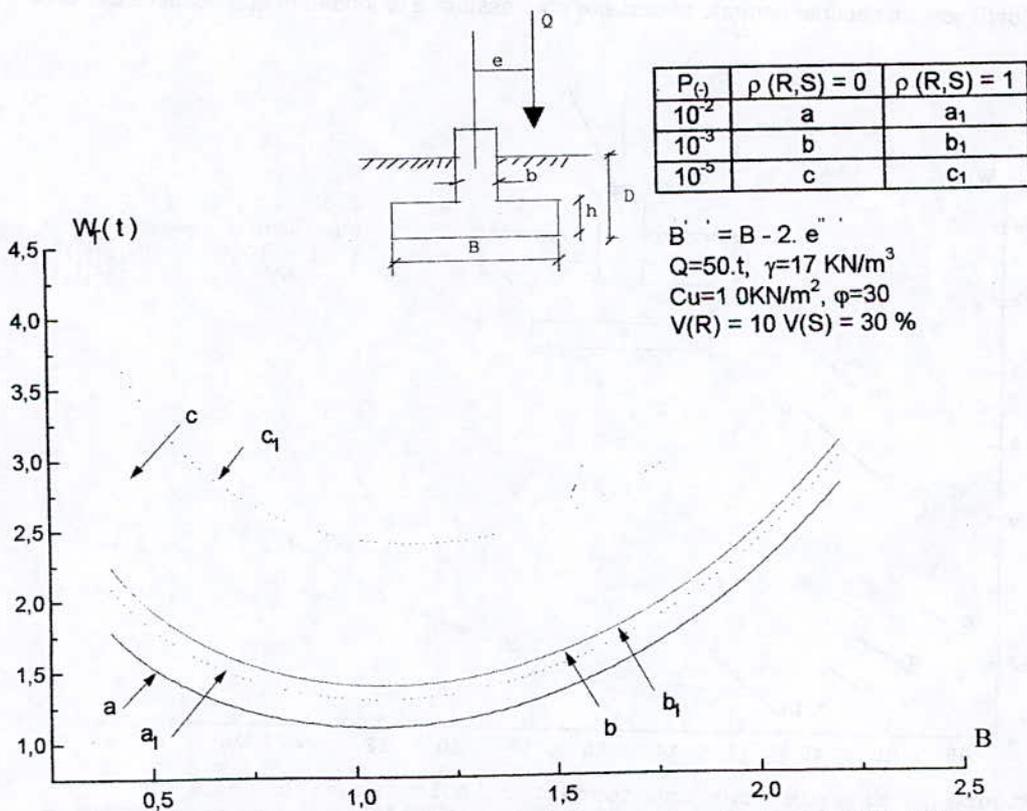


Figure 7. Exemple pour une fondation isolée soumise à une charge excentrée de la seconde formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.

$\rho(R,S)$: coefficient de corrélation linéaire entre R et S

θ : Coefficient de sécurité centrale nécessaire pour assurer à la fondation la probabilité de survie $P_{(+)\alpha}$

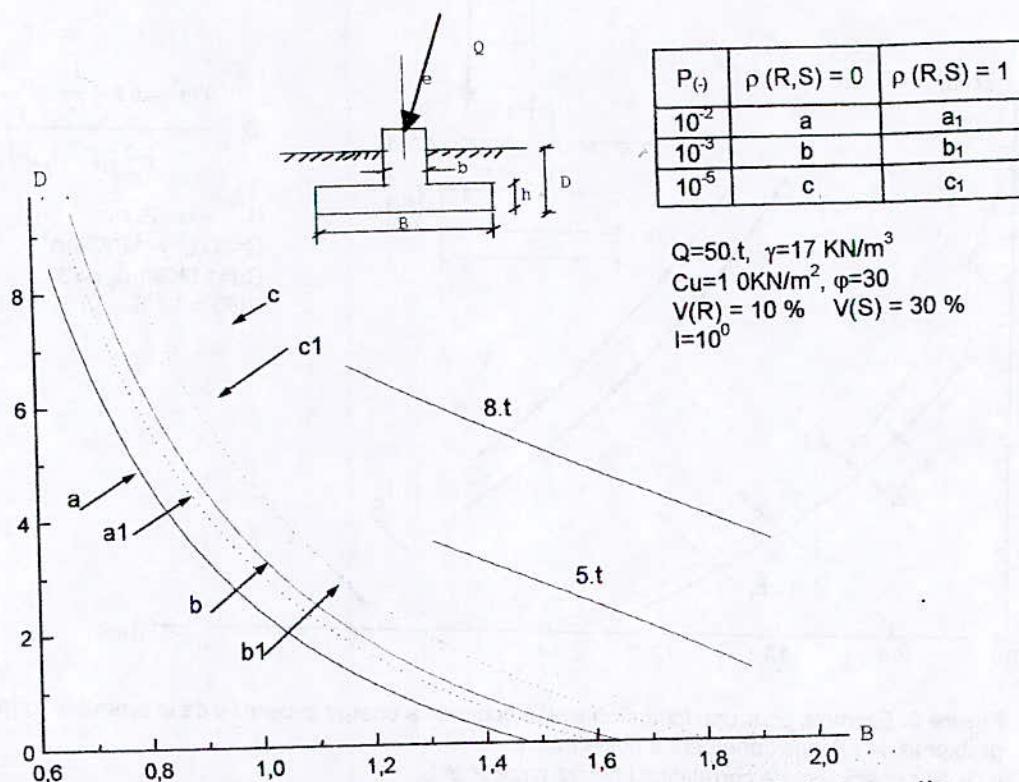


Figure 8. Exemple pour une fondation isolée soumise à une charge inclinée de la première formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.

$\rho(R,S)$: coefficient de corrélation linéaire entre R et S

θ^* : Coefficient de sécurité centrale nécessaire pour assurer à la fondation la probabilité de survie $P_{(t)a}$

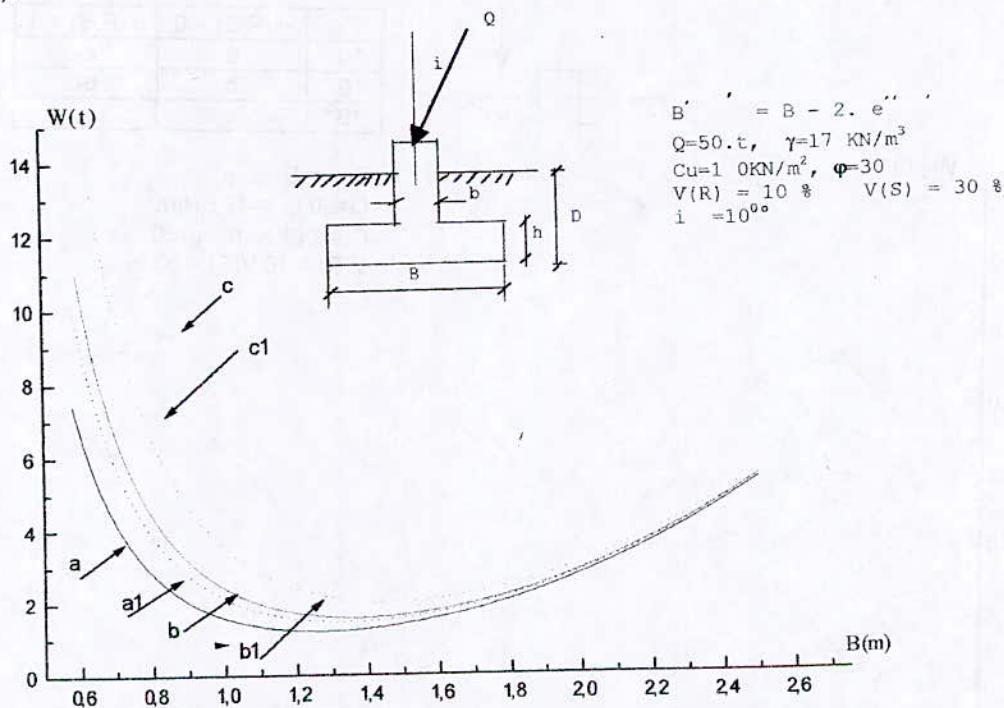


Figure 9. Exemple pour une fondation isolée soumise à une charge inclinée de la seconde formulation du problème de dimensionnement à poids minimal.

$\rho(R,S)$: coefficient de corrélation linéaire entre R et S

θ^* : Coefficient de sécurité centrale nécessaire pour assurer à la

INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DE LA TENEUR EN HUMIDITE SUR LA CONDUCTIVITE THERMIQUE DES BETONS ARGILEUX CELLULAIRES

M.S GOUAL⁽¹⁾ ; A BALI⁽²⁾ ; M QUENEUEDEC t'KINT⁽³⁾

⁽¹⁾ **Mohamed Sayah GOUAL**: Laboratoire de Matériaux et Structures, Université Amar Telidji, B.P 37G, (03000) Laghouat.

⁽²⁾ **Abderrahim BALI**: Laboratoire de Construction et Environnement, Ecole Nationale Polytechnique, 10, Av Hassen Badi, El Harrach- Alger.

⁽³⁾ **Michèle QUENEUEDEC t'KINT**: Laboratoire de Transferts et Réactivités dans les Milieux Condensés, I.U.T, Av des Facultés, 80025, Amiens Cedex 01, France.

ملخص:

للرطوبة أثر كبير على مواد البناء، حيث أنها لا تؤدي فقط إلى تغيرات بعيدة بإمكانها تشويه البناء، بل يمتد تأثيرها إلى الخصائص الأساسية التي صممت من أجلها، مثل انخفاض مقاومتها الميكانيكية وازدياد نفاقيتها الحرارية إضافة إلى ذلك تأثيرها على ديمومة هذه المواد. يعالج هذا العمل تأثير درجة الحرارة والرطوبة على معامل النقل الحراري لخرسانة طينية خلوية ناتجة عن طريق التفاعل الكيميائي لمسحوق الألمنيوم والإسمنت المستعمل لتثبيت الطين أثناء عملية التمييه. هذا البحث يدخل ضمن إطار عام يتمثل في استغلال النفايات الطينية المترسبة في المقالع أو أثناء غسل الرمل الطيني بتحويلها إلى مواد بناء ذات عزل حراري عال. جميع القياسات أنجزت في حالة انتقالية باستعمال سبيرة محورية ذات صدم حراري. النتائج التجريبية مكنت من استنباط وتصديق نموذج نظري لتقدير معامل النقل الحراري للخرسانة الطينية الخلوية بدلالة خواصها الفيزيائية وحالتها الهيدروحرارية.

Abstract :

The humidity in building materials modifies considerably their performances, notably their mechanical and thermal characteristics and affect their durability. We present in this article a study of the influence of the water content and temperature on the apparent thermal conductivity of a clayey cellular concrete (BAC) obtained by chemical reaction with the aluminum powder. This work is a part of a general research axes focusing on the valorization of clayey co-product by their transformation in building insulation and carries materials. All measures have been made in transient regime by the use of an axial thermal shock probe. On the basis of experimental results, a model of evaluation of the apparent thermal conductivity of clayey cellular concrete according its characteristics and its hygrothermique state has been established and validated.

Résumé :

L'humidité dans les matériaux de construction modifie considérablement leurs performances, notamment leurs caractéristiques mécaniques et thermiques et affecte leur durabilité. Nous présentons dans cet article une étude de l'influence de la teneur en eau et de la température sur la conductivité thermique apparente d'un béton argileux cellulaire (BAC) obtenu par réaction avec la poudre d'aluminium. Ce travail entre dans un cadre très général portant sur la valorisation de co-produits argileux par leur transformation en matériaux de construction isolants et isolants porteurs. Toutes les mesures ont été effectuées en régime transitoire grâce à l'utilisation de sonde axiale à choc thermique. Sur la base des résultats expérimentaux, un modèle d'estimation de la conductivité thermique apparente du BAC en fonction de ces caractéristiques et de son état hygrothermique a pu être établi et validé.

Mots clés :

Milieu poreux – Transfert couplé masse-chaieur – Conductivité thermique apparente – Béton argileux léger – Modélisation.

1. INTRODUCTION:

Ce travail entre dans un cadre très général qui est l'exploitation des fines argileuses issues des résidus de carrières par leurs transformation en matériaux de construction. L'amélioration des performances thermiques des matériaux élaborés était l'un des objectifs visés par cette recherche. La voie envisagée est le développement de bétons argileux légers. Cette étude s'intéresse à la catégorie de bétons argileux cellulaires (BAC) obtenus par réaction chimique de la pâte argile-ciment avec la poudre d'aluminium en faible quantité (<1%).

De part son procédé de fabrication [1], le BAC renferme une quantité importante d'eau lorsqu'il est mis en œuvre. En effet, si l'on prend l'exemple d'un bloc de BAC de densité sèche $d_0 = 0.84$, on peut estimer sa porosité totale ε_0 à 68% composée de deux parties distinctes, une macro porosité ε_{mp} de type cellulaire (environ 31%) et une micro porosité de la matrice solide $\varepsilon_{\mu p} = \varepsilon_0 - \varepsilon_{mp} = 37\%$. La quantité d'eau utilisée pour la fabrication est dans un tel excès par rapport à la stœchiométrie de la réaction d'hydratation. Donc, après durcissement du BAC on peut estimer que toute la matrice reste saturée d'eau, ceci correspond pour un BAC de densité sèche 0.84 par exemple, à une teneur en eau volumique $\theta \approx \varepsilon_{\mu p} = 37\%$ ou massique $\omega = \theta/d_0 = 44\%$. On constate que ces valeurs sont élevées et qu'il faut plusieurs mois pour qu'une construction en BAC atteigne un état d'équilibre hydrique. De plus, la teneur en eau du BAC peut fluctuer sous l'effet d'apports d'eau liquide par la pluie ou par adsorption/désorption de vapeur d'eau. Cette humidité modifie considérablement les performances mécaniques et thermiques du BAC et affecte sa durabilité. Evidemment, la conductivité thermique n'atteint sa valeur nominale qu'après une période de séchage qui peut aller des fois à plusieurs mois, voir années, ce qui influe considérablement sur le confort thermique dans l'habitation. L'étude de l'influence des conditions hygrothermiques sur les caractéristiques thermiques s'avère indispensable pour palier à ce problème.

De nombreux travaux [2 à 5] ont été consacrés à l'étude de l'influence de la teneur en eau et de la température sur la conductivité thermique de matériaux poreux de génie civil. Néanmoins, ces études à l'exception de [2] ne couvrent pas toute la gamme des teneurs en eau et que l'influence de la porosité n'est pas toujours explicitée.

Nous présentons dans cet article une étude théorique et expérimentale de l'influence de la

température et de la teneur en eau sur la conductivité thermique apparente des bétons argileux cellulaires à différentes porosités.

Toutes les mesures ont été effectuées en régime transitoire grâce à l'utilisation d'une sonde à choc thermique axiale à faible inertie thermique [1]. L'interprétation des résultats est faite en s'appuyant sur des travaux antérieurs relatifs au transfert de masse couplé au transfert de chaleur lors de la mesure de la conductivité thermique.

2. ETUDE THEORIQUE:

L'approche retenue dans ce travail se place à l'échelle macroscopique où le milieu poreux peut être assimilé à un milieu continu fictif. Les différentes phases (solide, liquide, gaz) occupent tous l'espace géométrique et se superposent pour définir un élément de volume représentatif (EVR) permettant d'établir une équivalence entre le milieu poreux et un milieu continu fictif. Un (EVR) est un volume considéré suffisamment grand par rapport aux dimensions des pores pour masquer les hétérogénéités microscopiques locales, mais assez petit par rapport au volume du milieu étudié. Ainsi, les valeurs locales des variables et paramètres physiques seront identifiées à des valeurs moyennes sur l'EVR.

En négligeant le gradient de pression de la phase gazeuse et l'effet de la pesanteur, simplification tout à fait légitime dans les parois des bâtiments compte tenu des températures et des succions que l'on rencontre [6];[7]. L'équation de transfert de chaleur couplée au transfert de masse se réduit à:

$$(\rho_0 c) \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(k_{11} \overrightarrow{\text{grad}} T + k_{12} \overrightarrow{\text{grad}} \omega) \quad (1)$$

Si la répartition de l'humidité est supposée uniforme au sein du milieu poreux, on a $\overrightarrow{\text{grad}} \omega = \vec{0}$ et l'équation de transfert de chaleur se réduit à:

$$(\rho_0 c) \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(k_{11} \overrightarrow{\text{grad}} T) \quad (2)$$

Pour un milieu anisotrope, la conductivité thermique k_{11} est représentée par un tenseur de conductivités d'ordre 2, par contre, pour un milieu isotrope, elle est la même dans toutes les directions, c'est la conductivité thermique apparente $\lambda^*(W.m^{-1}.K^{-1})$ que l'on espère atteindre par l'expérience et qui fait l'objet de cette étude. Elle comprend d'après Philip et De Vries [8] un terme correspondant à la conductivité thermique pure ou vraie λ à laquelle on ajoute la

Tableau.1: Composition et caractéristiques physico-mécaniques des différents BAC élaborés

Type de BAC	Pourcentage massique des constituants par rapport au mélange sec (Argile+Ciment)				Caractéristiques physico-mécaniques		
	Argile	Ciment	Eau	Al	ρ_0 (kg/m ³)	ε_0	σ_{28} (MPa)
A	75	25	65	0.00	1038	0.579	3.850
B	75	25	65	0.20	962	0.594	3.150
C	75	25	65	0.40	953	0.619	2.400
D	75	25	65	0.60	903	0.635	1.850
E	75	25	65	0.80	876	0.663	1.200
F	75	25	65	1.00	843	0.675	0.950

conductivité thermique due au phénomène d'évaporation condensation ($f\lambda_{dif}$). Celui-ci se manifeste lorsque la température est supérieure à 20°C, soit:

$$\lambda^* = \lambda + f\lambda_{dif} \quad (3)$$

f est le facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau et λ_{dif} la conductivité thermique de l'air humide saturé donnée par :

$$\lambda_{dif} = \rho_v L_v D_v \frac{\partial \omega_v}{\partial T} \quad (4)$$

où ρ_v est la masse volumique de la vapeur d'eau (kg/m³), L_v la chaleur latente de vaporisation de l'eau (J/kg), D_v le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air (m²/s) et ω_v la teneur en eau pondérale en phase vapeur. Une description détaillée de ces paramètres se trouve dans [9].

3. MATERIAUX :

Le matériau étudié est un béton argileux cellulaire, dont la matrice se compose d'argile (kaolinite) stabilisée au ciment CPA CEM 52.5 (EN 196-1) avec des proportions massiques: 75% Argile et 25% Ciment. La structure cellulaire dans le matériau est obtenue par réaction chimique de la pâte argile-ciment avec la poudre d'aluminium en faible quantité (<1%). En effet, la réaction chimique de la chaux libérée lors de la prise du ciment avec la poudre d'aluminium conduit à un dégagement de gaz d'hydrogène qui confère au matériau sa structure cellulaire. Six compositions de bétons argileux ont été élaborées en faisant varier la quantité d'aluminium de 0% à 1% avec un pas de 0.2% par rapport au poids du mélange sec (Argile-Ciment). La quantité d'eau a été optimisée par une étude rhéologique et mécanique [1]. Un pourcentage massique d'eau de 65% par rapport au mélange sec (Argile-Ciment) s'avère optimal pour une bonne

maniabilité et de mise en moule et assure des résistances mécaniques conformes aux recommandations de la RILEM concernant un béton léger d'isolation et de construction. Les caractéristiques physico-mécaniques des différentes compositions élaborées sont données dans le tableau.1:

4. TECHNIQUE ET PROCEDURE EXPERIMENTALE:

4.1. Technique expérimentale :

Pour des raisons d'ordre pratique, on a choisi d'étudier l'évolution de la conductivité thermique apparente en fonction de la température à des taux de saturation en eau donnés. Cette approche est plus simple que de faire varier dynamiquement la teneur en eau dans l'échantillon en cours d'essai. Les mesures ont été effectuées entre l'état de saturation maximale et l'état sec du matériau à des températures 10°C, 20°C, 40°C et 60°C. Ce choix a été motivé par le souci de se placer dans des conditions proches des conditions réelles d'utilisation du matériau en œuvre. Les teneurs en eau successifs ont été obtenues en saturant d'abord les échantillons en les mettant dans de l'eau distillée à $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$ jusqu'à stabilisation de la masse des échantillons (environ 30 jours après immersion), puis en les désaturant progressivement par séchage au four à micro-ondes. Cette technique de séchage permet d'obtenir une répartition aussi uniforme que possible de l'eau dans les échantillons [10]. Une fois la teneur en eau souhaitée est atteinte, on pèse l'échantillon pour déterminer sa teneur en eau avec une précision de 0.01g, puis on procède à son emballage de manière hermétique à l'aide d'un film plastique thermorétractable. Cette procédure permet de maintenir l'humidité dans l'échantillon constante pendant toute la durée du cycle de mesures à différentes températures.

La conductivité thermique apparente est mesurée à l'aide d'une sonde monotige à faible inertie thermique dont la conception est schématisée en figure.1. La faible inertie thermique de cette sonde permet de minimiser considérablement la résistance de contact sonde-matériau et permet d'estimer la conductivité thermique apparente du matériau avec une précision d'environ 5% [11]. Le dispositif expérimental utilisée dans cette technique est représenté en figure.2.

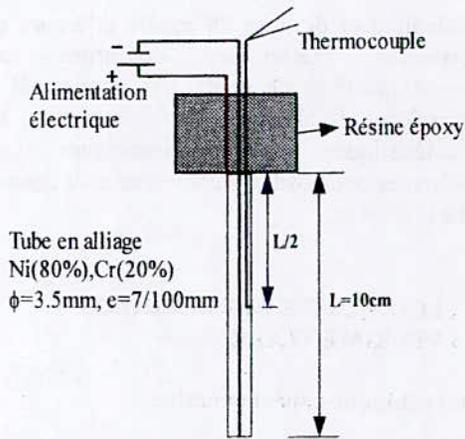


Figure 1. Schéma de la sonde monotige

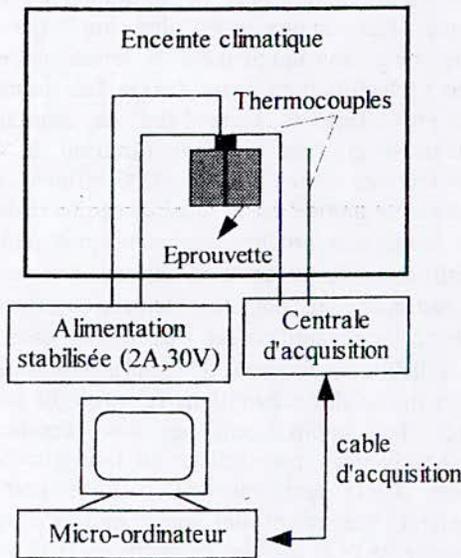


Figure 2. Dispositif expérimental

4.2. Procédure expérimentale :

La sonde est placée dans un trou préalablement foré à l'aide d'une perceuse au milieu de l'échantillon de dimension $(10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3)$. L'ensemble est ensuite introduit dans une

enceinte climatique type VTRK 150 permettant de régler la température de l'expérience. Les deux thermocouples, celui attaché à la sonde et celui utilisé pour contrôler la température de l'enceinte climatique sont reliés à une centrale d'acquisition type Schlumberger 35954-C à 20 voies. Celle-ci permet de transférer les lectures de température de la sonde et de l'enceinte à un micro ordinateur muni d'une carte interface HPIB type 35984-A. La puissance électrique de chauffage $Q_e (W/m)$ de la sonde est calculée connaissant sa résistance électrique $R_s = 0.444 \Omega$ et le courant électrique $I (A)$ qui la traverse. Celui-ci est directement lu à travers une alimentation stabilisée type Schlumberger T30RU2 (max: 2A, 30V).

$$Q_e = \frac{R_s I^2}{L} = 4.44 I^2 \quad (5)$$

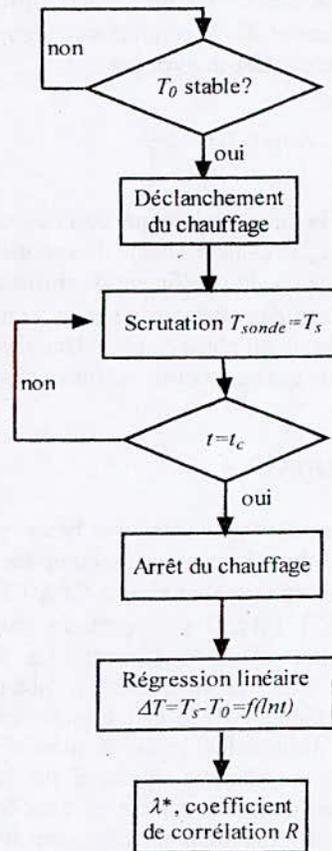
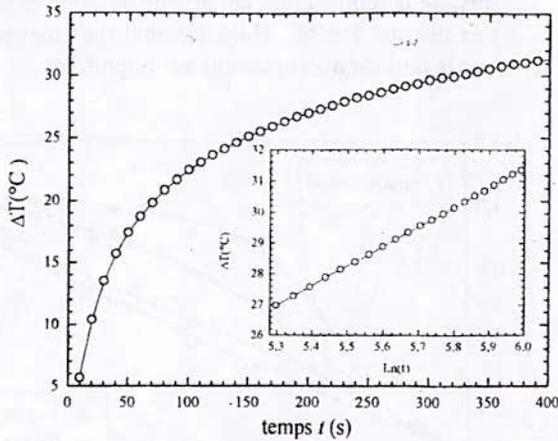


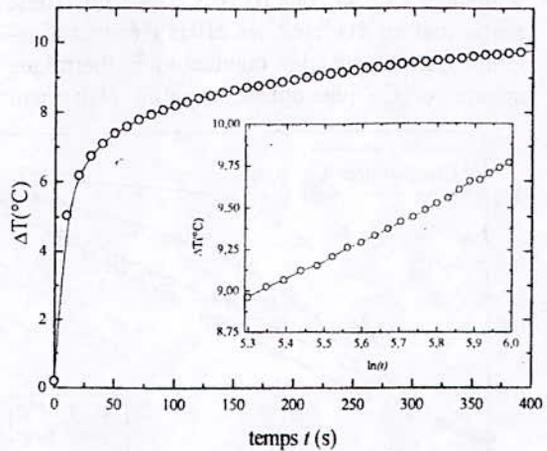
Figure.3: Synoptique d'un essai type sonde monotige

L'essai et son traitement:

La solution analytique de l'équation de transfert de chaleur dans la sonde-matériau [12] montre que pour des durées de temps t suffisamment



Echantillon sec du béton argileux type E
 ($\epsilon_0=0.663$; $d_0=0.876$), $\lambda^*_{sec} = 0.216 \text{ W/(m.K)}$



Echantillon saturé du béton argileux type E
 ($\epsilon_0=0.663$; $d_0=0.876$), $\lambda^*_{sat} = 0.826 \text{ W/(m.K)}$

Figure 4. Exemple de traitement d'un essai type sonde monotige.

importantes, l'élévation de température de la sonde tendra vers une solution asymptotique qu'on peut mettre sous la forme:

$$\Delta T = \frac{Q_e}{4\pi\lambda^*} \ln t + M \quad (6)$$

où M est un paramètre fonction des caractéristiques thermiques du matériau, du rayon de la sonde et de la résistance de contact sonde-matériau.

D'où la simplicité de détermination de la conductivité thermique λ^* . La méthode consiste à effectuer une régression linéaire sur la courbe $\Delta T = f(\ln t)$. La pente de la droite ainsi obtenue égale à $Q_e/(4\pi\lambda^*)$ permet de déterminer la conductivité thermique apparente du matériau. Le synoptique du traitement d'un essai type sonde monotige est schématisé en figure 3. Un exemple de traitement est donné en figure 4 pour un béton argileux cellulaire type E à l'état sec et à l'état saturé à $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$.

5. RESULTATS EXPERIMENTAUX:

Les résultats de mesure de conductivité thermique apparente moyenne en fonction du taux de saturation en eau et de la température sont reportés sur la figure 5. Chaque valeur expérimentale représente la moyenne des mesures effectuées sur trois échantillons de chaque composition, en raison de trois mesures pour chaque échantillon. Les résultats montrent que la conductivité thermique apparente évolue presque linéairement en fonction du taux de

saturation en eau, mais uniquement à basse température ($T < 20^\circ\text{C}$) c'est à dire en l'absence du phénomène d'évaporation-condensation. Dans ce cas la conductivité thermique apparente λ^* à un taux de saturation donné peut s'exprimer par la relation:

$$\lambda^*(S_r) = \lambda^*_{sec} + \left(\frac{\Delta\lambda^*}{\Delta S_r} \right) S_r \quad (7)$$

Les valeurs de la pente $\Delta\lambda^*/\Delta S_r$, calculées à $T = 10^\circ\text{C}$ pour les différentes compositions du béton argileux cellulaire sont reportées dans le tableau 2.

Tableau 2. Conductivités thermique à sec et à saturation à basse température ($T=10^\circ\text{C}$) des BAC élaborés

Type de BAC	λ^*_{sec} W/(m.K)	λ^*_{sat} W/(m.K)	$\Delta\lambda^*/\Delta S_r$ W/(m.K)
A	0.281	1.019	0.738
B	0.264	1.011	0.747
C	0.235	0.912	0.677
D	0.223	0.900	0.677
E	0.216	0.825	0.609
F	0.201	0.802	0.601

Pour des températures $T \geq 20^\circ\text{C}$, la conductivité thermique apparente n'évolue plus linéairement mais présente une brusque variation dans la zone ($0.20 \leq S_r \leq 0.50$) puis continue à croître

lentement dans la zone ($0.50 < S_r \leq 1.00$). Cette partie met en évidence les effets d'évaporation-condensation sur la conductivité thermique apparente. Ce phénomène apparaît clairement

lorsque la température est proche de 40°C et est très marqué à 60°C . Il est d'autant plus marqué que le taux de microporosité est important.

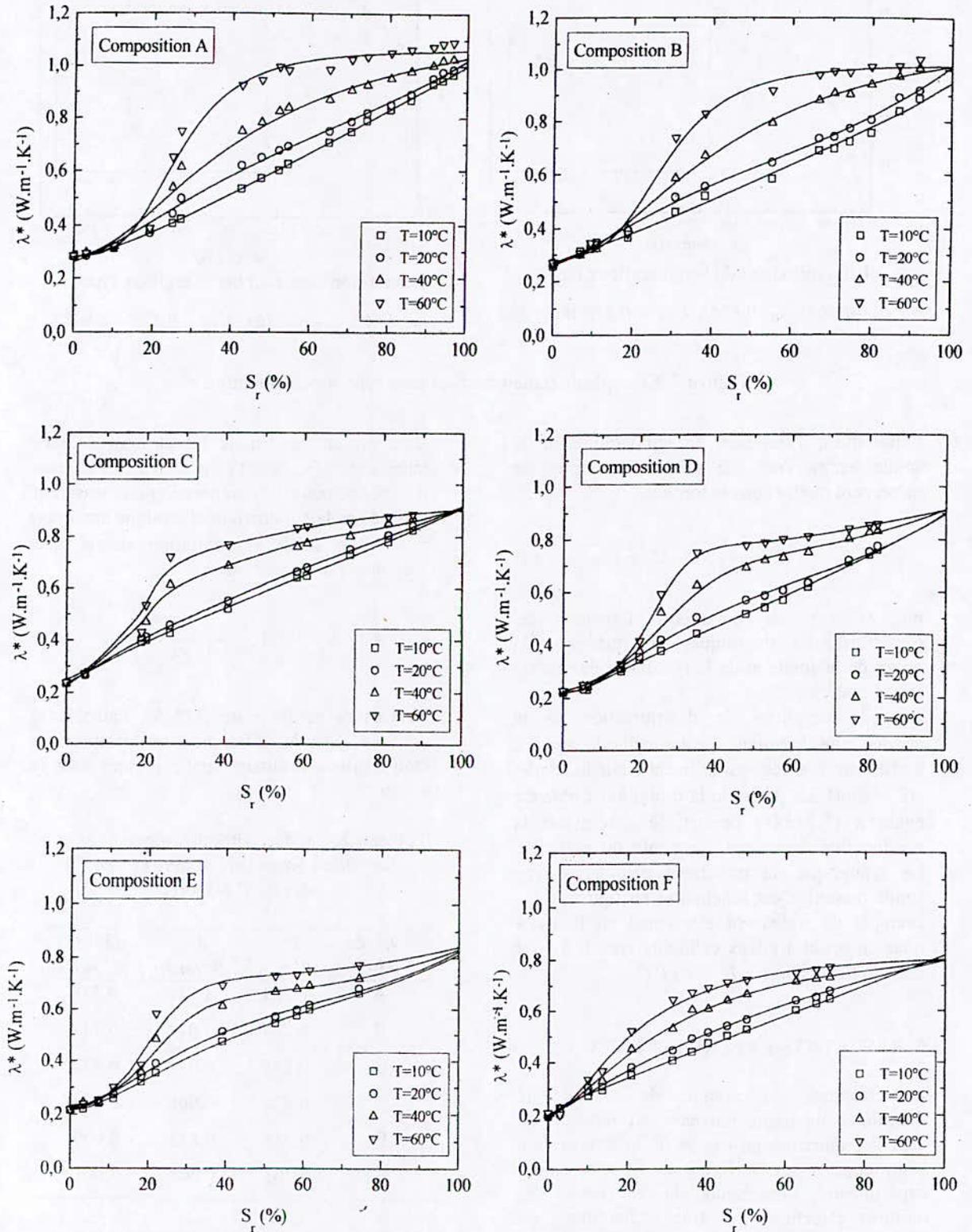


Figure 5. Evolution expérimentale de la conductivité thermique apparente du BAC en fonction du taux de saturation en eau et de la température.

A 60°C la partie de la courbe au delà de $S_r = 0.50$ est pratiquement un palier. On constate également qu'au point de saturation total toutes les courbes semblent se joindre au même point. Ce comportement a été également constaté pour le cas du béton cellulaire autoclavé [2] et le béton Ytong [3].

Nous pouvons interpréter le comportement thermique du matériau en se référant à la figure.6.

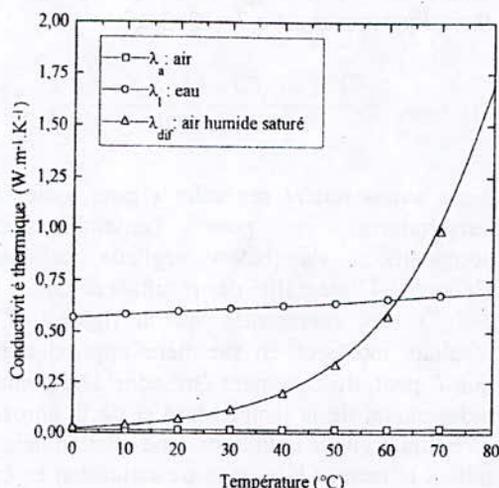


Figure 6. Evolution en fonction de la température des conductivités thermiques pures de l'air, de l'eau et de l'air humide saturé

On constate qu'à basse température ($T < 20^\circ\text{C}$) la conductivité thermique de l'air humide saturé λ_{dif} est presque identique à celle de l'air sec, donc il y a une absence totale du phénomène d'évaporation et la conductivité thermique apparente se confond à la conductivité thermique pure ou vraie. Pour des températures supérieures à 20°C la conductivité thermique de l'air humide saturé λ_{dif} croît avec la température pour atteindre celle de l'eau liquide à $T = 60^\circ\text{C}$. D'après De Vries [13], dans cette classe de températures et dans l'intervalle des teneurs en eau faibles, l'augmentation de l'humidité entraîne l'apparition d'îlots liquides qui agissent comme des "courts circuits" favorisant d'abord la diffusion de la vapeur d'eau dans le matériau ce qui explique l'augmentation brusque de la conductivité thermique apparente dans l'intervalle ($0.20 \leq S_r \leq 0.50$). Lorsque la teneur en eau augmente cette diffusion est de plus en plus gênée par la présence d'une phase liquide de plus en plus importante, autrement dit les îlots liquides tendent à se joindre pour former des chemins liquides continus qui gênent la diffusion de la phase gazeuse. Ceci explique la croissance lente de la conductivité thermique

apparente pour des taux de saturation en eau supérieurs à 0.50. A $T = 60^\circ\text{C}$ et pour $S_r > 0.50$, la conductivité thermique de l'air humide saturé λ_{dif} est identique à celle de l'eau λ_l , donc la conductivité thermique apparente du matériau poreux n'évolue plus avec S_r , ce qui explique la courbe en palier. A la saturation totale toutes les courbes semblent passer par le même point, ceci est due au fait que les conductivités thermiques moléculaires des divers constituants (solide, eau) ne varient pas beaucoup avec la température.

6. MODELISATION DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE APPARENTE:

D'après les résultats expérimentaux, on constate qu'à basse température ($T < 20^\circ\text{C}$), la conductivité thermique apparente en fonction du taux de saturation en eau peut être remplacée d'après l'équation (7) par une conductivité thermique équivalente qu'on peut exprimer par:

$$\lambda_0 (S_r) = \lambda_{sec} + (\lambda_{sat} - \lambda_{sec}) S_r \quad (8)$$

On a besoin dans ce cas des deux valeurs extrêmes de conductivité thermique, la conductivité thermique à l'état sec du matériau ($S_r = 0$) et la conductivité thermique à l'état saturé ($S_r = 1$). Ces deux valeurs peuvent être estimées soit théoriquement en utilisant l'un des modèles biphasique développés par M.S Goual & al [14], connaissant les conductivités thermiques des phases: solide (λ_s), air (λ_a) et de l'eau (λ_l) ainsi que la morphologie du réseau poreux, soit sur la base des résultats expérimentaux. Ces derniers ont permis de dégager une relation théorique reliant la conductivité thermique à la porosité du béton argileux cellulaire (figure.7), soit:

$$\lambda_{sec} = 2.880 - 7.663 \epsilon_0 + 5.481 \epsilon_0^2 \quad (9)$$

$$\lambda_{sat} = 3.021 - 4.356 \epsilon_0 + 1.578 \epsilon_0^2$$

Pour des températures $T \geq 20^\circ\text{C}$, la détermination de la conductivité théorique effective à partir des conductivités thermiques des différentes phases et la morphologie du réseau poreux est une tâche difficile en raison de la présence du mécanisme d'évaporation-condensation. De plus l'utilisation du modèle donné par l'équation (3) nécessite la détermination de la conductivité thermique pure λ et le facteur de résistance à la diffusion de

vapeur f . Malheureusement, ces deux paramètres microscopiques sont difficilement accessibles par l'expérience. Le modèle couramment utilisé pour expliciter l'influence de la température sur la conductivité thermique est celui de Philip et De Vries [8] dont la formulation est la même que l'équation (3). Dans ce modèle la conductivité thermique apparente est remplacée par une conductivité thermique équivalente λ_{eq} donnée par:

$$\lambda_{eq} = \lambda_0 + F\lambda_{dif} \quad (10)$$

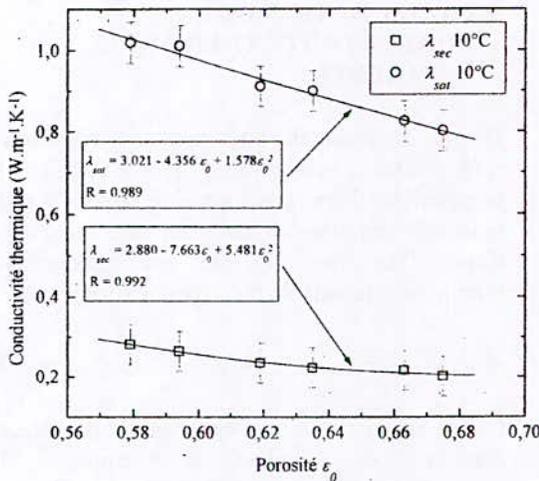


Figure 7. Conductivité thermique à l'état sec et à l'état saturé en fonction de la porosité du BAC: valeurs expérimentales et modèles théoriques

En comparaison au modèle (3), la conductivité thermique pure est supposée équivalente à la conductivité thermique apparente à basse température λ_0 où le phénomène d'évaporation-condensation est pratiquement absent (phases inertes). Le facteur de résistance à la diffusion f est remplacé par un facteur F que nous appelons facteur de De Vries. Ce facteur est un paramètre de modélisation et ne peut en aucun cas être utilisé comme facteur de résistance à la diffusion dans le calcul du flux massique de vapeur d'eau.

Dans le cas où l'on suppose l'air totalement saturé en eau $\forall S_r$. La conductivité thermique de l'air humide saturé λ_{dif} présentée dans la figure.6 ne dépend que des propriétés physiques de l'air humide et puisse être exprimée à une pression donnée en fonction de la température uniquement. Nous avons retenu à la pression atmosphérique normale, la formule approchée proposée par Laurent J.P et al. [2]:

$$\lambda_{dif}(T) = 0.02213 e^{0.054198 T} \quad (11)$$

où T est en °C, λ_{dif} en $W/(mK)$.

Le facteur de De Vries F fonction du taux de saturation en eau et de la température a été déterminé en utilisant le modèle (10) et les mesures expérimentales de conductivité thermique apparente. La conductivité thermique à basse température λ_0 à un état de saturation donné est prise égale à la conductivité thermique apparente à $T=10^\circ C$ soit:

$$F(S_r, T) = \frac{\lambda^*(S_r, T) - \lambda^*(S_r, 10^\circ C)}{\lambda_{dif}(T)} \quad (12)$$

Nous avons réitéré ces calculs pour toutes les températures et pour l'ensemble des compositions du béton argileux cellulaire élaborées. L'intégralité des résultats de calcul de $F(S_r, T)$ sont représentés sur la figure.8. Ces résultats montrent en première approximation que F peut effectivement être considéré comme indépendant de la température et de la porosité du béton argileux cellulaire. Une relation unique reliant le facteur F au taux de saturation en eau S_r peut être établie. Celle-ci est représentée en ligne continue dans la figure.8 et régie par la fonction:

$$F(S_r) = \alpha S_r^2 + \beta S_r^{2.5} + \gamma S_r^3 \quad (13)$$

où: $\alpha = 24.20$; $\beta = -45.40$; $\gamma = 21.19$

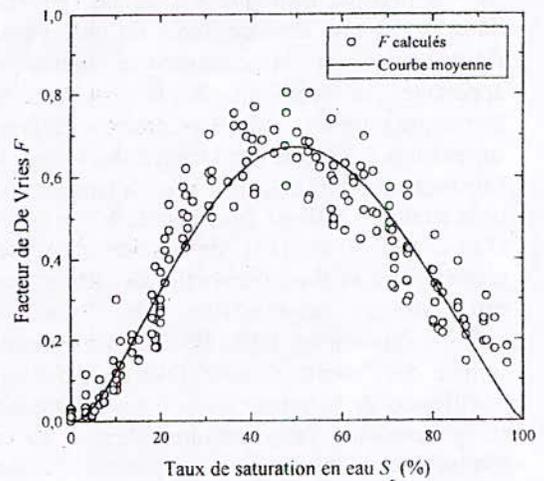


Figure 8. Valeurs moyennes du facteur de De Vries calculées par l'équation (11) en fonction du taux de saturation en eau pour l'ensemble des compositions du BAC.

Donc une manière de procéder à la détermination de la conductivité thermique apparente d'un béton argileux cellulaire à une

température et un taux de saturation en eau donnés consiste:

- i) à déterminer la conductivité thermique à basse température $\lambda_0(S_r)$. Celle-ci peut être estimée à partir des modèles (8) et (9).
- ii) calculer le facteur de De Vries $F(S_r)$ correspondant au taux de saturation en eau donné en utilisant l'équation (13).
- iii) calculer la conductivité thermique λ_{diff} à la température donnée en utilisant l'équation (11).
- iv) enfin, déterminer la conductivité thermique apparente $\lambda^* = \lambda_{eq}$ (air supposé macroscopiquement immobile) en utilisant l'expression (10).

Une comparaison entre les résultats de conductivité thermique apparente déterminés expérimentalement et ceux estimés en utilisant le modèle (10) est représentée en figure.9. L'écart entre les valeurs expérimentales et théoriques est principalement due aux approximations faites dans le choix de la fonction du facteur de De Vries F en le supposant indépendant de la température et de la porosité. Néanmoins, et en dépit de la dispersion inhérente aux imprécisions des mesures expérimentales cet écart s'avère acceptable. Une manière d'apprécier la qualité des résultats est alors d'utiliser la fonction $F(S_r)$ pour recalculer les valeurs de $\lambda^*(S_r, T)$ à partir de la relation (10).

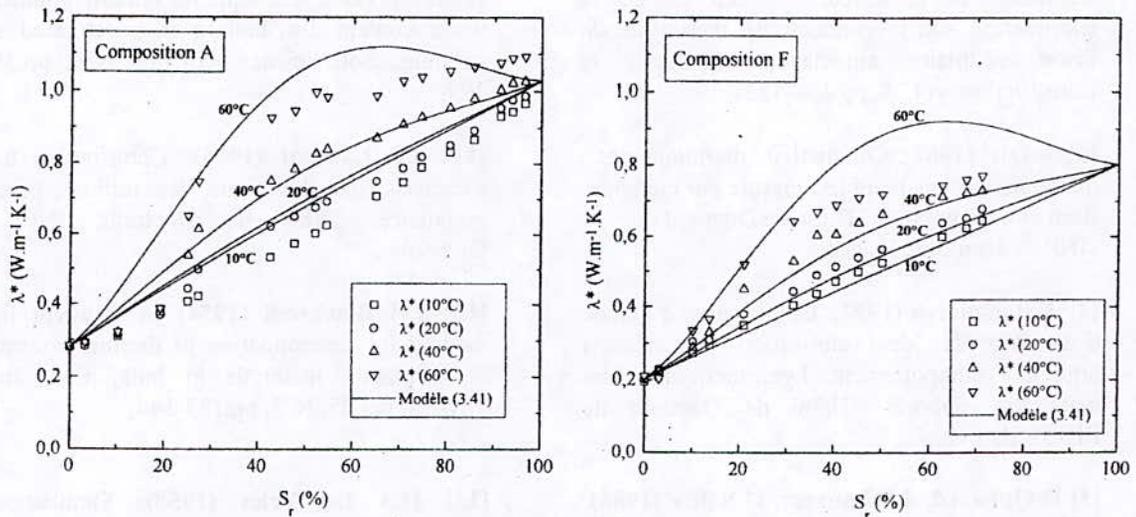


Figure 9. Comparaison entre les valeurs expérimentales de conductivité thermique apparente et valeurs théoriques calculés en utilisant le modèle (10).

7. CONCLUSION

L'étude du comportement thermique des matériaux élaborés dans des conditions hygrothermiques variables montre que, dans le domaine de température étudié (10°C à 60°C), les caractéristiques thermiques sont peu sensibles à la variation de la température. Par contre, elles sont fortement sensibles au taux de saturation en eau. Nous avons constaté que la conductivité thermique croît avec le taux de saturation en eau, cette croissance est plus marquée dans le domaine des taux de saturation compris entre 0.20 et 0.50 . Toutefois, les valeurs du taux de saturation en eau atteintes dans les conditions de saturation normales sont très inférieures à la saturation totale du matériau pour laquelle la conductivité thermique reste

d'ailleurs toujours dans la limite préconisée pour un matériau isolant porteur à sec $0.75 \text{ W}/(\text{m.K})$. Les modèles proposés pour l'estimation de la conductivité thermique équivalente en fonction de la porosité du béton argileux cellulaire et en dépit des imprécisions inhérentes des mesures expérimentales sont en bonnes concordances avec les résultats expérimentaux et peuvent être employés comme modèles de prédiction pratique de la conductivité thermique apparente du béton argileux connaissant sa porosité. Toutefois, ces modèles restent insuffisant et peuvent être corrigés en faisant intervenir d'autres paramètres influençant le transfert thermique tels que la tortuosité du chemin de flux de chaleur, la sphéricité des particules solides et la géométrie de pores. Enfin, l'acquisition de ces connaissances scientifiques supplémentaires montre qu'on peut

exploiter nos ressources locales afin de concevoir des éléments de construction possédant des caractéristiques thermiques optimum et permettant de répondre aux besoins économiques.

REFERENCES

- [1] **M.S Goual (2001)**. Contribution à l'élaboration d'un procédé de valorisation de co-produits argileux. Cas du béton argileux cellulaire obtenu par réaction avec l'aluminium pulvérulent : caractérisation et comportement thermohydrrique. Thèse de Doctorat d'état, ENP.Alger, 148p.
- [2] **J.P Laurent, C Guerre-Chaley, (1995)**. Influence de la teneur en eau et de la température sur la conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé, Matériaux et Construction, vol.28, pp.464-472.
- [3] **S Azizi (1988)**. Conductivité thermique des matériaux poreux humides: mesure par méthode flash et interprétation, Thèse de Doctorat de l'INP de Lorraine, France.
- [4] **A Bouguerra (1997)**. Contribution à l'étude d'un procédé de valorisation de déchets argileux: comportement hygrothermique des matériaux élaborés, Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon.
- [5] **D Quénard, J.P Laurent, H Sallée (1986)**. Influence de la teneur en eau et de la température sur les paramètres thermiques du plâtre. Revue Générale de Thermique, n°291, mars 1986, pp137-144.
- [6] **Perrin B et Javelas R (1987)**. Transferts couplés de chaleur et de masse dans des matériaux consolidés utilisés en génie civil, Int. Jour. Heat Mass Transfer, vol.30, N°2, pp297-309..
- [7] **J.M Courivaud (1993)**. Etude des transferts couplés de masse et de chaleur en milieux poreux: application à la cuisson par vapeur saturée d'un béton cellulaire, Thèse de Doctorat, INP de Toulouse.
- [8] **Philip et De Vries (1957)**. Moisture movement in porous materials under temperature gradient, Trans. Amer. Geophys. Union, vol.38, N°2, pp222-232.
- [9] **A Degiovani, C Moyne (1987)**. Conductivité thermique des matériaux poreux humides. évaluation théorique et possibilité de mesure, Int. Jour. Heat Mass Transfer, vol.30, N°11, pp.2225-2245.
- [10] **R Harton, P.J Wierenga, D.R Nielson (1982)**. A rapid technique for obtaining uniform water content distributions in unsaturated soil columns, Soil Science, vol.133, N°6, pp.397-399,
- [11] **J.P Laurent (1986)**: Contribution à la caractérisation thermique des milieux poreux granulaire, Thèse de Doctorat, INP de Grenoble,.
- [12] **J.H Blackwell (1954)**. A transient flow method for determination of thermal constants of insulating materials in bulk, Can. Jour. Physics, vol.25, N°2, pp.137-144,
- [13] **D.A De Vries (1958)**: Simultaneous transfer of heat and moisture in porous media, Trans. Amer. Geophys. Union, vol.39, pp.909-916,.
- [14] **M.S Goual, A Bali, M Quéneudec (1999)**. Effective thermal conductivity of clayey aerated concrete in the dry state: experimental results and modelling, J. Phys. D: Appl. Phys., vol.32, pp.3041-3046,.

**ELEMENTS D'ANALYSE DE LA PHYSIQUE
DE LA CONDENSATION EN MILIEU POREUX
(1^{ière} Partie)**

S. LARBI, H. BELHANECHÉ
Département de Génie Mécanique
Ecole Nationale Polytechnique

خلاصة:

يهدف هذا العمل الى اعطاء نظرة شاملة على معرفة فيزياء الأوساط المسامية، كما يهدف الى التنبؤ بحقول درجات الحرارة والرطوبة داخل هذه الأوساط الغير مفعمة اثناء حالة تكثف الرطوبة. لقد استعمل نموذج رياضي كوسيلة للتنبؤ وقورنت النتائج الحسلبية بالتجريبية.

Abstract :

This study aims to fresse the the stream migration du to weak temperature's gradients in an unsaturated porous media during steaming situation. A mathematical modeling for mixed heat and steam transfert in porous and unsaturated media is presented. The validity of kept model is confirmed by comparing the numerical simulations with experimental results.

Résumé :

Le présent travail donne un bref aperçu de l'état des connaissances sur la physique de la condensation en milieu poreux, sa modélisation mathématique ainsi qu'une application sur la prévision des champs thermiques et hydriques se produisant dans une structure poreuse lors d'un mécanisme d'humidification par condensation. Un modèle mathématique décrivant les processus de transfert dans les milieux poreux est utilisé comme moyen de prévision. Un bon accord est observé entre les résultats théoriques et expérimentaux.

1. INTRODUCTION

De nombreux matériaux, tant naturels qu'artificiels, sont des matériaux poreux dont l'espace intersticiel est saturé par un ou plusieurs fluides. La compréhension de leur comportement est importante dans plusieurs domaines d'application tels la géophysique, le séchage du bois dans l'industrie papetière, les sciences biologiques, la chimie, l'hydrologie, le génie civil (secteur du bâtiment) et l'extraction pétrolière. Ces secteurs industriels, de grands poids économique, sont largement tributaires des méthodes d'étude et de calcul concernant les structures poreuses pour effectuer des prévisions aussi fiables que possible, soit qu'il faille minimiser ou supprimer des infiltrations, soit au contraire augmenter le débit fluide tiré d'un gisement. Afin de trouver la connexion entre le monde des idées et le monde des phénomènes, les ingénieurs, grâce à leur qualité d'observation et à leur esprit inventif, ont été amenés à proposer dans des situations concrètes bien déterminées, des règles opératoires relativement satisfaisantes, malheureusement les exigences de la technique actuelle ne permettent plus de s'en contenter. La physique des milieux poreux et des écoulement de fluides qui peuvent s'y produire doit, comme tant d'autres disciplines des sciences mécaniques, quitter le stade empirique pour devenir pleinement scientifique si l'on veut que les ingénieurs et les géophysiciens intéressés puissent eux aussi, progresser dans la maîtrise des phénomènes et des situations complexes qu'ils rencontrent. Les transferts de chaleur et de masse ne sont pas déjà simples à étudier, et, le problème devient encore plus complexe lorsqu'ils ont pour siège des milieux très difficiles à définir comme les milieux poreux. Sans rentrer dans une analyse détaillée de la modélisation mathématique utilisée dans le domaine, il est important de noter que

diverses tentatives de description physique et de modélisation mathématique ont été effectuées jusqu'à ce jour [1,2,3,4,6,7].

Les résultats présentés dans cet article visent, à l'échelle macroscopique à compléter notre compréhension des mécanismes de base liés au processus de condensation de l'humidité (vapeur d'eau + air sec) au sein d'un matériaux capillaro-poreux, ainsi qu'à valider un modèle mathématique de description continu classique utilisé pour prévoir ces phénomènes.

2. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Hormis les études analytiques fondées sur les modèles simplifiés de VOS [14], c'est avec CHENG [18] qu'apparaissent les premiers travaux théoriques sur la condensation en milieu poreux. CHENG [18] a étudié le problème du régime permanent de condensation en film à l'intérieur d'un dièdre et d'un cône solides refroidis, noyés au sein d'un milieu poreux, avec écoulement de vapeur saturée. Les écoulements de vapeur et de liquide étant décrits par l'équation de DARCY généralisée, cette situation est traitée dans le cas classique du film de condensation hors milieux poreux. A la suite de ces travaux, CHENG et CHUI [19] se sont intéressés non seulement au régime permanent mais également au régime transitoire de développement du film de condensation. L'étude plus général de la condensation hors approximations de la couche limite, a récemment été effectuée par CHENG et KUMARI [20] en ce qui concerne le régime permanent et FLICK et TIEN [21] en ce qui concerne le régime transitoire. Les résultats obtenus dans le cadre des mêmes approximations que CHENG et al. [19] (effets capillaires négligeables) ont confirmé les résultats obtenus par les méthodes analytiques approchées près du bord d'attaque et complété les résultats concernant l'évolution du transfert de chaleur et de l'épaisseur de la couche limite de

condensation lorsque la distance au bord d'attaque augmente. VAFAÏ et SARKAR [22], dans une étude sur les effets de la condensation dans une plaque d'isolant fibreux, ont montré que le taux de condensation ainsi que le transfert de chaleur résultant dépendent des nombres de PECLET et de LEWIS ainsi que des températures et des humidités relatives aux environnements externes. Au terme de cette analyse, les auteurs ont pu suggérer un ensemble de recommandations concernant la technique de fabrication des isolants fibreux et permettant de prévoir ou de retarder les risques de la condensation. Dans le cas de conditions aux limites semblables (couche poreuse limitée sur l'une de ses faces par une paroi imperméable refroidie à température constante) mais sans exclure a priori le rôle du transfert de masse en phase liquide et la variation des coefficients, RECAN [10], CRAUSSE et al. [9], LARBI et al. [8], GUELLATI [15], MITICHE [13], OUKACHA et al. [17] ont abordé une étude numérique de transferts mono et bidimensionnels de chaleur et d'humidité dans les matériaux granulaires et des isolants fibreux. L'étude de sensibilité aux paramètres menée par les auteurs a permis de préciser les contributions quantitatives et qualitatives des différentes forces : capillarité, gravité, pression, sur le transfert de masse et l'évolution dans l'espace et dans le temps de différentes phases. Concernant les études à caractère expérimentale, peu d'études en tant que telles, et a fortiori peu de tentatives de validation des modèles ont été réalisées [8, 9, 10, 14]. En fait cette situation n'est guère surprenante lorsque l'on connaît les difficultés d'expérimentation et la durée parfois considérable des essais. Le travail présenté dans cet article, se situe dans la continuité des études déjà entreprises dans le domaine ; il vise à utiliser un modèle de description continu comme outil de prévision des champs thermiques et hydriques se produisant dans une

structure poreuse pour des conditions hygrothermiques externes données.

3. APPROCHE THEORIQUE

3.1. Modèle mathématique

La description mathématique des phénomènes qui se déroulent au sein d'un milieu poreux, notamment, écoulements et phénomènes de transferts, est en principe réalisable à l'aide des équations microscopiques de la thermodynamique des milieux continus. La détermination du champ des différentes variables (pression, température, etc.) en tout point de chacune des phases en place devrait, a priori, pouvoir être effectuée aussi. Ceci est justifié par le fait que les dimensions géométriques des pores et des fractions de la phase solide comprises entre pores, ont généralement des valeurs largement supérieures aux dimensions moléculaires. Par conséquent, chaque phase peut être considérée comme un milieu continu et le milieu poreux comme un ensemble de milieux continus étroitement imbriqués. Cependant, la complexité géométrique de l'espace des pores et la distribution des phases au sein du milieu est telle qu'en général on est dans l'incapacité de décrire avec précision la géométrie des surfaces limitant les phases. En conséquence, les équations microscopiques s'avèrent d'une utilité très limitée, puisque la définition de leur domaine géométrique de résolution est rendue pratiquement impossible. C'est pourquoi, il est légitime de décrire les phénomènes, non plus à l'échelle des pores (niveau microscopique) mais à une échelle plus en accord avec nos moyens d'observation du milieu, en l'occurrence l'échelle macroscopique. Le changement d'échelle, est souvent effectué par la définition d'un volume élémentaire représentatif noté V.E.R conduisant à l'établissement d'une équivalence entre milieu dispersé réel et un milieu continu fictif. Dans cette nouvelle échelle, les phénomènes sont décrits en moyenne par des équations dont les variables et les paramètres sont représentatifs des variables

et paramètres physiques moyens au sein du milieu continu équivalent.

3-1-1. EQUATIONS DE BILAN

3.1.1.a. Equations de conservation des masses fluides

En phase liquide

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho_o \omega_l) + \nabla \cdot (\rho_l \vec{U}_l) = \dot{m} \quad (1)$$

En phase gazeuse

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho_o \omega_g) + \nabla \cdot (\rho_g \vec{U}_g) = -\dot{m} \quad (2)$$

- vapeur

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho_o \omega_v) + \nabla \cdot (\rho_v \vec{U}_g + \vec{\Phi}_v) = -\dot{m} \quad (2.1)$$

- air sec

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho_o \omega_a) + \nabla \cdot (\rho_a \vec{U}_g - \vec{\Phi}_v) = 0 \quad (2.2)$$

3.1.1.b. Equation de conservation de l'énergie

$$(\rho C) \frac{\partial T}{\partial t} + (\rho_l C_l \vec{U}_l + \rho_g C_g \vec{U}_g) \cdot \nabla T = -\nabla \cdot \vec{\Phi}_q - \Delta h_v \dot{m} \quad (3)$$

Où : t , le temps ; ω_i , teneurs massiques ; ∇ , l'opérateur mathématique Nabla ($\nabla = \{ \partial/\partial x, \partial/\partial y, \partial/\partial z \}^T$) ;

\vec{U}_i , vecteurs vitesse de filtration ; $\vec{\Phi}_v$, densité de flux massique de diffusion des constituants air et vapeur de la phase gazeuse ; \dot{m} , taux de changement de phase ; T , la température ;

$\vec{\Phi}_{q_c}$, vecteur de densité de flux

thermique macroscopique par conduction ; Δh_v , l'enthalpie massique de changement de phase ; $i = s, l, g, v, a$: indices correspondant respectivement au solide, au liquide, au gaz, à la vapeur et à l'air sec.

3.1.2. EQUATIONS DE FERMETURE

La fermeture du système formé par les équations (1) à (3) requiert la connaissance :

- Des lois phénoménologiques pour obtenir \vec{U}_l ; \vec{U}_g ; $\vec{\Phi}_v$ et $\vec{\Phi}_{q_c}$;
- Des lois ou équations d'états des différentes phases ;
- Des équations complémentaires gouvernant les conditions d'équilibre entre phases.

Les expressions des équations de fermeture sont respectivement :

3.1.2.1.a. Lois de Darcy polyphasique (bilan de quantité de mouvement)

$$\vec{U}_l = -\frac{\bar{k}_l}{\mu_l} \cdot (\nabla P_l - \rho_l \vec{g}) \quad (4)$$

$$\vec{U}_g = -\frac{\bar{k}_g}{\mu_g} \cdot (\nabla P_g - \rho_g \vec{g}) \quad (5)$$

Les deux équations ci-dessus, communément appelées équations de DARCY généralisées, décrivent l'écoulement simultané des deux phases fluides (liquide et gaz) dans l'espace des pores (écoulement polyphasique en milieu poreux non saturé).

Avec : \bar{k}_l et \bar{k}_g , tenseurs des perméabilités effectives respectivement liquide et gazeuse ; P , pression totale du gaz ; P_l , pression dans le liquide ; μ_l et μ_g , viscosité dynamique respectivement du liquide et du gaz.

3.1.2.1.b. Lois de diffusion macroscopiques – Lois de transfert

- **Densité de flux de masse due à la diffusion moléculaire (Loi de Fick)**

$$\Phi_v = -\rho_g \overline{D}^* \cdot \nabla(\rho_v/\rho_g) \quad (6)$$

- **Densité de flux de chaleur due à la conduction (Loi de Fourier)**

$$\Phi_{qc} = -\overline{\lambda}^* \cdot \nabla T \quad (7)$$

Avec : \overline{D}^* , tenseur de diffusivité massique apparente de la vapeur d'eau au sein du milieu poreux et $\overline{\lambda}^*$, tenseur de la conductivité thermique équivalente.

3.1.2.1.c. Equations d'état

La phase gazeuse est assimilée à un gaz parfait d'où :

$$\text{et } \begin{cases} P = P_a + P_v = \rho_a \frac{R}{M_a} T + \rho_v \frac{R}{M_v} T \\ \rho_g = \rho_a + \rho_v \end{cases} \quad (8)$$

Avec : M_a et M_v masses molaires de l'air et de la vapeur du liquide, R constante universelle des gaz parfaits.

3.1.2.1.d. Equations complémentaires

- **Pression capillaire :**

$$P_c = P - P_\lambda = -\rho_\lambda g \psi(\omega_\lambda, T) \quad (9)$$

- **Equation de Kelvin (dans le domaine de la condensation capillaire):**

$$P_v = P_{vs} \cdot \exp\left(-\frac{P_c M_v}{\rho_\lambda T R}\right) \quad (10)$$

- **Equation de Clausius-Clapeyron :**

$$\Delta h_v = -\frac{R}{M_v} \frac{d(\ln \phi)}{d(1/T)} \quad (11)$$

- **Contrainte sur le volume des vides :**

$$\varepsilon = \rho_\lambda + \rho_g \quad (12)$$

- **Equations d'évolution des propriétés physiques :**

$$\mu_\lambda(T); \mu_g(T); C_i(T); \Delta h_v(T, \omega_\lambda) \quad (13)$$

En combinant les équations (1) à (13), en considérant le milieu homogène et isotrope [6] et en choisissant la température T et la teneur massique en liquide ω_λ comme variables indépendantes, les équations précédentes se réduisent dans le cas des transferts unidirectionnels [6] à :

$$\frac{\partial \omega}{\partial t} + \eta \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[(a_1 + a_v) \frac{\partial \omega}{\partial x} + (a_1 \delta_1 + a_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} \right] \quad (14)$$

$$\rho_0 L \alpha \frac{\partial \omega}{\partial t} + [(\rho c)^* + \rho_0 L] \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left[(\lambda^* + \rho_0 L a_\lambda \delta_\lambda) \frac{\partial T}{\partial x} + \rho_0 L a_v \frac{\partial \omega}{\partial x} \right] \quad (15)$$

Dans ces équations représentant respectivement les bilans de masse (14) et d'énergie (15), t est le temps, ρ_0 la masse volumique apparente du milieu poreux sec, ω la teneur en eau pondérale en eau liquide, L l'enthalpie de changement de phase, λ^* et $(\rho c)^*$ la conductivité thermique et la chaleur volumique effectives du milieu poreux, T la température et a_1 , a_v , δ_1 , δ_v des coefficients dépendant de la teneur en eau et de la température, traduisant les propriétés de transport de masse du matériau [9,10].

Les coefficients α et η résultent quant à eux de l'expression de $\left(\frac{\partial \omega_v}{\partial t}\right)$, avec ω_v (ω, T) teneur pondérale en vapeur d'eau, dans le bilan de masse.

Comme les précédents, ces coefficients sont de fonctions compliquées de la teneur en eau, de la température et des caractéristiques de la microstructure du matériau considéré [9].

3.2 Conditions aux limites

Elles correspondent à celles des expériences. Le milieu poreux est supposé initialement sec à température uniforme, égale à celle de l'air circulant dans la veine [8]. Du point de vue des conditions aux frontières, en $x = 0$ et $x = L$, elles expriment respectivement : la condition de flux de masse nul et une température constante en $x = L$, la continuité des densités de flux de masse et d'énergie en $x = 0$. La densité de flux de chaleur G , sur l'interface $x = 0$, somme du flux conductif et éventuellement du changement de phase (vapeur-liquide), Recan [10], s'exprime par :

$$G = -(\lambda^* + \rho_0 La_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} - \rho_0 La_v \frac{\partial \omega}{\partial x} \quad (16)$$

En ce qui concerne la densité du flux massique W , elle correspond à l'addition des densités de flux de masse en phase vapeur et liquide, et s'expriment par :

$$W = -\rho_0 \left[(a_l + a_v) \frac{\partial \omega}{\partial x} + (a_l \delta_l + a_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} \right] \quad (17)$$

Côté externe, c'est à dire dans l'atmosphère en contact avec le milieu poreux et plus précisément sur l'interface, les échanges convectifs sont communément régis par :

$$H = h_c (T_c - T_s) \quad (18)$$

pour la densité de flux de chaleur.

où, h_c est le coefficient de transfert de chaleur par convection et par :

$$E = h_m (P_v - P_s) \quad (19)$$

pour la densité de flux de masse.

où, h_m est le coefficient de transfert de masse. T_s , T_c , P_s , P_v , correspondent respectivement aux températures et aux

pressions partielles de vapeur d'eau à la surface du matériau $x = 0$ et dans l'air.

Les définitions qui précèdent conduisent dès lors aux expressions suivantes pour les conditions aux limites sur l'interface air-milieu poreux:

$$-\rho_0 \left[(a_l + a_v) \frac{\partial \omega}{\partial x} + (a_l \delta_l + a_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} \right] = h_m (P_v - P_s) \quad (20)$$

pour la densité de flux de masse et:

$$-(\lambda^* + \rho_0 La_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} - \rho_0 La_v \frac{\partial \omega}{\partial x} = h_c (T_c - T_s) + L h_m (P_v - P_s) \quad (21)$$

pour la densité de flux de chaleur.

Il est important de noter que, si les mécanismes physiques mis en jeu dans les processus de transfert au sein du milieu poreux sont relativement bien décrits actuellement, le niveau de connaissance concernant les problèmes d'interface est, par contre dans un état embryonnaire. Hormis quelques travaux récents [11] sur la modélisation des échanges à l'interface air-milieu poreux, il convient de souligner en effet que les expressions des coefficients h_c et h_m sont généralement d'origine empirique. Compte tenu de ces remarques, les conditions aux limites retenues pour la résolution des équations (14) et (15) ont été les suivantes:

Sur la surface libre $x = 0$:

$$\left[-\rho_0 \left[(a_l + a_v) \frac{\partial \omega}{\partial x} + (a_l \delta_l + a_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} \right] = \dot{m}(t) \right. \quad (22)$$

$$\left. T = T_p = T_a = 30^\circ C \right.$$

avec: $\dot{m}(t) = h_m (C_s - C_\infty)$

A l'extrémité $x = L$, la densité de flux de masse est nulle et la température T_e est imposée:

$$\left[-\rho_0 \left[(a_l + a_v) \frac{\partial \omega}{\partial x} + (a_l \delta_l + a_v \delta_v) \frac{\partial T}{\partial x} \right] = 0 \right. \\ \left. T = T_e = 10^\circ C \right] \quad (23)$$

Les conditions initiales relatives à la teneur en eau et à la température étant donnée quant à elles par :

$$t \leq 0; x \in [0, L] \left\{ \begin{array}{l} \omega = \omega_0 = 0,02\% \\ T = T_e = 10^\circ C \end{array} \right. \quad (24)$$

Le milieu poreux étant en équilibre hygrothermique dans l'atmosphère du laboratoire.

4. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les conditions initiale et aux limites utilisées pour résoudre les équations (14)

La technique numérique mise en oeuvre pour résoudre les équations (14) et (15) associé aux conditions aux limites (22) et (23) est une méthode aux éléments finis dont la présentation détaillée a été faite dans [13].

Les coefficients de transfert de masse et les propriétés thermophysiques du milieu poreux utilisées dans le calcul résultent de la banque de données obtenue par Crausse [9]

et (15) sont regroupées dans le tableau ci-dessous.

Phénomène Étudié	Conditions initiale et aux limites
Humidification Par Condensation	Longueur de la cellule d'essai: d=20 cm. Teneur en eau initiale: $w_0=0.02\%$. Température initiale: $T_0=30^\circ C$. Température de la partie ouverte de la cellule ($x=0$): $T_p=30^\circ C$. Température de la partie fermée de la cellule ($x=d$): $T_e=10^\circ C$. Densité de flux de masse condensé: $m(t) = 2.414635 \cdot 10^{-9} \cdot t^{-0.155235}$

Tableau 1. Tableau Récapitulatif des Conditions Initiale et aux Limites Utilisées.

Les profils hydriques représentés sur les figures 1 à 7 montrent les distributions de teneur en eau à différents temps obtenus par comparaison des résultats numériques et expérimentaux et la figure 7 montre l'évolution des profils hydriques au cours du temps obtenus par calcul numérique.

On note tout d'abord, la présence de deux zones bien distinctes:

- une zone sèche, comprise entre la face exposée à l'air humide ($x=0$) et l'interface de condensation et,

- une zone humide, saturée en liquide condensé, comprise entre l'interface de condensation et la surface refroidie en ($x=d$).

Dans la zone sèche, l'évolution de la teneur en eau suit la loi d'adsorption du matériau, tandis que dans la zone humide, dont l'interface progresse au cours du temps sous l'influence des effets thermiques et hydriques, la condensation se poursuit. D'une manière générale ces résultats montrent bien le caractère satisfaisant du modèle de utilisé pour prévoir les phénomènes observés expérimentalement, exception faite pour les fortes teneur en eau

où l'on note des écarts importants entre les résultats numériques et expérimentaux. Ces écarts ont été également observés par CRAUSSE [9], RECAN [10] et OUKACHA [17] lors de leurs études sur les processus d'évaporation et de condensation en milieu poreux; ils peuvent provenir de l'influence de la gravité, non prise en compte dans nos calculs, et dont le rôle devient non négligeable lorsque la teneur en eau pondérale dépasse 3 à 4% pour le matériau choisi.

La figure 8 représente les résultats numériques des profils thermiques. Nous pouvons noter tout d'abord, le changement de pente des profils par rapport au régime de conduction pure permanent. Ce changement de pente ainsi observé, résulte quant à lui de l'influence des mécanismes de changement de phase mais aussi de l'évolution de la conductivité thermique du milieu avec la teneur en eau, ces aspects thermiques, jouent un rôle extrêmement important sur la cinétique de condensation ainsi que sur la localisation des zones de condensation au sein du matériau au cours du temps.

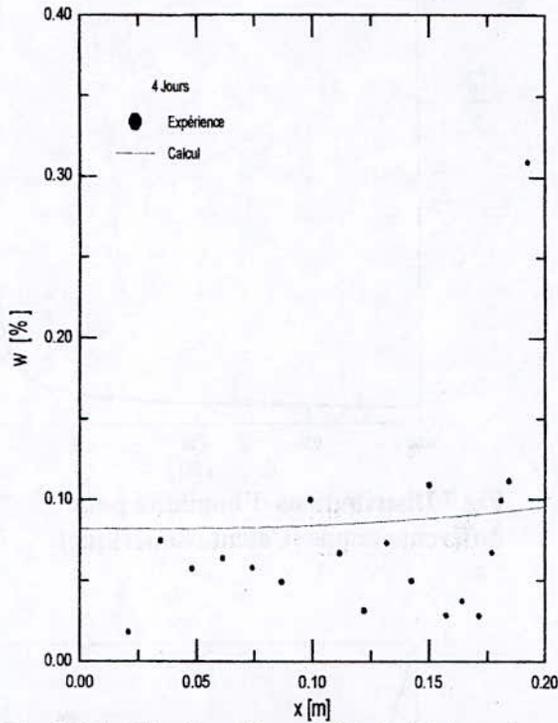
La figure 9, représentant l'évolution de la zone humide présente une allure quasi linéaire de cette évolution au cours du temps. Elle est déterminée à partir de la localisation des zones de condensation dans les profils thermiques.

L'état de saturation du milieu sera obtenu lorsque le flux de masse entrant est nul ($J_m = h_m (P_{vi} - P_{vs}(T_s)) = 0$). En terme de pression de vapeur, la saturation du milieu sera réalisée lorsque la différence de pression ($P_{vi} - P_{vs}(T_s)$) est nulle, P_{vi} est la pression de vapeur de l'air humide et, $P_{vs}(T_s)$ la pression de vapeur saturante à la température T_s du front de condensation.

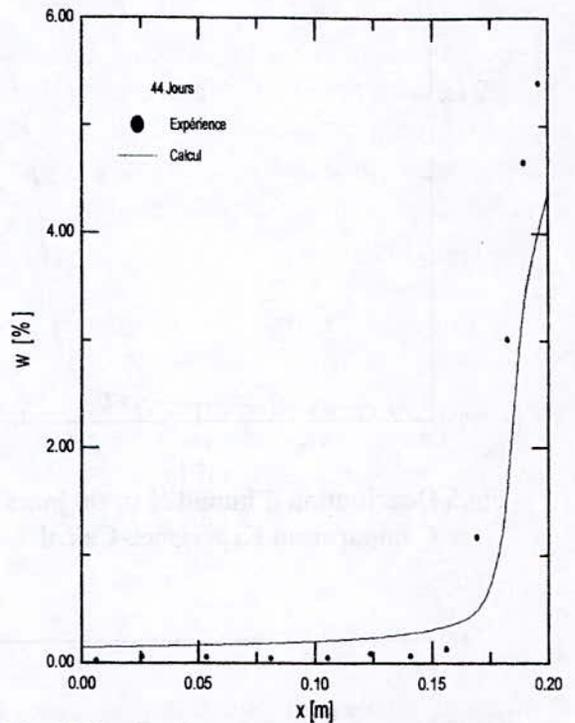
La figure 10, représente l'évolution de $P_{vi} - P_{vs}$ au cours du temps où l'on peut noter que pour une durée de 8 mois, la différence de pression de vapeur représente environ 3% de la valeur initiale, c'est à dire que l'on est pratiquement à la saturation du milieu en humidité.

L'évolution de la teneur en eau superficielle au cours du temps est représentée par la figure 11, où l'on peut noter que l'équilibre hygroscopique avec l'atmosphère humide est obtenu au cours d'un mois environ à partir de la teneur en eau initiale ($w_0 = 0.02\%$). La figure 7 représentant les profils hydriques, montre bien la présence d'un palier commun pour l'ensemble des profils, correspondant à l'équilibre hygroscopique avec l'air humide.

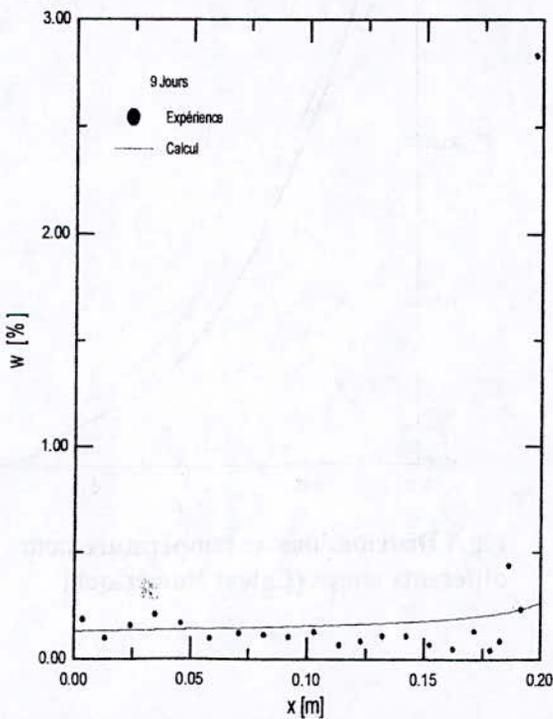
La figure 12, montre que le coefficient de transfert de masse a une allure croissante pour les premiers temps et se stabilise à partir de deux mois environ.



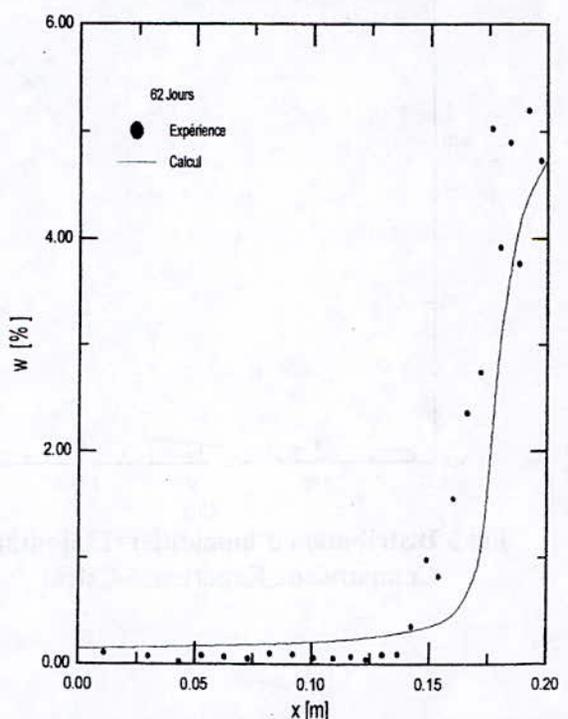
**Fig.1 Distribution d'humidité (t=04 jours)
Comparaison Expérience-Calcul**



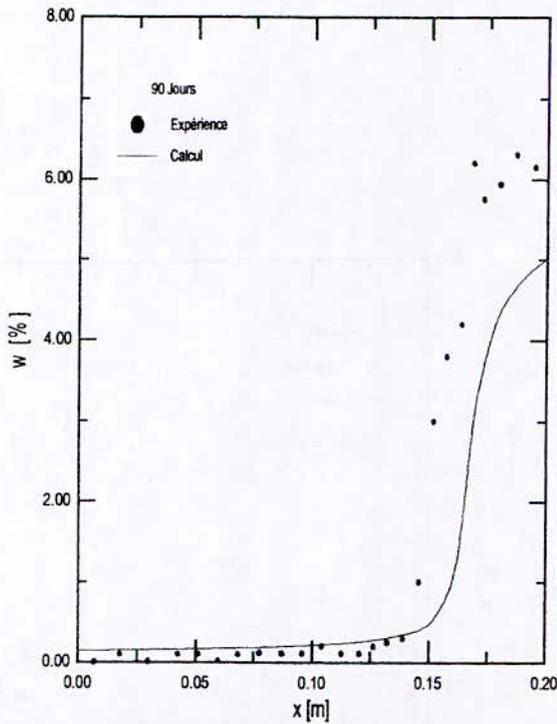
**Fig.3 Distribution d'humidité (t=44 jours)
Comparaison Expérience-Calcul**



**Fig.2 Distribution d'humidité (t=09 jours)
Comparaison Expérience-Calcul**



**Fig.4 Distribution d'humidité (t=62 jours)
Comparaison Expérience-Calcul**



**Fig.5 Distribution d'humidité (t=90 jours)
Comparaison Expérience-Calcul**

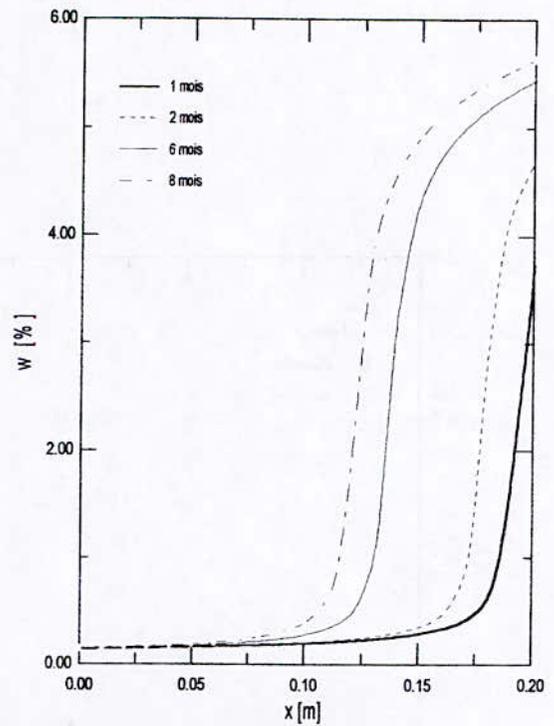
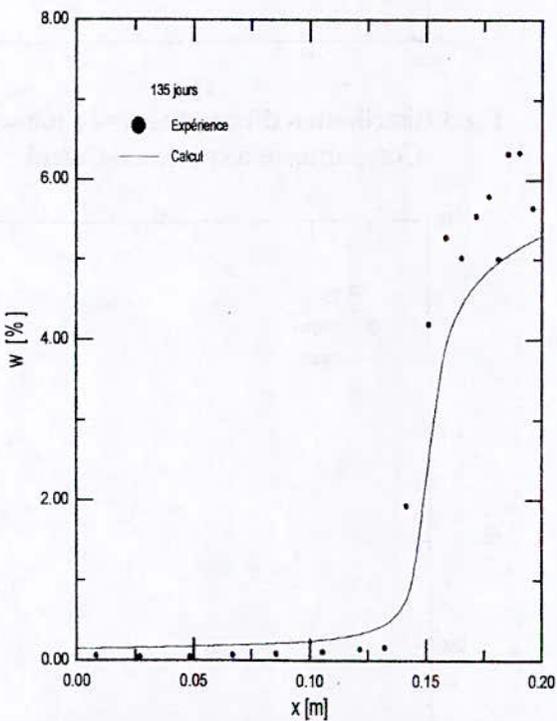


Fig.7 Distributions d'humidité pour différents temps (Calcul Numérique)



**Fig.6 Distribution d'humidité (t=135 jours)
Comparaison Expérience-Calcul**

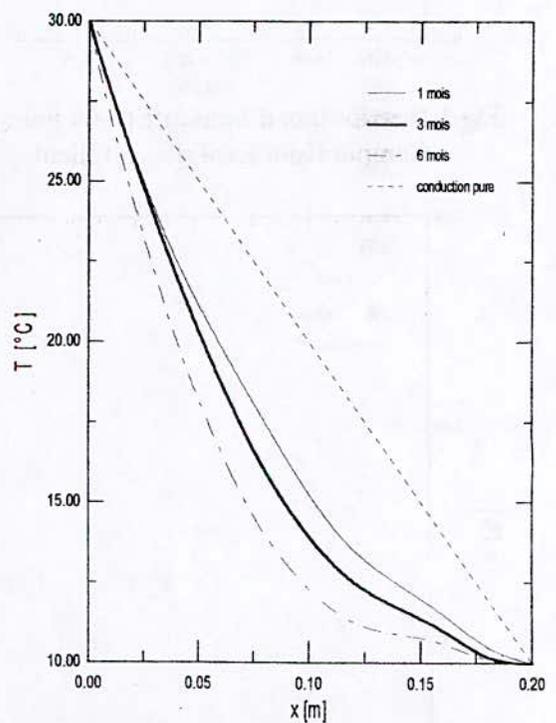


Fig.8 Distributions de température pour différents temps (Calcul Numérique)

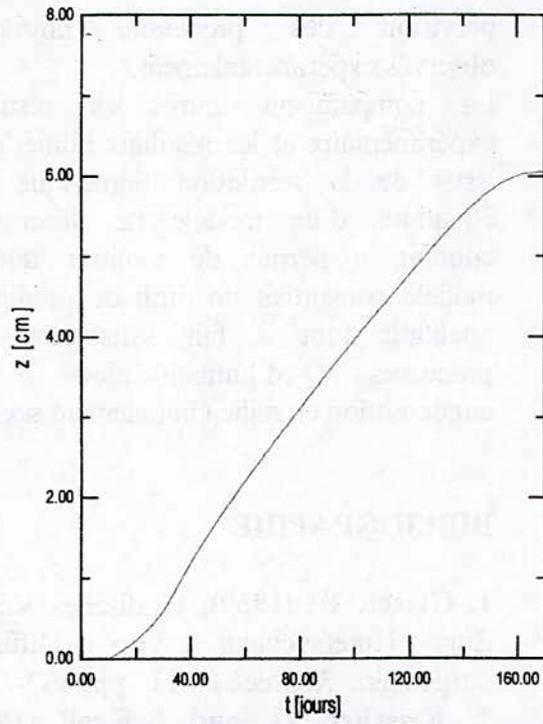


Fig.9 Evolution de la zone humide au cours du temps (Calcul Numérique)

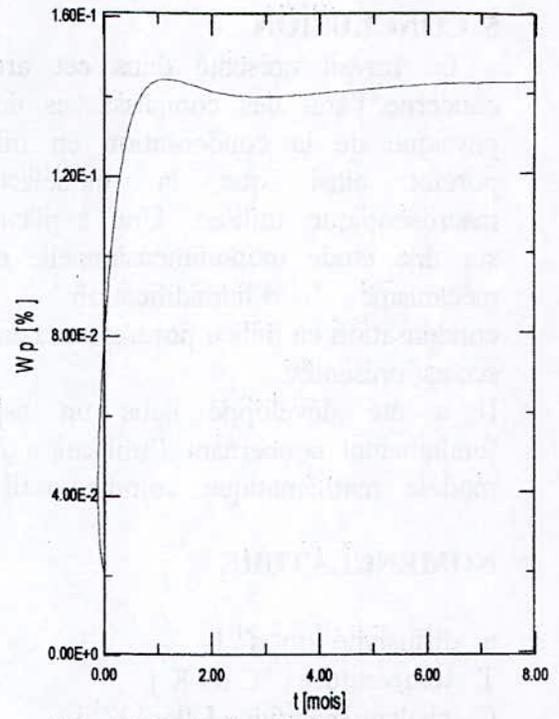


Fig. 11 Evolution de la teneur en eau superficielle au cours du temps (Calcul Numérique)

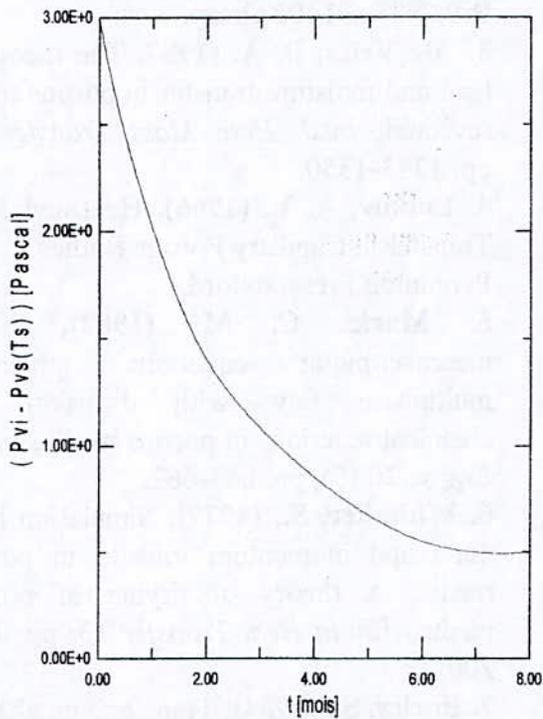


Fig.10 Evolution de $(P_{vi} - P_{vs}(T_s))$ au cours du temps (Calcul Numérique)

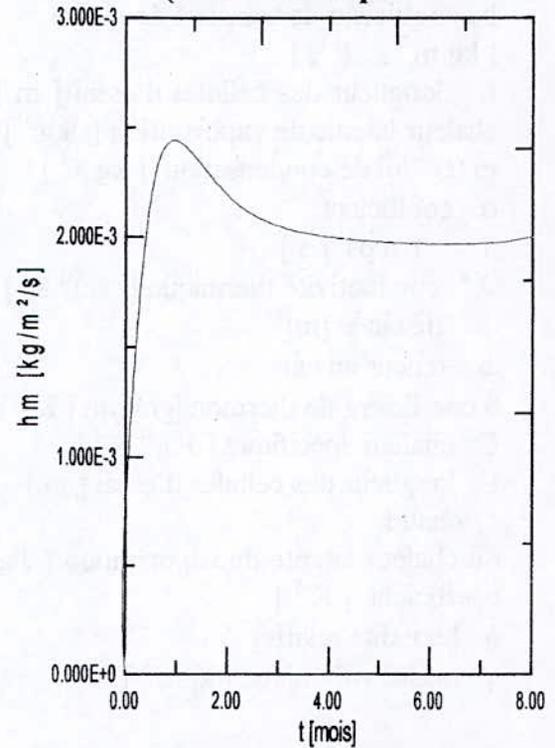


Fig. 12 Evolution du coefficient de transfert de masse au cours du temps.

5. CONCLUSION

Le travail présenté dans cet article concerne l'état des connaissances de la physique de la condensation en milieu poreux ainsi que la modélisation macroscopique utilisée. Une application sur une étude monodimensionnelle d'un mécanisme d'humidification par condensation en milieu poreux initialement sec est présentée.

Il a été développé sous un aspect fondamental concernant l'utilisation d'un modèle mathématique comme outil de

prévision des processus physiques observés expérimentalement.

La comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques issus de la résolution numérique des équations d'un modèle de description continu, a permis de montrer que le modèle constituait un outil de prédiction qualitatif tout à fait satisfaisant des processus d'humidification par condensation en milieu initialement sec.

NOMENCLATURE

a diffusivité [$m^2 s^{-1}$]
 T température [°C ou K]
 C chaleur spécifique [$J kg^{-1} K^{-1}$]
 h_c coefficient de transfert de chaleur [$W m^{-2} K^{-1}$]
 h_m coefficient de transfert de masse [$kg m^{-2} s^{-1} P_a^{-1}$]
 L longueur des cellules d'essai [m] ou chaleur latente de vaporisation [$J kg^{-1}$]
 $m(t)$ loi de condensation [$kg s^{-1}$]
 α coefficient
 t temps [s]
 λ^* conductivité thermique [$W m^{-1} K^{-1}$]
 x distance [m]
 ω teneur en eau
 δ coefficient de thermomigration [K^{-1}]
 C chaleur spécifique [$J kg^{-1} K^{-1}$]
 L longueur des cellules d'essai [m]
 c chaud
 ou chaleur latente de vaporisation [$J kg^{-1}$]
 coefficient [K^{-1}]
 ϕ humidité relative %
 ρ masse volumique [$kg m^{-3}$]

Indices

* caractérise une grandeur apparente du milieu poreux.
 0 matrice poreuse
 f froid
 l liquide

BIBLIOGRAPHIE

1. Glaser, H. (1959), Grafisches Vehren Zur Untersuchung Von Diffusion vorgengen, *Kaptechnik* 11, pp. 467-477.
2. Krischer, O. and K.Kroll (1978), (Technique du séchage, Centre Technique des Industries Aérauliques et Thermiques, B.P. N° 9, 91402 Orsay.
3. De Vries, D. A. (1987), The theory of heat and moisture transfer in porous media revisited, *Int.J. Heat Mass Transfer* 30, pp. 1343-1350.
4. Luikov, A. V. (1966), Heat and Mass Transfer in Capillary Porous Bodies. Pergamon Press, oxford.
5. Marle, C. M. (1982), On macroscopique equations governing multiphase flow with diffusion and chemical reactions in porous media, *Int. J. Eng.sc.* 20 (5), pp. 643-662.
6. Whitaker, S., (1977), Simulation heat, mass and momentum transfer in porous media. A theory of drying in porous media, *Adv in Heat Transfer* 13, pp. 119-200.
7. Bories, S., (1984), Transferts de chaleur et de masse dans les matériaux. Analyse critique des différents modèles. Dans *L'humidité dans les bâtiments* (Edited by conseil International de la Langue Française), pp.13-72.
8. Larbi,S.,G.Bacon et S.Bories,(1995), Diffusion d'air humide avec condensation de vapeur d'eau en milieu poreux, *Int.J.Heat mass Transfer* 38 13, pp. 2411-2426.

- 9. Crausse, G. Bacon et S. Bories, (1981),** Etude fondamentale des transferts couplés de chaleur-masse en milieu poreux, *Int. J. Heat Mass Transfer* **24** (6), pp. 991-1004.
- 10. Recan, M., (1984),** Simulation numérique du comportement thermique et hydrique d'un sol nu. Application à l'étude de l'évaporation par télédétection, Thèse de Docteur-Ingénieur de l'INP de Toulouse.
- 11. Larrea, J. C., (1991),** Etude par simulation numérique de l'hydrodynamique au voisinage d'une interface poreuse, Thèse de Doctorat de l'INP de Toulouse.
- 12. Bacon, G., (1982),** Simulation numérique des transferts de chaleur et de masse dans un milieu poreux non saturé. Colloque sur les Transferts de chaleurs et de masse en milieu poreux, Lausanne, Suisse.
- 13. Mitiche, E. H., (1997),** Etude Fondamentale d'un Mécanisme d'Humidification par Condensation en Milieu Poreux. Magister, C.U de Médéa.
- 14. Vos, B. H. (1969),** Internal condensation in structures. *Buil. Science*, Vol. 8, pp. 191-206.
- 15. Guellati, A., S. Larbi et H. Belhaneche (1996),** Analyse des Aspects Massiques et Thermiques dans les Milieux Poreux en Régime Diffusionnel Pur. *A.J.O.T, International Publication, Série A, Vol. 13, No. 1, pp. 69-77.*
- 16. Bear, J. (1972),** Dynamics of fluids in porous media. *Elsevier Publishing Company.*
- 17. Oukacha, M., S. Larbi et H. Belhaneche (2000),** Simulation numérique bidimensionnelle des mécanismes d'échanges thermiques et massiques dans les milieux capillaro-poreux *Séminaire de mécanique, 17 au 18 octobre 2000. Annaba.*
- 18. Cheng, P. (1984),** Film condensation along an inclined surface in a porous medium. *Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 24, N°6, pp. 983-990.*
- 19. Cheng, P. and D. K. Chui (1984),** Transient film condensation on a vertical surface in a porous medium. *Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 27, N°5, pp. 795-798.*
- 20. Kumari, M. and D. K. Chui (1984),** Film condensation along a frustum of a cone in a porous medium. *Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 27, N°11, pp. 2155-2157.*
- 21. Flic, M. and C. L. Tien (1989),** An approximate analysis for general film condensation transient. *J. Heat Transfer, Vol. 11, pp. 2155-2157.*
- 22. Vafai, K and S. Sarkar (1986),** Condensation effects in a fibrous insulation slab. *Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 108, pp. 2155-2157.*

**ELEMENTS D'ANALYSE DE LA PHYSIQUE
DE LA CONDENSATION EN MILIEU POREUX
(2^{ème} Partie)**

M. OUKACHA, S. LARBI, H. BELHANECHÉ

*Département de Génie Mécanique
Ecole Nationale Polytechnique*

Abstract :

The work presented in this thesis is a bidimensional numerical simulation of simultaneous heat and moisture transfer in capillary-porous media. By means of a mathematical model, solved by the finite element method, various cases are simulated. Namely in closed system and semi-open system. The optioned results are validated by comparing them with experimental measures (1D) and with numerical results of other authors (2D).

Résumé :

Le travail présenté dans cette thèse, consiste en une simulation numérique bidimensionnelle des transferts couplés d'humidité et de chaleur dans les milieux capillaro-poreux. En utilisant un modèle de description continu classique, résolu par la méthode des éléments finis, plusieurs cas de figure sont simulés. Notamment en système fermé et en système semi-ouvert. Les résultats numériques sont validés par comparaison à des mesures expérimentales 1-D et à des résultats numériques d'autres auteurs à 2-D.

خلاصة:

الهدف من هذه الدراسة هو اعطاء حقول الحرارة والرطوبة داخل وسط مسامي معين في بعدين اثنين من الفضاء. فبعد التذكير بنموذج رياضي استعمل في القسم الأول من الدراسة مع مبادئه الفيزيائية، قورنت النتائج المحصل عليها رقميا بنتائج أبحاث أخرى، لوحظ توافق بين النتائج المحصل عليها.

1. INTRODUCTION

Les écoulements à deux phases fluides en milieu poreux sous l'influence de faibles gradients thermiques, jouent un rôle extrêmement important dans différents secteurs d'activité industrielle ou situation naturelle. Il en est ainsi dans les échanges d'humidité entre le sol et l'atmosphère par suite des variations de température journalière et saisonnière de la surface, mais également dans certains domaines techniques tel que la récupération secondaire du pétrole, l'isolation thermique, l'adaptation des sols aux cultures, où les phénomènes de transferts sont simulés de façon naturelle ou artificielle par des gradients thermiques. L'étude expérimentale des processus réels de transferts de chaleur et de masse dans les milieux poreux pose énormément de difficultés à cause du caractère bidimensionnel voire même tridimensionnel de la répartition spatio-temporelle des champs thermiques et hydriques et les difficultés de mesures liés aux techniques expérimentales employées [4]. Ainsi, le recours à la simulation numérique de ces phénomènes devient une nécessité impérieuse. Le travail présenté dans cet article, vise à mettre en évidence certains aspects internes des mécanismes de transferts à deux dimensions d'espace et en système semi-ouvert. Les résultats obtenus sont validés par comparaison à des résultats expérimentaux à une dimension d'espace (*Crausse* [4], *Larbi* [9]).

2. MODELE MATHEMATIQUE ET CONDITIONS AUX FRONTIERES

2-1. Modèle mathématique utilisé

Les équations utilisées, pour décrire les transferts de chaleur et d'humidité en milieu poreux, ont été établies en 1957 par *Philip & De Vries* [5] et par *Luikov* en 1958 [10]. Outre la prise en considération des différents mécanismes physiques mis en jeu, le modèle de *Philip & De Vries* [5], fait intervenir les effets de couplage entre transfert de masse et transfert de chaleur. Il constitue ainsi, le modèle dont le niveau de description des phénomènes est le plus complet jusqu'à présent [2]. C'est le modèle pour lequel nous avons opté pour conduire notre étude, aussi bien pour l'analyse que pour l'interprétation

des résultats expérimentaux. L'estimation numérique des coefficients de transfert et l'étude de sensibilité du modèle général aux variations de paramètres [2, 4, 9], montre que les phénomènes de transferts en milieu capillaro-poreux à pression atmosphérique et aux faibles températures (en dessous du point d'ébullition de l'eau) plusieurs hypothèses peuvent être utilisées pour simplifier encore plus les équations de transfert de chaleur et de masse (modèle simplifié). Ces hypothèses sont :

- Les termes correspondant au taux de changement temporel de la masse en phase vapeur dans l'équation de bilan massique, sont supposés négligeables en comparaison au taux de changement temporel de la masse en phase liquide [8, 9] ;
- Les termes d'énergie convective de la phase liquide et gazeuse sont supposés négligeables dans l'équation de bilan énergétique [8, 9].

Dans ces conditions, le modèle utilisé [2, 5, 13], se présente sous la forme :

$$\frac{\partial \omega}{\partial t} = \nabla \cdot (D_o \nabla \omega + D_T \nabla T + D_G \nabla z) \quad (1)$$

$$(\rho C) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot \left(\left\{ \lambda^* + \rho_o \Delta h_v D_T \right\} \nabla T + \left\{ \rho_o \Delta h_v D_o \right\} \nabla \omega \right)$$

où : C , est la chaleur spécifique à pression constante [$\text{JKg}^{-1}\text{K}^{-1}$]. D_o , D_T respectivement, la diffusivité massique isotherme [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$] et non isotherme [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]. T , la température [$^{\circ}\text{C}$]. λ^* , conductivité thermique équivalente du milieu poreux [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]. ρ_o , la masse volumique apparente du milieu poreux à l'état sec [$\text{Kg} \cdot \text{m}^{-3}$]. ρ^* , la masse volumique équivalente du milieu poreux à l'état humide [$\text{Kg} \cdot \text{m}^{-3}$]. ω , la teneur en eau pondérale (ou massique) [%]. Δh_v , l'enthalpie massique de changement de phase [$\text{J} \cdot \text{Kg}^{-1}$]. Ce système doit être résolu numériquement en raison du caractère fortement non linéaire et couplé des équations qui le compose. Le modèle (1) a déjà fait l'objet de plusieurs études d'évaluation dans différentes situations (*Recan* [14], *Prat* [13], *Larbi* [9], *Guellatti* [8], *Mittiche* [11],...), mais le plus souvent, évalué pour des domaines ou

systèmes physiques semi-ouverts, considérés unidimensionnels et peu d'études sont consacrées au cas d'un domaine bidimensionnel, dont nous pouvons citer l'étude de *Prat* [13], mais néanmoins elle est limitée à un système fermé. Dans la suite, notre tâche consistera à tester le modèle en question sur des systèmes semi-ouverts à deux dimensions d'espace, dans le but d'enrichir l'étude de validité et son extension aux systèmes bidimensionnels.

2-2. Modèle physique et conditions initiale et aux limites

Nous considérons dans notre étude les modèles physiques employés par *Crausse* [4] et *Larbi* [9] compte tenu de la banque de données expérimentale fournie par ces auteurs.

L'échantillon de milieu poreux est mis en place par compactage dans une cellule cylindrique en plexiglas de diamètre D et de longueur L : le milieu poreux en question est un sable quartzéux de granulométrie 100 µm - 125 µm et dont les propriétés thermophysiques et les coefficients de transfert ont été déterminés au moyen d'expériences spécifiques et font partie d'une banque de données établie par *Crausse*[4]. La cellule est placée horizontalement mais ouverte à l'une de ses extrémités (cf. figure 1). L'extrémité ouverte en (x = 0) est en contact avec une atmosphère humide de température T = T_S = T₁ = 30°C. L'autre extrémité en (x = L) est fermée par une surface imperméable maintenue à température constante T = T₂ = 10°C

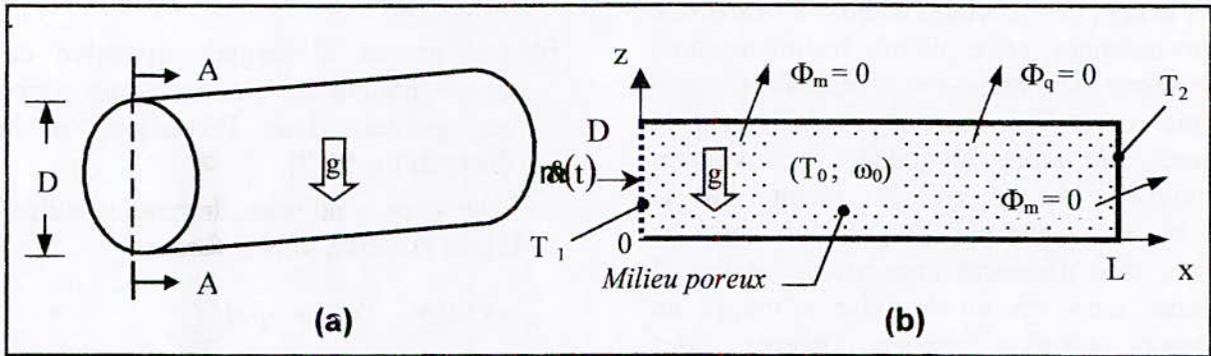


Figure 1 : Modèle physique général : (a) Cellule expérimentale ; (b) Section A-A.

a) Conditions sur la frontière x pour t > 0

$$x=0(0 < z < D) \left\{ \Phi_m = \frac{1}{\rho_0} h_m (c_s - c_\infty) = \frac{1}{\rho_0} r_0(t) ; T = T_1 \right\} \quad (2)$$

$$x=L(0 < z < D) \left\{ \Phi_m = 0 ; T = T_2 \right\} \quad (3)$$

$$\text{Avec : } r_0(t) = \frac{d}{dt}(m(t)) = \frac{1}{S} \cdot \frac{d}{dt}(M(t)) = \frac{4}{\pi D^2} \cdot \frac{d}{dt}(M(t)) \quad (4)$$

b) Conditions sur la frontière z pour t > 0

$$z = 0 \text{ et } z = D (0 < x < L) \left\{ \Phi_m = 0 ; \Phi_q = 0 \right\} \quad (5)$$

c) Conditions initiales (t = 0)

Les conditions initiales relatives à la teneur en eau et à la température, imposent une répartition uniforme sur tout le domaine

occupé par le milieu poreux de ces grandeurs à t = 0 :

- pour la teneur en eau : ω(0) = ω₀ = 0.02 % (milieu sec) ;

- pour la température : T(0) = T₀ = T₁.

La détermination du coefficient d'échange massique *hm* passe nécessairement par une étude de l'écoulement externe (via la résolution des équations des couches limites, dynamique et thermique). Compte tenu de la complexité d'une telle étude, nous avons choisi une procédure semi-empirique consistant à imposer un flux de masse *r₀(t)* déduit de l'expérience (*Crausse* [4], *Larbi* [9]). Dont l'expression est de la forme :

$$\frac{1}{\rho_0} r_0(t) = a t^b \quad (6)$$

Où : a et b sont des coefficients

obtenus par lissage des données expérimentales.

3. RESOLUTION NUMERIQUE

Le modèle mathématique de *Philip & De Vries* [5], gouvernant les transferts simultanés de chaleur et d'humidité en milieu poreux, équations (1), est composé de deux équations aux dérivées partielles couplées et non linéaires de type parabolique. Il est résolu par la méthode des éléments finis en utilisant une formulation intégrale de type *Galerkin* [12].

4. RESULTATS ET DISCUSSION

Le phénomène de diffusion d'air humide à travers un milieu poreux initialement sec, a fait l'objet d'une étude expérimentale réalisée par *Larbi* [9]. Outre, l'étude expérimentale, l'auteur a procédé à des simulations numériques du phénomène étudié, grâce à un code de calcul à une dimension d'espace. L'inconvénient de cette étude est qu'elle ne peut pas prendre en considération l'effet de gravité, car celui-ci est dirigé verticalement, alors que la dimension d'espace suivant laquelle l'étude est réalisée, est horizontale.

Il est ainsi nécessaire d'utiliser un code de calcul en 2-D, qui pourra prendre en charge l'effet de la gravité. Pour cela, nous avons simulé le phénomène en 2-D, en employant un modèle physique dont les dimensions géométriques sont : $L = 20$ cm et $D = 5$ cm ($L/D = 4$). La densité de flux de masse corrélée est formulée par :

$$\rho(t)/\rho_0 = 2.414635 \cdot 10^{-9} t^{-0.155235}$$

4-1. Résultats de simulation (en 2-D)

Les figures 2 et 3, représentent les distributions bidimensionnelles de la teneur en humidité et de la température, respectivement au bout de 62 et 135 jours. Nous tenons tout d'abord à attirer l'attention du lecteur que la représentation des lignes d'égale humidité, dans les figures précitées, obéit à une échelle variable. On constate à première vue que les lignes d'égale humidité restent des droites verticales indiquant la prédominance de la force motrice due au gradient thermique sauf

pour la zone froide où on observe de légères déformations des lignes ayant une valeur supérieure à 3.8 % d'humidité pondérale. Pas loin de cette position, il s'est formé une zone humide au cours du temps, suite au processus de condensation de la vapeur diffusée, conduisant à la formation d'eau en masse, c'est-à-dire, apparition d'une phase liquide. Celle-ci envahit progressivement le milieu par capillarité. Par ailleurs, on peut noter qu'en dehors de cette zone humide de faible étendu, dans laquelle la saturation varie largement, le reste du milieu est encore relativement sec (il est le siège d'un transfert de masse par diffusion de la vapeur d'eau). La condensation de la vapeur, l'accumulation d'eau liquide et par conséquent l'envahissement du milieu par les quantités d'eau liquide (par capillarité) font que la zone humide s'étend de plus en plus avec un maximum situé toujours à la face fermée. En complément de ces observations et concernant l'autre grandeur de base en l'occurrence la température qui est en relation directe avec les différents mécanismes mis en jeu, on observe. Après les premiers jours, alors qu'initialement la température été de 30°C dans tout le milieu, on arrive à une distribution des isothermes sensiblement linéaire, résultat d'un processus de refroidissement graduel. Par la suite une autre étape du phénomène commence de façon progressive, conduisant à l'extension de la zone froide accompagnant l'envahissement du milieu par l'eau liquide mettant ainsi en évidence le couplage masse-chaleur. L'aspect thermique s'observe plus aisément sur les figures 2 et 3). Les conséquences immédiates de ceci, est l'accélération du processus de condensation du moment que les conditions thermodynamique sont de plus en plus favorables. C'est d'ailleurs, ce qui explique les fortes teneurs en eau observées à la limite de la face froide en particulier.

4-2. Comparaison expérience-calcul numérique

Les figures 4 et 5 illustrent la comparaison entre les résultats expérimentaux de *Larbi* [9] et nos résultats numériques concernant les profils d'humidité, respectivement pour 62 et 135 jours (4,5 mois). Cette comparaison s'avère globalement satisfaisante. Néanmoins, si, l'aspect qualitatif, montre une cohérence tout à fait remarquable entre la réalité physique et la simulation numérique, l'aspect quantitatif, quant à lui, présente des écarts non négligeables au niveau des valeurs maximales d'humidité en $x = 20$ cm. Comme le montre la figure 5, la gravité n'influence guère le phénomène physique tel que suggéré par *Larbi* [9] en explication aux écarts observés. Mais ils peuvent être attribués au fait que les coefficients physiques aient été déterminés à partir d'expériences spécifiques [4] indépendantes du système physique

simulé. Ce résultat est quelque peu prévisible, puisque déjà, lors de l'étude de la thermomigration on a conclu que la gravité est négligeable en dessous de 7 % [4] d'humidité pondérale (initiale), alors que la valeur maximale de la teneur en eau de l'ensemble des résultats, numériques et expérimentaux confondus ne dépassent les 7 % dans tout le milieu.

4-3. Densités de flux : La densité de flux de chaleur due au changement de phase (cf. fig. 6) est proportionnelle à la densité de flux de masse en phase vapeur. La comparaison quantitative entre la densité de chaleur due au changement de phase et la densité de flux de chaleur due à la conduction (cf. fig. 7) montre une prédominance du transfert conductif de la chaleur.

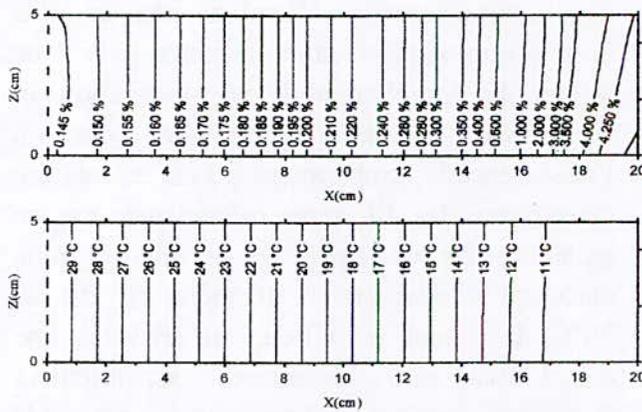


Fig.2 : Distribution de l'humidité et de la température après 62 jours

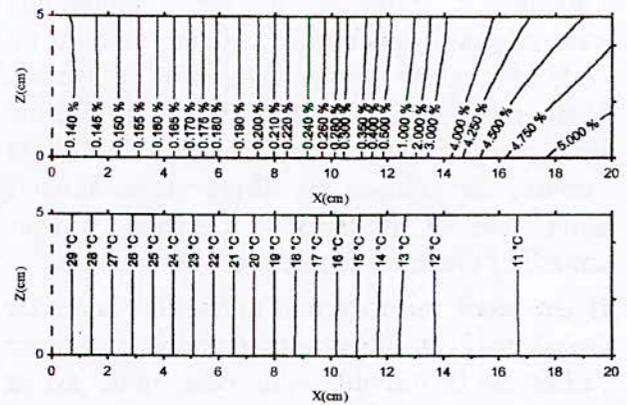


Fig.3 : Distribution de l'humidité et de la température après 135 jours

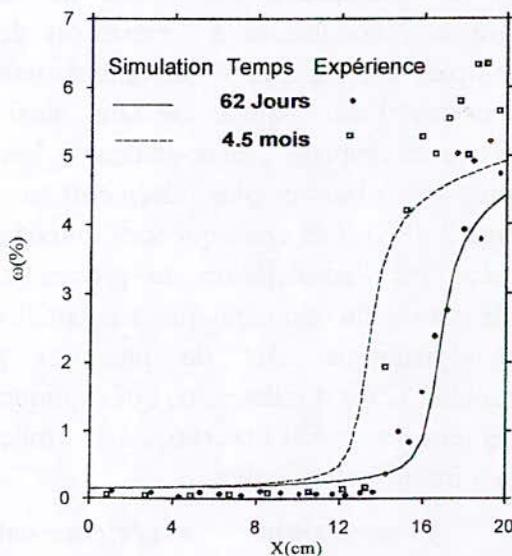


Fig. 4 : Comparaison expérience-calcul des profils hydriques $t = 62$ et 135 j

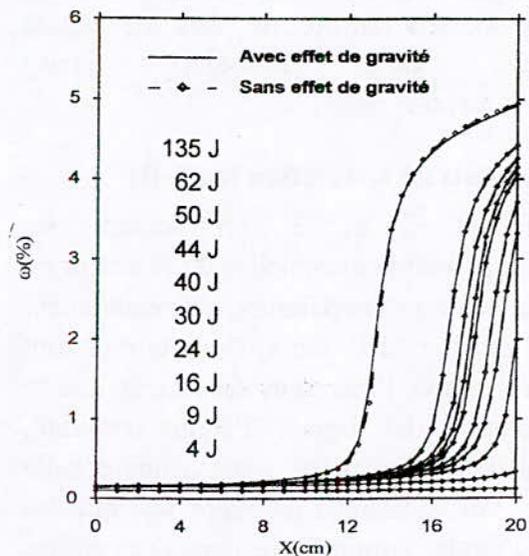


Fig. 5 : Etude de l'influence de la gravité sur les profils hydriques en fonction de t

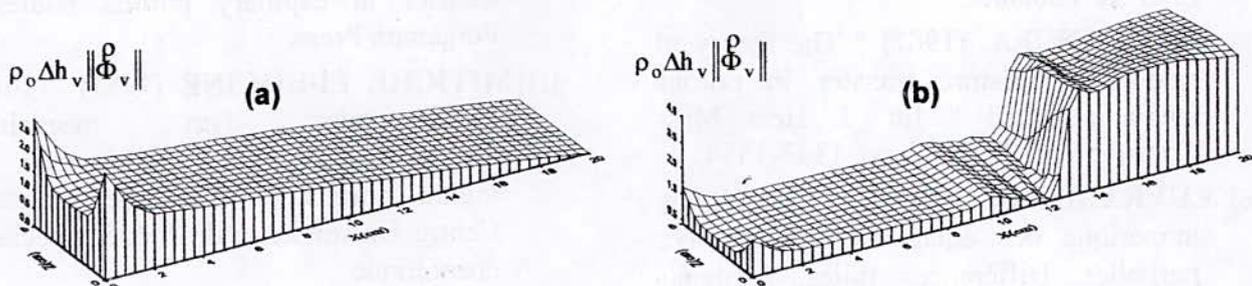


Fig. 6 : Distribution de la densité de flux de chaleur due au changement de phase (en $w m^{-2}$)
(a) $t = 4 j$, (b) $t = 135 j$

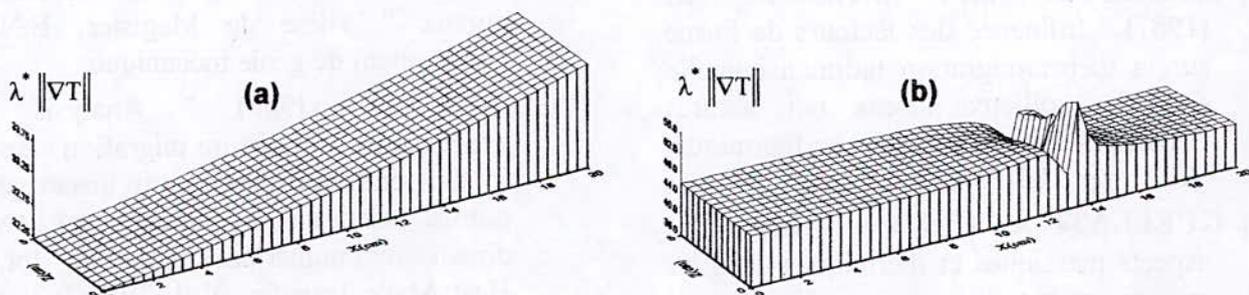


Fig. 7 : Distribution de la densité de flux de chaleur due à la conduction (en $w m^{-2}$) ; (a) $t = 4 j$, (b) $t = 135 j$

5- CONCLUSION GENERALE

Le bilan obtenu à travers cette étude est globalement positif et confirme une fiabilité satisfaisante du modèle théorique, *Philip & De*

- L'influence de la gravité est négligeable tant que la teneur en humidité est faible (à titre indicatif, au-dessous de 7 %);
- Si la distribution de l'humidité peut présenter un aspect bidimensionnel, celle de la température peut toujours être considérée

Vries (simplifié). La considération du modèle avec deux dimensions d'espace, a montré que le modèle en monodimensionnel éclipe une réalité physique bidimensionnelle, pourtant constatée par *Crausse et Larbi*. Par ailleurs, on a pu constater certaines remarques qu'on résume comme suit :

- unidimensionnelle en vue des conditions aux limites imposées ;
- Le transfert de chaleur dû au changement de phase est faible devant celui dû à la conduction.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BEAR J. (1972) "Dynamics of fluids in porous media" American Elsevier Publishing Company.
- [2] BORIES S. (1991) " Fundamentals of Drying Capillary-Porous Bodies " S. Kakaç et al. (eds.). Convective Heat and Mass transfer in porous media, pp. 391-

434. © 1991 Kluwer Academic Publishers. Printed in the Netherlands.

- [3] BORIES S. et PRAT M. (1996) " Transfert de chaleur dans les milieux poreux " © Techniques de l'Ingénieur, traité Génie énergétique, B 8 250.
- [4] CRAUSSE P. (1983) " Etude fondamentale des transferts couplés de chaleur et d'humidité en milieu poreux

- non sature " Thèse de Doctorat es-science I.N.P de Toulouse.
- [5] **DE VRIES D.A. (1987)** " The theory of heat and moisture transfer in porous media revisited " *Int. J. Heat Mass Transfer* Vol. 30, N° 7, pp. 1343-1350.
- [6] **EUVRARD D. (1990)** " Résolution numérique des équations aux dérivées partielles, Différences finies, Eléments finis, Méthode des singularités " 2nd édition Masson, Paris.
- [7] **FIRDAOUSS M. ; MABSATE M. (1987)** " Influence des facteurs de forme sur la thermomigration bidimensionnelle dans les milieux poreux non saturés " *Journées Internationales de thermique*, Vol. 1, pp. 185-188.
- [8] **GUELLATI A. (1997)** " Analyse des aspects massiques et thermiques dans les milieux poreux en régime diffusionnel pure " Thèse de Magister, E.N.P. département de génie mécanique.
- [9] **LARBI S. (1990)** " Quelques aspects de la physique des transferts en milieu poreux lors d'un processus d'humidification par condensation " Thèse de Doctorat, INP de Toulouse.
- [10] **LUIKOV A.V (1966)** " Heat and mass transfer in capillary porous bodies " Pergamon Press.
- [11] **MITICHE EI-HOCINE (1997)** " Etude fondamentale d'un mécanisme d'humidification par condensation en milieu poreux " Thèse de Magister, Centre Universitaire de Médéa spécialité énergétique.
- [12] **OUKACHA M. (1999)** " Sur les mécanismes d'échanges thermiques et massiques dans les milieux capillaro-poreux " Thèse de Magister, E.N.P, département de génie mécanique.
- [13] **PRAT M. (1986)** " Analysis of experiments of moisture migration caused by temperature differences in unsaturated porous medium by means of two-dimensional numerical simulation " *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 29, N° 7, pp. 1033-1039.
- [14] **RECAN M. (1982)** " Simulation numérique du comportement thermique d'un sol nu. Application à l'étude de l'évaporation par télédétection " Thèse de Docteur-Ingénieur. Institut National Polytechnique de Toulouse.

**ANALYSE DE LA LUBRIFICATION
THERMOHYDRODYNAMIQUE
DES SYSTEMES TOURNANTS**
Application aux paliers lisses

H. BELHANECHÉ, S. LARBI, S. BOUBENDIR
Département de Génie Mécanique, Ecole Nationale Polytechnique
BP 182, El-Harrach, Alger

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحليل التأثيرات الحرارية وتأثيرات الحركات الغير المنتظمة في حالة حامل أملس، وهذا لتحديد الحدود الممكنة لاستعمال نظرية إهمال التأثيرات الحرارية والحركات الغير منتظمة. في الشطر الأول لهذا العمل، حاولنا دراسة التأثيرات الحرارية في حامل أملس منتهي الأبعاد ودرسنا خصوصيات هذا الحامل آخذين بعين الإعتبار كل الشروط الحدية الممكنة. وفي الشطر الثاني قمنا بدراسة سلوك هذا الحامل في حالة الحركة غير المنتظمة، كل النتائج المحصل عليها قرنت بالنتائج المحصل عليها لباحثين آخرين وبالنتائج التطبيقية وأعطت توفيقا ملحوظا. كلمات مفتاحية: محمل أملس، حركة منتظمة لسائل، الحركة الغير منتظمة.

Abstract

The objective of this work is to analyze the thermal effects and the effects of turbulence on the behavior of the journal bearings, in order to define the operational limits of the isothermal and laminar theory. In the first part, we studied the behavior thermohydrodynamic of the journal bearings by taking into account different boundary conditions. In the second part, we studied the behavior of journal bearings with turbulent regime and different empirical models were used. The results were compared to those obtained experimentally and those obtained by other researchers. A good agreement was noted.

Key words: Journal bearings, regime laminar, regime turbulent

Résumé

Le travail présenté dans cet article vise à analyser les effets thermiques et les effets de la turbulence sur le comportement des paliers afin de définir les limites d'utilisation de la théorie isotherme et laminaire. Dans la première partie, le comportement thermohydrodynamique (THD) des paliers a été étudié en tenant compte des différentes conditions aux limites. Dans la seconde partie, le comportement des paliers lisses en régime turbulent a été étudié et différents modèles empiriques ont été présentés. Les résultats obtenus numériquement ont été comparés avec ceux obtenus expérimentalement. Ils ont également été comparés à ceux obtenus par d'autres chercheurs. Un bon accord est observé entre les différents résultats.

Mots clés : paliers lisses, écoulement laminaire, écoulement turbulent.

I- INTRODUCTION

Les paliers hydrodynamiques ont une place importante dans l'éventail des réalisations technologiques, en particulier, dans la conception des machines tournantes dont l'utilisation est très variée (stations de production d'énergie, stations de pompes, machines à outils, automobiles,...). Ces paliers sont fréquemment utilisés pour le guidage ou le support des lignes d'arbres et sont caractérisés par l'existence d'une portance, qui est une conséquence de la vitesse et de la forme des surfaces en regard.

La théorie de la lubrification remonte aux travaux de Reynolds qui, dès 1886 [1] proposait un modèle mathématique capable de prédire les caractéristiques d'un palier lisse fonctionnant en régime isotherme, laminaire et lubrifié par un fluide newtonien. Depuis, l'évolution des machines tournantes qui impose des vitesses de rotation de plus en plus élevées et l'utilisation de fluides ayant une faible viscosité cinématique et des propriétés non newtoniennes ont nécessité l'extension de cette théorie. Les propriétés du lubrifiant, la cinématique et la géométrie du contact peuvent faire apparaître des particularités dans l'écoulement telles que la turbulence ou un échauffement important. Il est alors indispensable de prendre en compte ces phénomènes afin de pouvoir prédire d'une manière significative les performances du mécanisme.

Dans ces conditions de fonctionnement sévères, l'énergie dissipée par cisaillement dans le film lubrifiant est importante, ce qui élève sa température. Comme la viscosité du lubrifiant décroît très rapidement lorsque la température augmente, l'échauffement entraîne une diminution importante de la portance du mécanisme. Par ailleurs, les caractéristiques mécaniques des matériaux qui constituent les revêtements internes des coussinets diminuent lorsque la température croît. Ainsi, le risque d'avaries est accru. Ces deux effets montrent qu'il est très important de tenir compte des effets thermiques lors de la conception de paliers des machines tournantes[2-9].

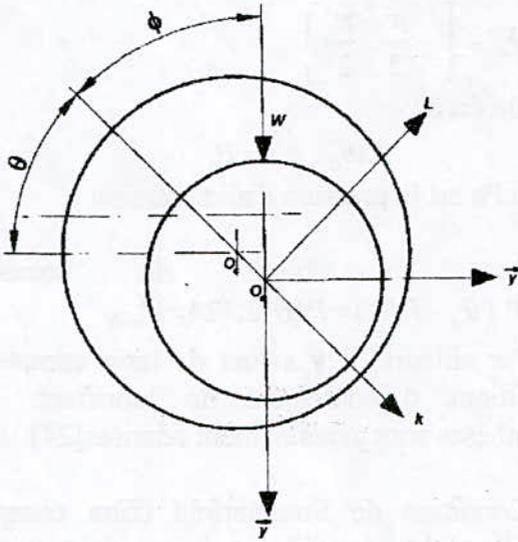
La présence des forces d'inertie dans le film ne permet plus en toute rigueur d'utiliser l'équation de Reynolds pour le calcul des paliers. En effets, lorsque les forces d'inerties atteignent une certaine valeur, elles modifient la structure de l'écoulement qui devient graduellement turbulent. C'est le cas des paliers lisses des grandes turbomachines modernes dont le diamètre peut dépasser un mètre. La modélisation du comportement des paliers en régime turbulent nécessite l'introduction de constantes de type expérimental. Nous pouvons citer les études de Constantinescu et de Gateleuse[10], de Constantinescu[11], Ng et Pan[12], Erlod et Ng[13] qui ont proposé différentes relations empiriques. Dans son étude sur la stabilité de l'écoulement, Taylor[14] a montré que l'écoulement devient instable au delà d'une certaine vitesse. L'instabilité engendre un nouvel écoulement stable constitué d'une superposition de cellules toroïdales appelées depuis : Tourbillons de Taylor. Pour cerner les limites de chaque régime d'écoulement, plusieurs travaux expérimentaux et théoriques[15-22] ont été effectués afin de se rapprocher d'une manière significative de la réalité.

Grâce aux travaux des chercheurs[23-33], les outils mathématiques nécessaires à la détermination des différents champs (pression, température) ont été établis. Leur calcul nécessite la résolution d'équations aux dérivées partielles non linéaires qui n'admettent pas de solutions analytiques. Il est nécessaire d'utiliser des méthodes numériques qui donnent des solutions approchées aux problèmes posés.

Dans le présent travail, nous avons analysé le comportement des paliers fluides suivant les régimes d'écoulement. Dans la première partie nous déterminons les paramètres prédominants essentiellement thermique en lubrification thermohydrodynamique fonctionnant en régime laminaire. Dans la seconde partie, nous analysons le comportement statique des paliers fluides en régime non laminaire isotherme où différents modèles théoriques ont été présentés.

II- MODELISATION MATHEMATIQUE
II - 1- DESCRIPTION DU MODELE PHYSIQUE :

Un palier lisse (figure 1) est constitué d'un coussinet de centre O_c et de Rayon R_c , et d'un arbre de centre O_a et de rayon R_a . Sous l'action de charge, les centres O_c et O_a ne coïncident pas. La distance $O_c O_a$ est appelé l'excentricité absolue e .



Figure(1): Schéma simplifié d'un palier lisse

L'angle que fait la ligne des centres $O_a O_c$ avec la direction de la charge est l'angle de calage ϕ . Si les axes du coussinet et de l'arbre sont parallèles (palier aligné) et si l'on néglige les déformations élastiques des surfaces sous l'effet de la température et de la pression, ces deux paramètres sont suffisants pour repérer le positionnement de l'arbre à l'intérieur du coussinet. Les rayons R_c et R_a étant très voisins ($R_c/(R_c-R_a) \approx 0,001$), on peut négliger la courbure du film, développer le coussinet et l'assimiler à un plan (fig. 2).

Compte tenu de ces hypothèses, l'épaisseur du film a pour expression :

$$h = C (1 + \varepsilon \cos \theta) \quad (1)$$

Soit sous forme adimensionnelle :

$$\bar{h} = \frac{h}{C} = 1 + \varepsilon \cos \theta \quad (2)$$

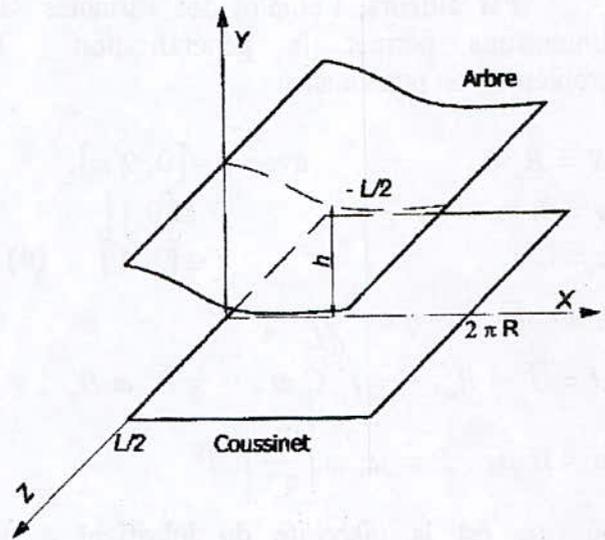
où

$C = R_c - R_a$: le jeu radial imposé par l'usinage

$\varepsilon = e/c$: Excentricité relative

$\theta = x/R_a$: coordonnée angulaire

Dans le repère associé à la figure, dont le plan « XOZ » est confondu avec la surface développée du coussinet et en considérant qu'il n'y a pas de glissement entre le fluide et les parois, les conditions aux limites sur les vitesses sont :



Figure(2): Palier développé

$$y=0, U_1 = V_1 = W_1 = 0$$

$$y=h, U_2 = U = \omega R_a; V_2 = \omega \frac{dh}{d\theta}; W_2 = 0$$

II - 2 - ETUDE STATIQUE DES PALIERS EN REGIME LAMINAIRE

II - 2 - 1 - Equation de Reynolds généralisée appliquée aux paliers lisses :

Pour les conditions de géométrie et de vitesse définies précédemment et dans le cas d'un régime stationnaire établi, l'équation de Reynolds généralisée qui tient compte de la variation de température s'écrit [23]:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[G \frac{\partial p}{\partial x} \right] + \frac{\partial}{\partial z} \left[G \frac{\partial p}{\partial z} \right] = U \frac{\partial}{\partial x} \left[h - \frac{I_2}{J_2} \right] \quad (3)$$

$$\begin{aligned} \text{où } I_2 &= \int_0^h \frac{y}{\mu} dy, & J_2 &= \int_0^h \frac{dy}{\mu}, \\ F &= \frac{1}{J_2} \int_0^h \frac{R}{\mu} dy \\ G &= \int_0^h \frac{R y}{\mu} dy - I_2 F, \\ R &= \int_0^y \rho(x, \xi, z, t) d\xi, \end{aligned}$$

Par ailleurs, l'emploi des variables sans dimensions permet la généralisation du problème ; on posera ainsi :

$$\begin{aligned} X &= R_a \theta & \text{avec } \theta &\in [0, 2\pi] \\ y &= h \bar{y} & \bar{y} &\in [0, 1] \\ z &= L \bar{z} & \bar{z} &\in [0, 1] \end{aligned} \quad (4)$$

$$\begin{aligned} h &= C \bar{h}, & \eta &= \frac{R_a}{L}, \\ U &= \bar{U} \omega R_a, & V &= \bar{V} C \omega, & W &= \bar{W} \omega R_a, \end{aligned}$$

$$\mu = \bar{\mu} \mu_0, \quad P = \mu_0 \omega \left[\frac{R_a}{C} \right]^2 \bar{P}$$

où : μ_0 est la viscosité du lubrifiant à une température T_0 prise comme référence.

Dans ces condition l'équation (3) devient :

$$\frac{\partial}{\partial \theta} \left[\bar{h}^3 \bar{G} \frac{\partial \bar{P}}{\partial \theta} \right] + \eta^2 \frac{\partial}{\partial \bar{z}} \left[\bar{h}^3 \bar{G} \frac{\partial \bar{P}}{\partial \bar{z}} \right] = \frac{\partial}{\partial \theta} \left[\bar{h} \left(1 - \frac{\bar{I}_2}{J_2} \right) \right] \quad (5)$$

$$\text{avec : } \bar{G} = \int_{\bar{y}}^1 \frac{d\bar{y}}{\bar{\mu}} \left[\bar{y} - \frac{\bar{I}_2}{J_2} \right] d\bar{y},$$

$$\bar{I}_2 = \int_0^1 \frac{\bar{y}}{\bar{\mu}} d\bar{y}, \quad \bar{J}_2 = \int_0^1 \frac{d\bar{y}}{\bar{\mu}} \quad (6)$$

Cette équation est une équation aux dérivées partielles du second ordre de type elliptique dont l'inconnue principale est la pression.

II - 2 - 2 - Conditions aux limites :

Dans le cas d'un fluide isovolume, les conditions aux limites portent sur la pression d'alimentation et ceux des extrémités du palier. Elles s'expriment comme suit:

- Dans la rainure d'alimentation parallèle à l'axe du palier et qui est généralement située à l'intérieur d'un domaine angulaire défini par $\theta_a \in \left[-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2} \right]$.

On écrira:

$$P(\theta_a, z) = P_a$$

Avec P_a est la pression d'alimentation

- Sur les bords du coussinet : $P(\theta, -L/2) = P(\theta, L/2) = P_{amb}$

Par ailleurs, il y a lieu de tenir compte des conditions d'écoulement du lubrifiant. Trois hypothèses sont généralement admises[24] :

- Condition de Sommerfeld (film complet) : Elle suppose qu'il n'y a pas de rupture du film, c'est à dire que la pression reste toujours supérieure à la pression de vapeur saturante. Cette hypothèse est vérifiée par exemple pour des paliers immergés dans le film pressurisé. Le champ de pression obtenu après résolution est conservé sans modification.
- Conditions de Gumbel : Celle ci suppose qu'il y a rupture du film, c'est à dire que la pression peut s'annuler. La résolution numérique du champ de pression est effectuée comme pour la condition de Sommerfeld puis la partie du champ de pression qui est inférieure à zéro (pression de vapeur saturante prise comme référence) est tout simplement négligée.
- Condition de Swift-Stieber : Aussi connues sous le nom de conditions de Reynolds. Elles sont plus proches de la réalité et énoncent qu'à la frontière de rupture du film lubrifiant, la pression ainsi que sa dérivée s'annulent. Elles s'écrivent :

$$P_a(\theta_s, z) = 0, \quad \frac{\partial P}{\partial \theta}(\theta_s, z) = 0$$

II-2-3-Champ de vitesse :

Avec l'hypothèse de non glissement entre le fluide et les parois du contact, le champ des vitesses dans le film s'écrit [23]:

$$\begin{cases} \bar{U} = \bar{h}^2 \frac{\partial \bar{P}}{\partial \theta} \left[\bar{I} - \frac{\bar{I}_2}{\bar{J}_2} \bar{J} \right] + \frac{\bar{J}}{\bar{J}_2} \\ \bar{V} = -\bar{h} \int_0^{\bar{y}} \left[\frac{\partial \bar{U}}{\partial \theta} - \frac{\bar{y}}{\bar{h}} \frac{d\bar{h}}{d\theta} \frac{\partial \bar{U}}{\partial \bar{y}} + \eta \frac{\partial \bar{W}}{\partial \bar{z}} \right] d\xi \\ \bar{W} = \eta \bar{h}^2 \frac{\partial \bar{P}}{\partial \bar{z}} \left[\bar{I} - \frac{\bar{I}_2}{\bar{J}_2} \bar{J} \right] \end{cases} \quad (7)$$

II - 3 - ASPECTS THERMIQUES

II - 3 - 1 - Equation de l'énergie dans le film :

L'équation de l'énergie dans le film appliquée aux paliers est[23] :

$$\rho C_p \left[u \frac{\partial T}{\partial x} + v \frac{\partial T}{\partial y} + w \frac{\partial T}{\partial z} \right] = K \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \mu \left[\left(\frac{\partial u}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \right] \quad (9)$$

cette équation est obtenue grâce aux hypothèses suivantes :

- Le régime d'écoulement est laminaire
- La variation de masse volumique avec la température est négligeable, ainsi le coefficient de compressibilité β est nul.
- Le coefficient K de conduction est constant.

Compte tenu de(4), l'équation(9) s'écrit en fonction des coordonnées adimensionnées:

$$P_e \left[\bar{u} \frac{\partial \bar{T}}{\partial \theta^*} + \frac{\bar{v}}{\bar{h}} \frac{\partial \bar{T}}{\partial \bar{y}} + \eta \bar{w} \frac{\partial \bar{T}}{\partial \bar{z}} \right] = \frac{1}{\bar{h}^2} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{y}^2} + N_d \frac{\bar{\mu}}{\bar{h}^2} \left[\left(\frac{\partial \bar{u}}{\partial \bar{y}} \right)^2 + \left(\frac{\partial \bar{w}}{\partial \bar{y}} \right)^2 \right] \quad (10)$$

avec: $\bar{T} = \frac{T}{T_0}$ T_0 : température de référence;

$P_e = \frac{\rho C_p \omega C^2}{K}$: est le nombre de Peclet

$N_d = \frac{\mu_0 \omega^2 R^2}{K T_0}$: représente le nombre de dissipation;

$$\frac{\partial}{\partial \theta^*} = \frac{\partial}{\partial \theta} - \frac{\bar{y}}{\bar{h}} \frac{d\bar{h}}{d\theta} \frac{\partial}{\partial \bar{y}} : \text{Opérateur différentiel}$$

Le nombre de dissipation peut encore s'exprimer en fonction du nombre d'Eckert Ec , du nombre de Reynolds modifié R^* et du nombre du Peclet par la relation :

$$N_d = \frac{P_e N_e}{R^*}, \quad N_e = \frac{R \omega}{C_p T_0}, \quad R^* = \frac{\rho_0 \omega C^2}{\mu_0}$$

II - 3 - 2 - Equation de la chaleur dans le coussinet :

Au sein du coussinet, les phénomènes thermiques sont régis par l'équation de l'énergie dans laquelle, il faut annuler le champ des vitesses. Ce qui donne alors :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = K \Delta T \quad (11)$$

Cette équation est l'équation de la chaleur. Compte tenu de la forme cylindrique du coussinet, il est recommandé d'écrire cette équation en coordonnées cylindriques, soit :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = K \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \quad (12)$$

En régime permanent $\partial T / \partial t = 0$ et si on pose :

$$r = \bar{r} R_c, \quad z = \bar{z} L, \quad T = \bar{T} T_0$$

L'équation de la chaleur s'écrit en fonction des coordonnées sans dimension :

$$\frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{r}^2} + \frac{1}{\bar{r}} \frac{\partial \bar{T}}{\partial \bar{r}} + \frac{1}{\bar{r}^2} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \theta^2} + \alpha^2 \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{z}^2} = 0 \quad (13)$$

Avec: $\alpha = R_c / L$ un nombre caractérisant la géométrie du palier.

II - 3 - 3 - Equation de la chaleur dans l'arbre :

Au sein de l'arbre, les transferts thermiques sont aussi régis par l'équation de l'énergie en régime permanent.

En accord avec les résultats expérimentaux de DOWSON[7], on peut admettre que la température de l'arbre en rotation

rapide est indépendante de la coordonnée angulaire θ et dans ces conditions, l'équation de la chaleur s'écrit :

$$\frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{r}^2} + \frac{1}{\bar{r}} \frac{\partial \bar{T}}{\partial \bar{r}} + \eta^2 \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{z}^2} = 0 \quad (14)$$

II - 3 - 4 - Les conditions aux limites sur les températures :

Les équation de l'énergie et de la chaleur sont des équations aux dérivées partielles du second ordre dont l'inconnue est la température. Pour résoudre ces équations, il est nécessaire de définir les conditions aux limites sur la température approchant aux mieux la réalité physique[23].

II - 3 - 4 - 1 - Conditions aux limites sur la surface externe du coussinet :

Sur les surfaces externes du coussinet, on peut citer deux types de conditions aux limites qui peuvent être employées :

- La température de la surface est fixée T_f :

$$T|_{r=R_2} = T_f \quad (15)$$

$$T|_{z=-l/2} = T|_{z=l/2} = T_f \quad (16)$$

C'est un cas idéal qui suppose que cette surface est maintenue à cette température T_f par un écoulement extérieur au palier.

- Le flux de chaleur est du type convectif et radiatif

On regroupe alors ces deux phénomènes dans le coefficient global d'échange h_c et l'on peut écrire par exemple :

$$K_c \frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{r=R_e} = - h_c [T|_{r=R_e} - T_b] \quad (17)$$

K_c : Le coefficient de conduction du coussinet;

h_c : Le coefficient global d'échange que l'on considère comme constant;

R_c : Rayon interne du coussinet;

T_b : Température ambiante;

T : Température à la paroi.

De la même manière, on procède pour la surface externe du palier.

II - 3 - 4 - 2 - Conditions aux limites à l'interface entre le film et le coussinet :

L'interface entre le film et le coussinet est remplie par le film lubrifiant (totalement dans la zone active du film et en partie seulement dans la zone inactive où règne un mélange de lubrifiant de vapeur saturante et d'air).

Sur cette interface, différents types de conditions aux limites peuvent être écrites. Nous les classerons par groupes :

Le premier groupe comprend toutes les conditions aux frontières qui ne nécessitent pas la résolution de l'équation de la chaleur dans le coussinet, ce sont chronologiquement les premières qui ont été écrites. Le second groupe prend en compte les conditions qui nécessitent la résolution de l'équation de la chaleur.

- a) - la température est imposée à une valeur T_i .

$$\text{Ainsi } T|_{r=R_c} = T_i \quad (18)$$

C'est bien entendu la condition la plus simple à mettre en œuvre et c'est pourquoi elle a été employée par les premiers chercheurs qui ont étudié le problème Thermo-Hydro-Dynamique. Une telle condition peut difficilement se justifier d'un point de vue physique.

- b) - Pour ce type de conditions, on introduit la continuité du flux de chaleur. Comme l'épaisseur du film est très faible, l'écoulement est tout entier situé à l'intérieur de la couche limite thermique et on peut admettre que seule la transmission de chaleur par conduction intervient. Dans ces conditions, on peut écrire :

$$K_h \frac{\partial T}{\partial y} \Big|_{y=0} = - K_c \frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{r=R_c} \quad (19)$$

II - 3 - 4 - 3 - Les conditions aux limites à l'interface entre le film et l'arbre :

Pour cette interface, les conditions présentées précédemment de types température imposée et d'isolation de surface (adiabatique) ont été utilisées. Cependant la condition la plus réaliste est comme nous l'avons dit au paragraphe précédent, la condition de continuité du flux de chaleur transmis par conduction. Cependant ,

l'arbre étant en rotation rapide, ce flux est indépendant de la coordonnée angulaire θ , on doit donc intégrer le flux de chaleur sortant du film sur une couronne de rayon égal au rayon de l'arbre et la largeur dz , il vient ainsi :

$$K_a \frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{r=R_a} 2\pi R_a dz = -K_n dz \int_0^{2\pi} \frac{\partial T}{\partial y} \Big|_{y=h} R_a d\theta \quad (20)$$

où: K_a le coefficient de conduction de l'arbre.

II - 3 - 4 - 4 - Conditions aux limites aux deux extrémités de l'arbre :

- Aux deux extrémités de l'arbre, on peut supposer que la température est connue et égale à une température légèrement supérieure à celle du lubrifiant froid entrant dans le palier, afin de tenir compte du réchauffement du fluide rejeté sur les faces latérales du palier. On posera par exemple:

$$T|_{z=-L/2} = T|_{z=L/2} = 1,1 \text{ à } 1,2 \quad (21)$$

ce qui signifie que la température des faces latérales de l'arbre est de 10 à 20% supérieure à celle du fluide d'alimentation.

- La condition écrite ci-dessus a l'inconvénient d'être trop rigide. La température des extrémités de l'arbre est figée, quelles que soient les conditions de fonctionnement. Il vaut mieux se servir d'une condition de type convection, même si le choix de la valeur du coefficient de convection a pose quelques problèmes. On écrira alors :

$$K_a \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=0,L} = -h_a [T|_{z=0,L} - T_b] \quad (22)$$

où:

- K_a : Le coefficient de conduction de l'arbre;
- h_a : Le coefficient global d'échange que l'on considère comme constant;
- L : La longueur de l'arbre;
- T_b : Température ambiante réduite;
- T : Température à la paroi réduite;

II - 4 - CARACTERISTIQUES STATIQUES :

II - 4 - 1 - Charge et Angle de calage :

La charge et l'angle de calage sont obtenus par l'intégration du champ de pression sur la surface du palier. A l'équilibre dans le système repère (O, k, l) (Figure. 1), on a :

$$W_k = \int_s P \cos\theta ds = W \cos\phi \quad (23a)$$

$$W_l = \int_s P \sin\theta ds = -W \sin\phi \quad (23b)$$

Donc : $W = \sqrt{W_k^2 + W_l^2} \quad (24)$

$$\phi = \arctg\left(-\frac{W_l}{W_k}\right) \quad (25)$$

II - 4 - 2 - Débit :

Le débit du palier résulte de celui de la rainure. Le débit est obtenu en intégrant la vitesse normale à la frontière le long de la section de sortie. Ce débit trouve son importance du fait que sa valeur est la même que celle du débit alimentant le palier.

Vu la symétrie du mécanisme, les débits volumiques q_1 et q_2 sortant des deux surfaces du palier sont égaux. Ainsi, on ne détermine que le débit q_2 sortant de la face correspondant à l'abscisse $x = L$. En intégrant la composante W de la vitesse du fluide suivant la surface $x = L$, on obtient :

$$q_2 = \int_0^{2\pi} \int_0^h W|_{z=L/2} dy dx \quad (26)$$

Le débit axial total q vaut le double de q_2 :

$$q = 2 q_2 \quad (27)$$

II - 4 - 3 - Le couple de frottement :

On a : $\tau_{xy} = \left[y - \frac{I_2}{J_2} \right] \frac{\partial P}{\partial x} - \frac{U}{J_2} \quad (28)$

Donc, le couple sera:

$$C_a = \int_{ra} R \tau_{xy} (y=h) ds \quad (29)$$

II-5- LES PALIERS D'ESSAI

Le palier d'essai utilisé a été réalisé par FRENE et FERRON [8,9]. Il est constitué de deux bagues, l'une représentant l'arbre et l'autre le coussinet. Ce système permet de modifier facilement le diamètre du palier, son jeu radial et le rapport L/ D de la longueur au diamètre.

Le palier est alimenté en lubrifiant par l'intermédiaire de trois orifices qui débouchent dans une rainure axiale dont l'amplitude circonférentielle est de 18° et la longueur de 70mm, les autre données expérimentales sont les suivantes:

Longueur du palier	L = 80 mm
Rayon de l'arbre	Ra = 50 mm
Rayon extérieur de coussinet	Rc = 100 mm
Jeu radial	C = 145 μm
La température ambiante	T _a = 45 °C
La température d'alimentation	T _{al} = 40 °C
Pression d'alimentation	Pa = 70 10 ³ Pa
Masse volumique	ρ = 860 Kg / m ³
Chaleur spécifique	C _p = 2000 J / Kg m ³
Le coefficient de conduction de coussinet	K _c = 45 W / m °C
Le coefficient de conduction de l'arbre	K _a = 45 W / m °C
Le coefficient de conduction du film	K _f = 0.13 W / m °C
Le coefficient d'échange de coussinet	h _c = 80 W / m ² °C
Le coefficient d'échange de l'arbre	h _a = 100 W / m ² °C

Pour tous les essais, le palier a été alimenté en lubrifiant (huile) dont la variation de viscosité avec la température est définie par la loi suivante [23]:

$$\mu(T) = \frac{D}{AT^3 + BT^2 + CT + D}$$

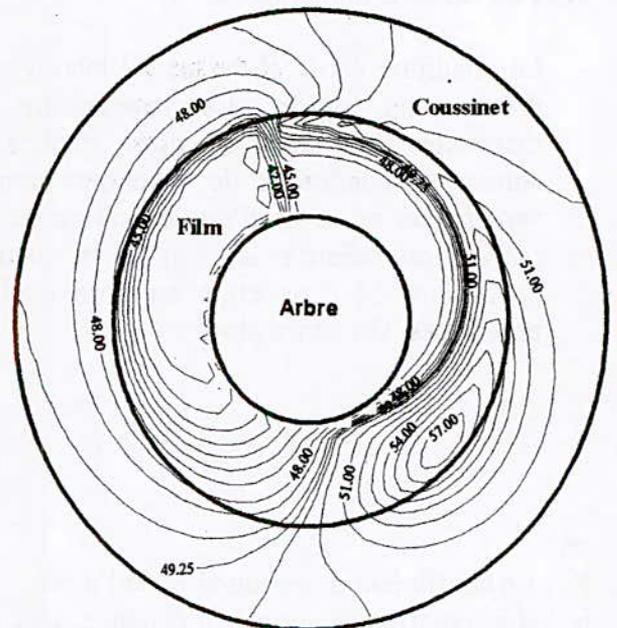
A, B, C et D sont des constantes qui dépendent du type d'huile utilisé. Dans notre cas[24] :

$$\begin{aligned} A &= - 1.13 \cdot 10^{-5}, \\ B &= 1.6 \cdot 10^{-3}, \\ C &= - 6.84 \cdot 10^{-2}, \\ D &= 3.485 \cdot 10^{-3}, \\ \mu_0 &= 0.032 \text{ Pl (à } 40^\circ\text{C)} \end{aligned}$$

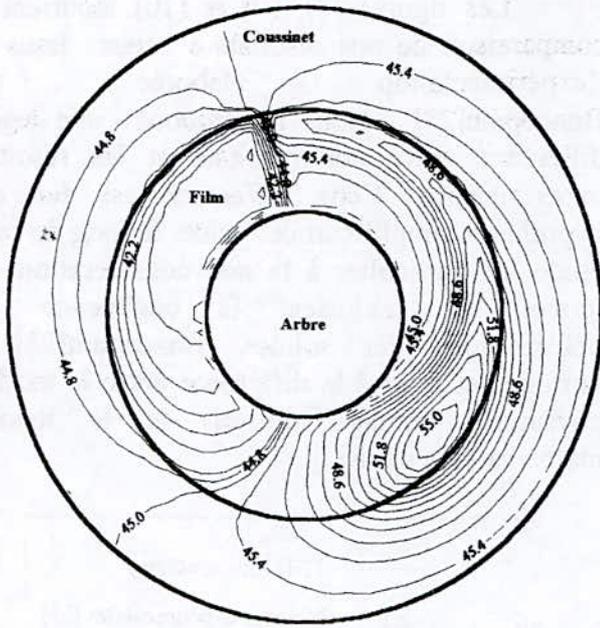
II - 6 - PRESENTATION DES RESULTATS ET DISCUSSIONS

II - 6 - 1 - Effets thermiques sur le comportement des paliers :

Nous présentons sur la figure(3) les cartes des isothermes dans le plan de symétrie du palier, avec deux types de conditions aux limites sur la surface externe du coussinet (température imposée, condition de convection), obtenus pour une excentricité relative de 0,8 et une vitesse de rotation de 2000 tr/mn. On constate que le point de température maximale se situe au sein du film en aval de la zone d'épaisseur minimale du film et il est proche de la surface du coussinet. D'autre part, le point du température maximale du coussinet se situe à quelques degrés en amont du précédent et ce maximum est légèrement plus faible.



Figure(3-a)- Carte des isothermes dans le plan médian du palier avec le condition de convection hc=80 W/m² °C

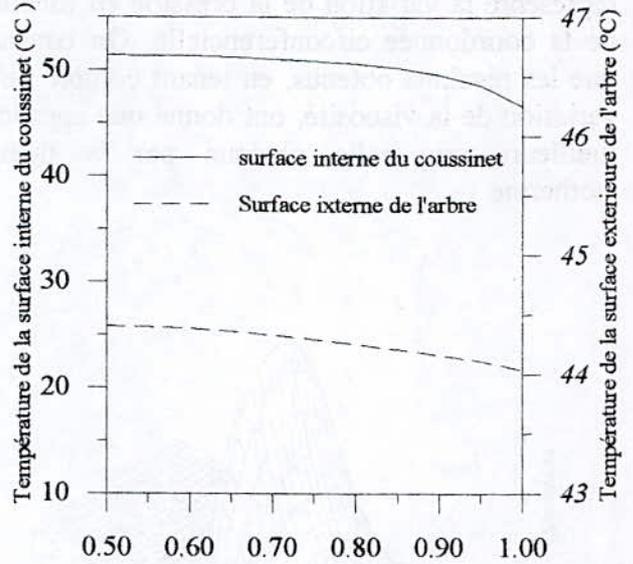


Figure(3-b)- Carte des isothermes avec la condition de la température extérieure imposée $T=45^{\circ}\text{C}$

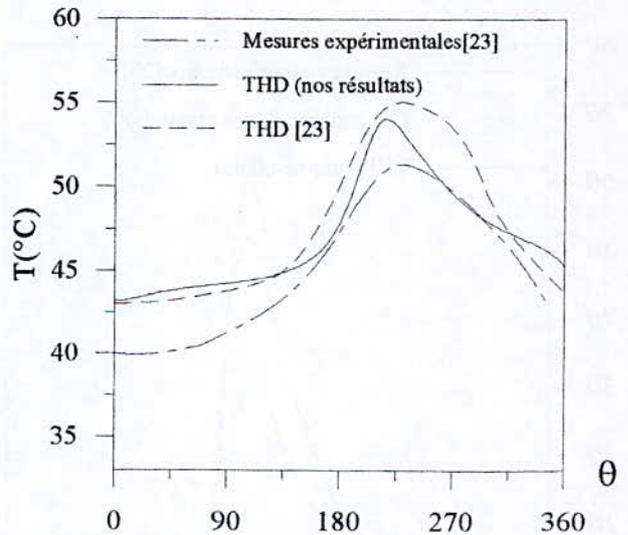
On constate que la température maximale est plus élevée dans le cas où l'on prend en compte le transfert de chaleur avec l'environnement extérieur (condition aux convections). Ce fait traduit la difficulté d'évacuer de la chaleur lorsque le coussinet est dans l'air en convection naturelle.

La figure (4) montre la variation de la température de la surface extérieure de l'arbre et la surface interne du coussinet en fonction de la coordonnée axiale. On peut noter la faible variation de la température suivant cette direction, ce qui exprime que la majorité de la chaleur est évacuée radialement.

La figure (5) représente la variation de la température de la surface interne du coussinet dans le plan de symétrie du palier. Nous constatons une différence assez sensible entre nos résultats et ceux obtenus par l'expérimentation [23], cette différence est due principalement aux hypothèses posées dans cette étude, en particulier la négligence des déformations thermiques des solides.

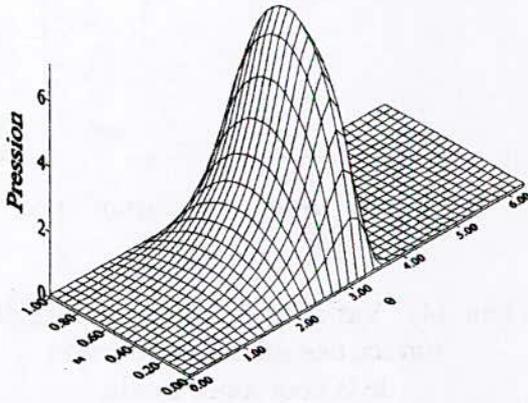


Figure(4): Variation de la température de la surface des solides en fonction de la coordonnée axiale.



Figure(5): Variation de la température de la surface interne du coussinet dans le plan médian en fonction de la coordonnée circonférentielle.

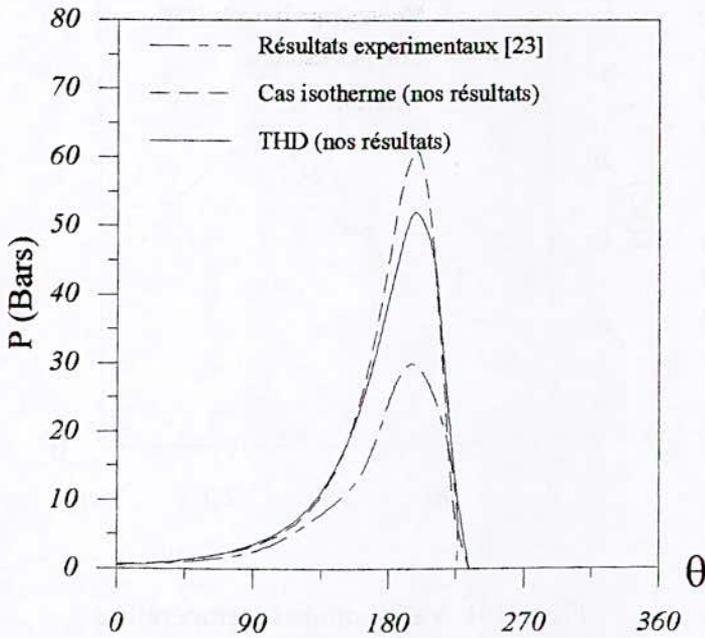
La variation de la pression dans le film est représentée sur la figure(6). La figure(7) représente la variation de la pression en fonction de la coordonnée circonférentielle. On constate que les résultats obtenus, en tenant compte de la variation de la viscosité, ont donné une approche meilleure que celle obtenue par la théorie isotherme.



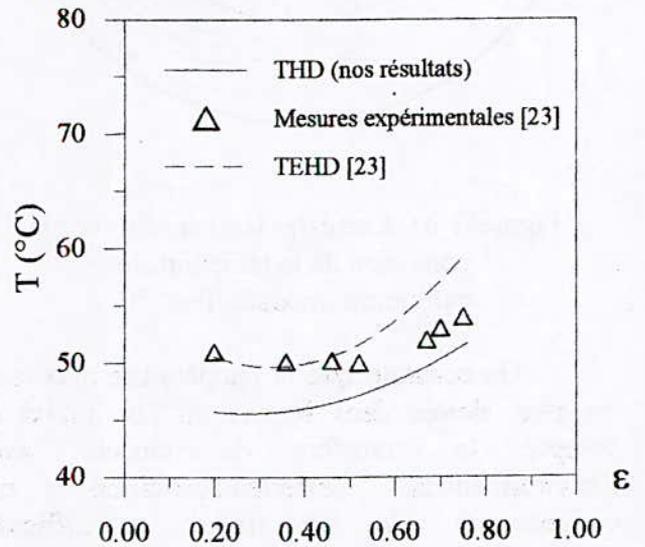
Figure(6): Variation de la pression dans le film

II - 6 - 2 - Comparaison des résultats

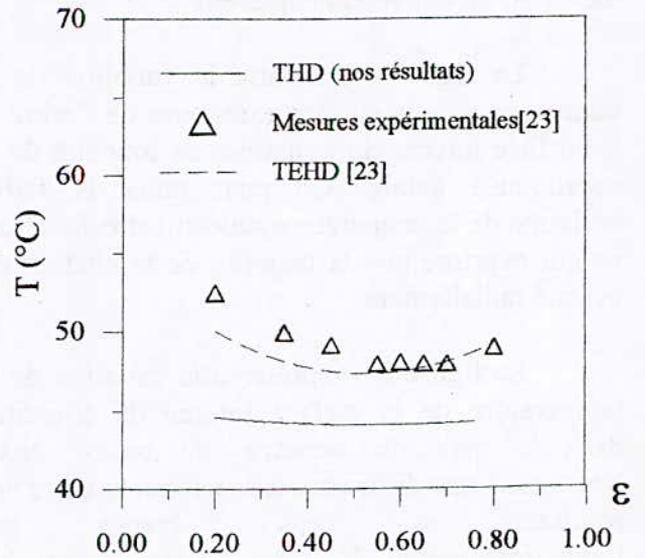
Les figures (8), (9) et (10) montrent la comparaison de nos résultats à ceux issus de l'expérimentation élaborée par Boncopain[23]. Nous remarquons une légère différence entre nos résultats et les résultats expérimentaux. Cette différence est due aux hypothèses simplificatrices prises le long de cette étude, en particulier à la non considération des termes qui traduisent la négligence des déformations des solides. Boncopain[23], a attribué cet écart à la différence entre le modèle physique (montage d'essai) et le modèle mathématique choisi.



Figure(7): Variation de la pression en fonction de la coordonnée circonférentielle

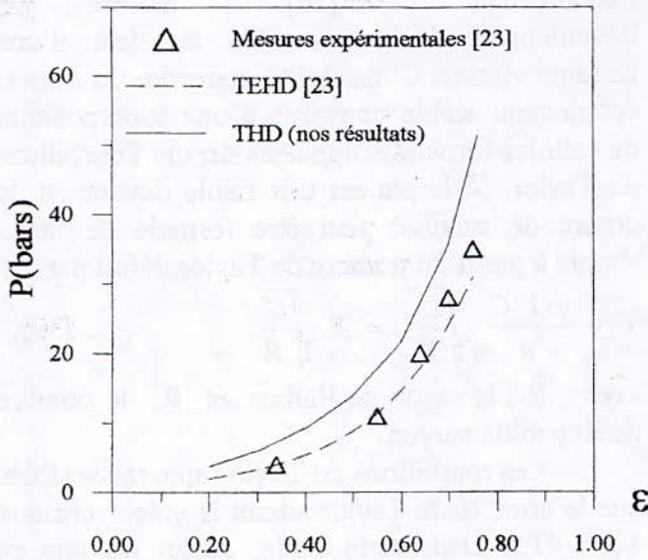


a)- Surface interne de coussinet

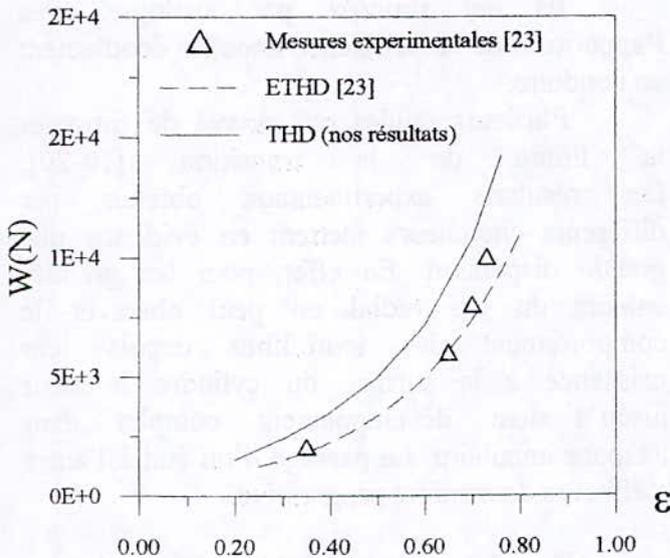


b)- Surface interne de l'arbre

Figure(8): La température maximale en fonction de l'excentricité relative.
Comparaison théorie - Expérimentation



Figure(9) : La pression maximale dans le film en fonction de l'excentricité relative
Comparaison des résultats



Figure(10): La charge en fonction de l'excentricité relative
Comparaison des résultats

III- L'équation de Reynolds en régime non - laminaire

III - 1 - L'écoulement turbulent :

La turbulence est un phénomène aléatoire où toutes les grandeurs physiques qui caractérisent l'écoulement présentent des fluctuations qui, si l'écoulement est stationnaire, se situent autour d'une valeur moyenne.

La modélisation de l'équation de Reynolds en régime turbulent est basée sur les hypothèses de la lubrification et sur un modèle algébrique qui désigne la turbulence[20]. Lorsqu'on intègre l'équation de continuité suivant l'épaisseur du film, et en tenant compte des conditions aux limites suivant la vitesse, on obtient :

$$\frac{\partial}{\partial x}(h u_m) + \frac{\partial}{\partial z}(h w_m) - U_m \frac{\partial h}{\partial x} = 0 \quad (30)$$

Suivant la démarche de Constantinescu [11] et Erlod[13], les solutions des équations de quantité de mouvement moyennant diverses hypothèses sont :

$$u_m = - \frac{h^2}{\mu} G_x \frac{\partial P}{\partial x} + U_1 \quad (31a)$$

$$u_m = - \frac{h^2}{\mu} G_z \frac{\partial P}{\partial z} \quad (31b)$$

par conséquent :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{h^3}{\mu} G_x \frac{\partial P}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{h^3}{\mu} G_z \frac{\partial P}{\partial z} \right) = - \frac{U_1}{2} \frac{\partial h}{\partial x} \quad (32)$$

Selon Erlod ou Constantinescu G_x et G_z s'expriment en fonction de paramètres différents.

a) - Analyse de Erlod [13]

En partant de l'hypothèse de longueur de mélange de prandtl, Erlod utilise pour déterminer la viscosité tourbillonnaire, la relation empirique de Richardt :

$$\frac{\nu_T}{\nu} = k (y^+ - \delta \operatorname{th}(y^+ / \delta)) \quad (33)$$

et finalement, il obtient :

$$G_x = J(1) \frac{\bar{I}}{I(1)} - \bar{J} + \frac{1}{2} \frac{\bar{I} h U_1}{I(1) \nu} - \frac{h^3}{\mu \nu} \frac{\partial p}{\partial x} \quad (34)$$

$$G_z = J(1) \frac{\bar{I}}{I(1)} - \bar{J} \quad (35)$$

où : $I(\eta) = \int_0^\eta \frac{d\xi}{1+\nu_T/\nu}$

et $J(\eta) = \int_0^\eta \frac{\xi d\xi}{1+\nu_T/\nu}$ (36)

\bar{I} et \bar{J} sont des moyennes de $I(\eta)$ et $J(\eta)$ respectivement variant de 0 à 1.

b) - Analyse de Constantinescu [11]

Partant des mêmes hypothèses, en considérant séparément les écoulements suivant x et z, Constantinescu[11] compte tenu de la sous couche laminaire, démontre que les vitesses sont des fonctions quasi linéaires du gradient de pression. Il propose alors pour les coefficients G_x et G_z les relations empiriques suivantes:

$$G_\theta^t = G_z^t = \frac{81.6}{R_p^{0.681}} \quad \text{ou} \quad R_p = \frac{\rho V_m h}{\mu} \quad (37)$$

$V_m = \sqrt{u_m^2 + w_m^2}$: vitesse moyenne du fluide

Pour un écoulement de Poiseuille dû au gradient de pression[10] :

Et:

$$\begin{cases} G_\theta = \frac{1}{12 + 0.0136 R_c^{0.9}} \\ G_z = \frac{1}{12 + 0.0043 R_c^{0.96}} \end{cases} \quad \text{ou} \quad R_c = \frac{\rho U_1 h}{\mu} \quad (38)$$

Pour un écoulement de couette dû à la vitesse de rotation [11] :

- Pour le cas laminaire $G_z = G_\theta = 1/12$

Lors de la résolution de l'équation, on va être amené à calculer en chaque point les nombres de Reynolds locaux de Couette (R_c) et de Poiseuille (R_p). Le nombre le plus élevé détermine le type de l'écoulement en ce point et le choix de la formulation G_z et de G_θ .

III - 2- ETUDE DE LA TRANSITION :

Depuis son étude sur la stabilité de l'écoulement Taylor[14] a montré que l'écoulement devient instable au delà d'une certaine vitesse. L'instabilité engendre un nouvel écoulement stable constitué d'une superposition de cellules toroïdales appelées depuis Tourbillons de Taylor. Si le jeu est très faible devant un, le critère de stabilité peut être formulé de façon simple à partir du nombre de Taylor défini par :

$$T = \frac{\rho V C}{\mu} \sqrt{\frac{C}{R}} = R_e \sqrt{\frac{C}{R}} \quad (39)$$

avec : R : le rayon de l'arbre et R_e le nombre de Reynolds moyen.

Les tourbillons de Taylor apparaissent dès que le nombre de Taylor atteint la valeur critique $T_c = 41,2$. Dans cette étude, Taylor n'a pris en considération que l'écoulement de Couette et les paliers coaxiaux. Donc sa formulation, n'est valable que pour les paliers non chargés ou faiblement chargés, c'est à dire à une excentricité relative faible.

Pan et Vohr [22] ont présenté un schéma qui caractérise les différentes zones de fonctionnement d'un palier lisse non chargé.

Ils ont procédé par analogie avec l'apparition de la turbulence dans les écoulement en conduite.

Plusieurs études ont essayé de formuler la limite de la transition [16-20], Les résultats expérimentaux obtenus par différents chercheurs mettent en évidence une grande dispersion. En effet, pour les grandes valeurs du jeu radial on peut observer le comportement des tourbillons depuis leur naissance à la surface du cylindre intérieur jusqu'à leur développement complet dans l'espace annulaire. Le passage d'un état à l'autre s'effectue de manière progressive.

Dans le cas de très faibles jeux où il n'est pas possible de différencier ces étapes, Frêne[20] a obtenu par une méthode anémométrique des résultats en accord avec la théorie de « stabilité locale ». Les tourbillons apparaissent dans la zone où le jeu est maximum dès que le nombre de Taylor dépasse une valeur critique T_c fonction de l'excentricité même si le nombre moyen est plus petit que $T_c=41,2$. Il propose la relation

empirique : $T_c = 63,33 \varepsilon^2 - 38 \varepsilon + 41,2$ qui prend compte de ces résultats expérimentaux.

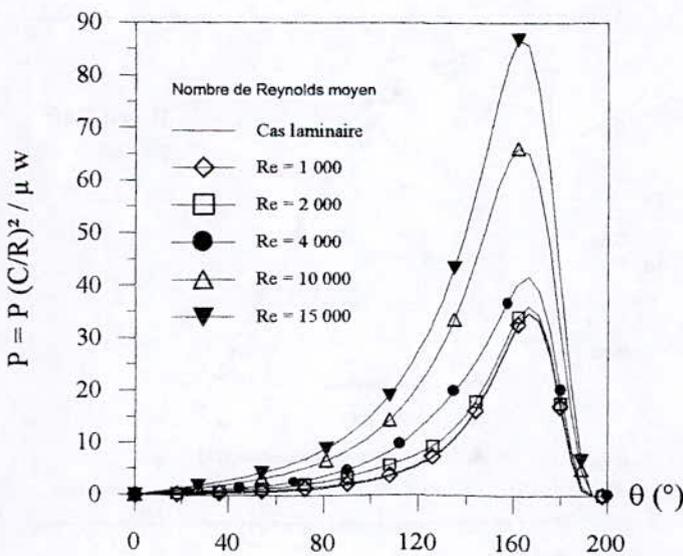
Le choix de ces coefficients de viscosité entraîne une discontinuité lors du passage du régime laminaire au régime turbulent. Nicolas[27] a proposé une linéarisation des variations de G pour les valeurs de nombre de Reynolds correspondant à l'écoulement de tourbillons de Taylor. La transition s'effectue ainsi de manière progressive.

III - 3 - PRESENTATION DES RESULTATS

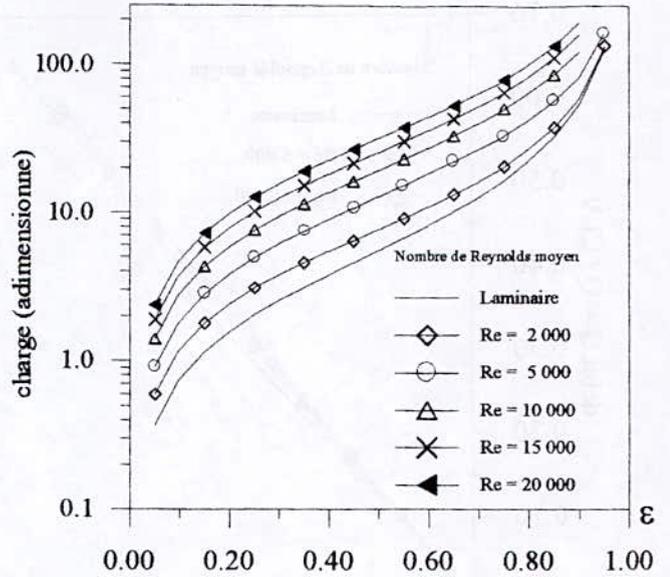
III - 3 - 1 - Etude paramétrique :

Nous présentons dans les figures (11), (12), (13), (14) et (15) une étude paramétrique afin de présenter l'ordre de grandeur des effets de la turbulence sur les caractéristiques statiques des paliers. On a plus particulièrement étudié l'effet de l'excentricité relative et du nombre de Reynolds moyen sur le comportement des paliers.

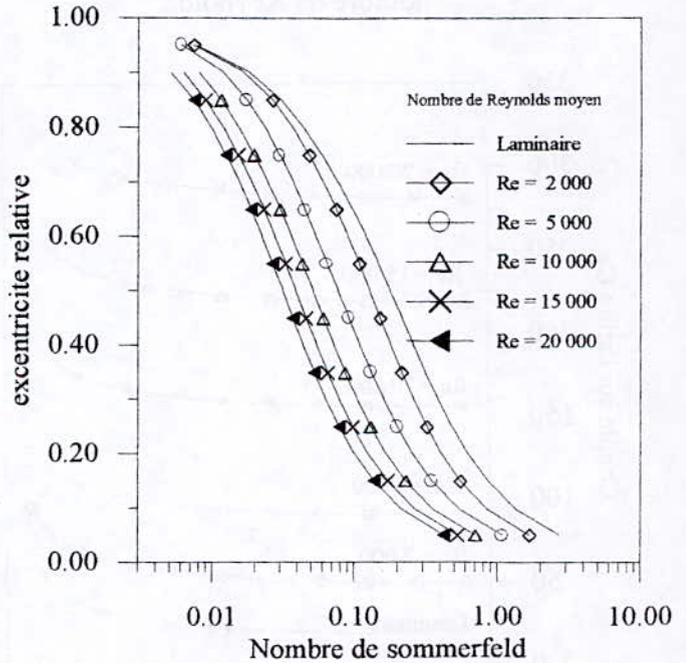
Ce que l'on peut constater dans toutes les figures c'est la variation considérable de tous les paramètres avec l'augmentation de nombre de Reynolds moyen, cela revient à dire que chaque fois que les effets d'inerties sont importants, l'utilisation de la théorie laminaire n'est plus précise.



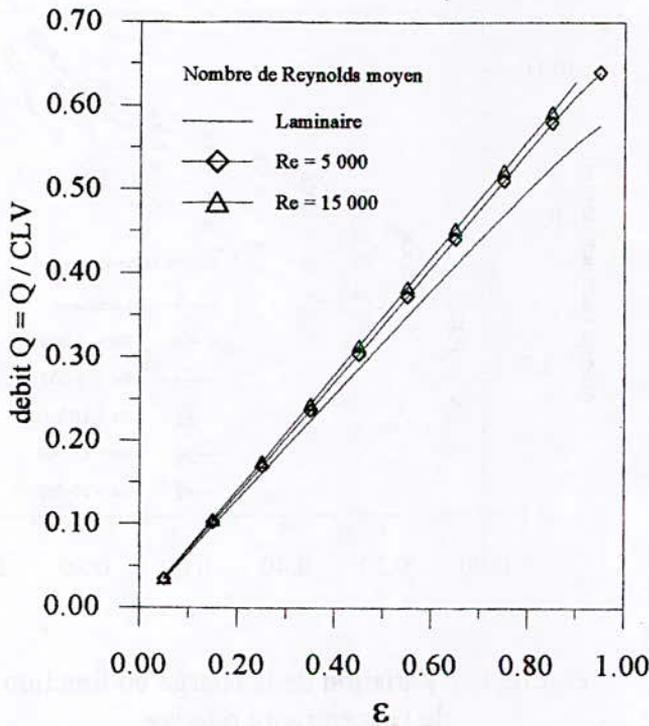
Figure(11): Répartition de la pression dans un palier lisse



Figure(11): Variation de la charge en fonction de l'excentricité relative



Figure(13): Variation de l'excentricité relative en fonction du nombre de Sommerfeld



Figure(14): Variation du débit en fonction de l'excentricité relative pour différents nombre de Reynolds

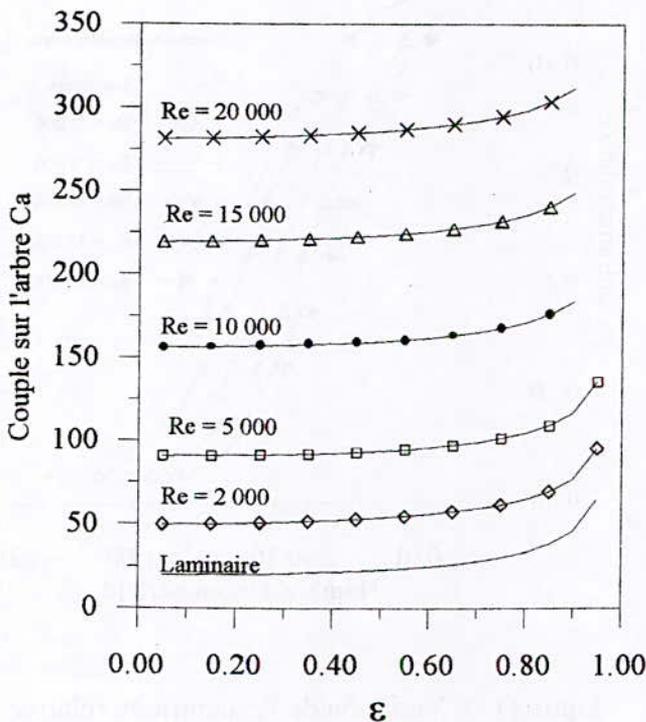
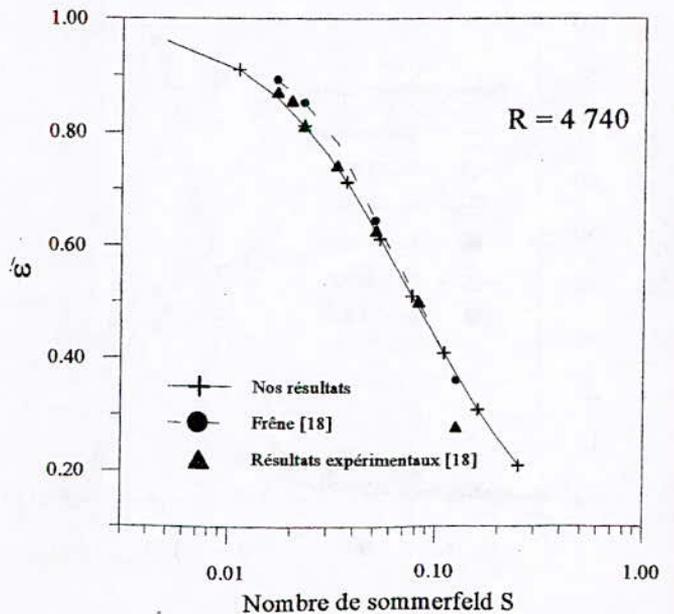
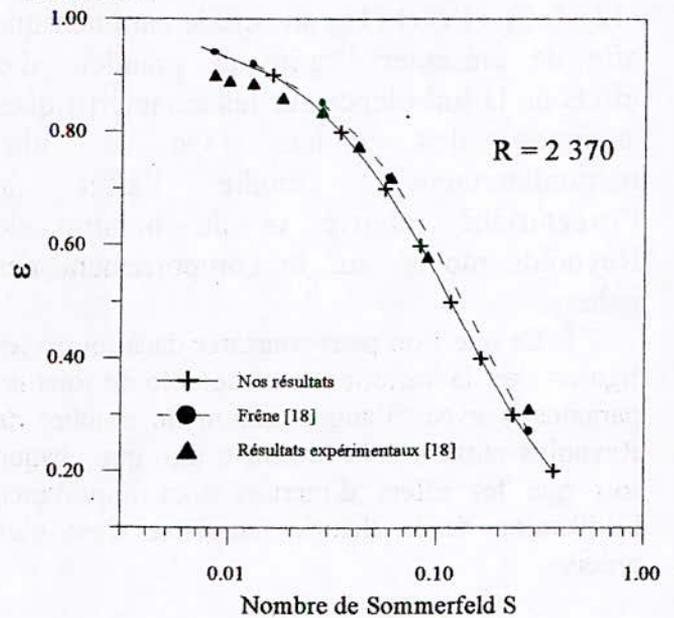


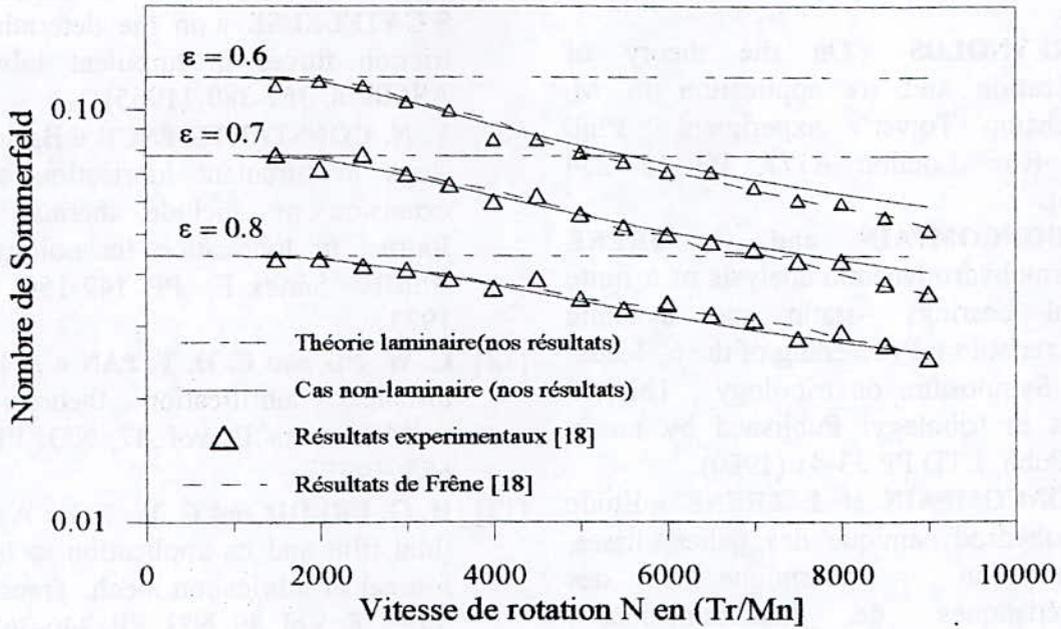
Figure (15): Variation du couple sur l'arbre Ca en fonction de l'excentricité relative pour différents nombre de Reynolds moyen.

III - 3 - 2 - Comparaison des résultats

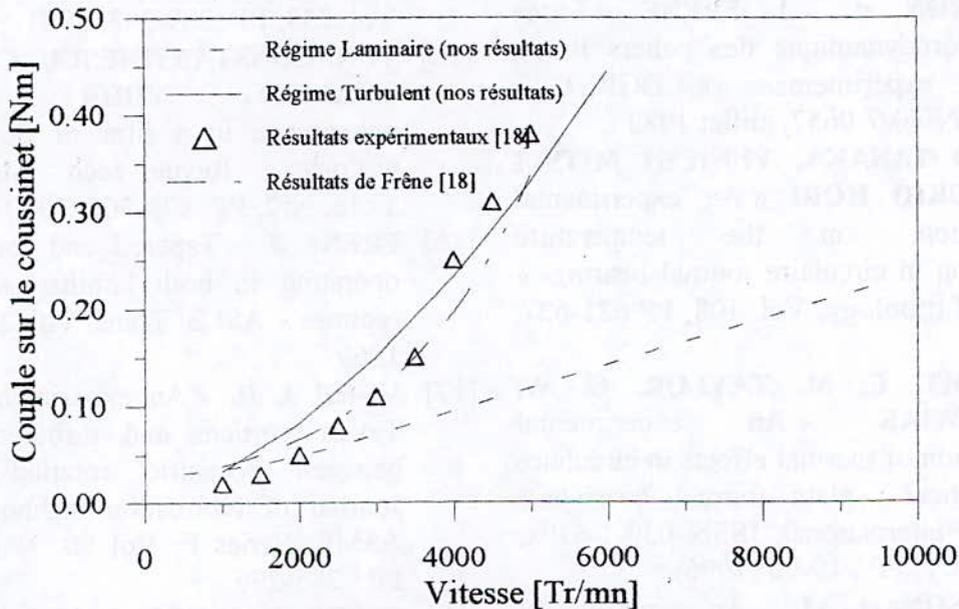
Nous présentons dans la figure (16) une comparaison entre nos résultats et ceux obtenus par Frêne[18] et par voie d'expérimentation[18], nous constatons une bonne approche entre les différents résultats, ce qui explique la satisfaction du modèle choisi. Les figures (17) et (18) représentent consécutivement la variation du nombre de Sommerfeld et du couple résistant sur le coussinet en fonction de la vitesse de rotation. Nous constatons qu'à chaque fois que le nombre de Reynolds augmente, on s'éloigne de la théorie laminaire.



Figure(16): Variation de l'excentricité relative avec le nombre de Sommerfeld.



Figure(17): Variation du nombre de Sommerfeld en fonction de la vitesse de rotation pour différents excentricité relative pour C/R = 0.003 et L/D = 1



Figure(18): Variation du couple résistant sur le coussinet en fonction de la vitesse pour C/R=0.003 et L/D = 1

IV – CONCLUSION :

Cette étude a mis l’accent sur la modélisation mathématique des effets thermiques et les effets de la turbulence en lubrification basse pression.

Un programme de calcul opérationnel de performances des paliers lisses a été réalisé pour simuler au mieux le comportement de ces pièces dès leur conception afin d’éviter au maximum les risques de grippage ou de destruction.

Les résultats obtenus montrent l’influence importante des effets thermiques et du changement de régime d’écoulement sur les caractéristiques statiques et de fonctionnement des paliers.

La comparaison des résultats obtenus avec ceux obtenus par Frêne[18] et Boncopain[23] a permis de montrer la validité de la simulation numérique.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **O. REYNOLDS** « On the theory of lubrication and its application to M. Beauchamp Tower's experiment » Phil. Tran. Roy. London A177, PP 157-234 (1886).
- [2] **R. BONCOMPAIN and J. FRENE** « Thermohydrodynamic analysis of a finite journal bearings -static and dynamic characteristics » Proceeding of the 6th Leeds-Lyon Symposium on tribology . Thermal effects in tribology. Published by mech. Eng. Publi. LTD PP 33-41 (1980).
- [3] **R. BONCOMPAIN et J. FRENE** « Etude thermohydrodynamique des paliers lisses, détermination thermique des caractéristiques de fonctionnement », Compte rendu de fin d'étude d'une recherche financée par la DGRST. Décision d'aide N°Mec 78-7-2236, décembre 1980.
- [4] **J. FERRON et J. FRENE** « Etude thermohydrodynamique des paliers lisses, Résultats expérimentaux » DGRST - Décision N°80-7-0657, juillet 1982.
- [5] **MASATO TANAKA, YUNICHI MITSUI and YUKIO HORI** « An experimental investigation, on the temperature distribution in circulaire journal bearings » Journal of tribology, Vol. 108, PP 621-627, 1986.
- [6] **M. T. MT, C. M. TAYLOR, G. W. STACHOWIAK** « An experimental investigation of thermal effects in circulaire and elliptical plain journal bearings » Tribology international, ISSN 030-1-679x, Vol :29, N°1, PP : 19-26 (1996).
- [7] **D. DOWSON et AL** « An experimental investigation of the thermal equilibrium of steadily loaded journal bearings » Proc. Inst. Mech. Eng. P : 181 (1966-1967).
- [8] **J. FERRON et J. FRENE** « Etude thermohydrodynamique des paliers lisses, constructions d'une machine d'essai » DGRST - Décision N°87-7-2235, Décembre 1980.
- [9] **J. FERRON et J. FRENE** « Etude thermohydrodynamique des paliers lisses, Résultats expérimentaux » DGRST - Décision N°80-7-0657, juillet 1982.
- [10] **V. N. CONSTANTINESCU and S.GATELEUSE** « on the determination of friction forces in turbulent lubrication » ASME, 8, 367-380, (1965)
- [11] **V. N. CONSTANTINESCU** « Basic relationships in turbulent lubrication and their extension no include thermal effects » Journal of lubrication technology, Trans. ASME, Séries :F, PP :147-154, Vol :95, 1973.
- [12] **C. W. NG and C. H. T. PAN** « A linearized turbulent lubrication theory » Trans. ASME, series :D, vol :87, N°3, PP : 675 - 688, 1965.
- [13] **H. G. ERLDOD and C. W. NG** « A theory of fluid film and its application to bearings » Journal of lubrication mech. Trans. SAME, series :F, Vol :89, N°3, PP :346-362, 1967.
- [14] **G. I. TAYLOR** « Stability of viscous liquid contrained between two rotating cylinders » Philosophical transactions, series :A, Vol :233, PP :289-343, 1923.
- [15] **V. N. CONSTANTINESCU, C. H. T. PAN, SMALLEY, VOHR** « Lubrication phenomena in a film of flow kinematic viscosity » Revue tech. Mech. Appli., T :15, N°2, PP :479-502, 1970.
- [16] **FRENE J.** « Tapered and thrust bearings operating in both laminar and turbulent régimes » ASLE. Trans. Vol :21, 243-249 - 1969.
- [17] **VOHR J. H.** « An experimental study of Taylor vortices and turbulence in flow between eccentric rotating cylinders » Journal of lubrication technology, Trans, ASME, Series F, Vol 90, N°1, Jan 1968, PP : 285-296
- [18] **FRENE J. et GODET M.** « Plain journal bearing operating under vortex and turbulent flow conditions, comparison between experimental and theorical results » Preceeding of the second leeds Lyon symposuim « Super laminar flow in bearing » Mech. Eng. Publ., Paper X3, PP 194-198, 1975.
- [19] **J. FRENE and M. GODET** « Transition from laminar to Taylor vortex flow in journal bearing » Tribology, Vol :4, N°4, PP :216-217, 1971.

- [20] **J. FRENE and M. GODET** « Detection of taylor vortex transition in very small clearances by hot film wall anemometry tribology, Vol :6, N°5, PP :178-183, (1973).
- [21] **J. FRENE and M. GODET** « Flow transition criteria in a journal bearing » Trans. ASME. Journal of lubrication techno. Series :F, Vol :96, N°1, PP :135-140 (1974).
- [22] **C.H.T. PAN and J.H.Vohr** « Superlaminar flow in bearings ans seals » Bearing ans seal design in nuclear power machinery, ASME, P :219-245 (1967)
- [23] **R. BONCOMPAIN** « Les paliers lisses en régime thermohydrodynamique, Aspects théoriques et expérimentaux » Thèse de doctorat es-sciences présenté devant l'université de Poitiers (1984).
- [24] **B. BOU-SAID** « La lubrification a base pression par la méthode des éléments finis, application aux paliers lisses » Thèse de doctorat es-sciences présenté a l'université de Lyon 1985.
- [25] **J. FERRON** « Contribution à l'étude des phénomènes thermiques dans les paliers hydrodynamiques » Thèse de 3^{eme} Cycle, Université de Poitiers 1982.
- [26] **D. G. CHRISTOPHERSON** « A new mathematical method for the solution of film lubrication problems » Proc. I.M.E. , Vol 146, PP 126 – 194 (1958)
- [27] **D. NICOLAS** « Les régimes non laminaire en lubrification, réduction des frottement par addition de polymères » Thèse de doctorat es-sciences, INSA, Lyon 1979.
- [28] **FRENE J.** « Régime d'écoulement non laminaire en films minces, application aux paliers lisses » Thèse de Doctorat es sciences physique, présentée a l'université Claude Berbard de Lyon le 26-oct-1974.
- [29] **M. FILLON , H. DESBORDES, J. FRENE, C. HAN HEW WAI** « A global approach of thermal effects including pad déformations in tilting pad journal bearings, submitted to unbalance load » Journal of tribology, ISSN 0742-4787, Vol : 118, N°1, PP : 169-174 (1996).
- [30] **D. C. SUN** « Equations used in hydrodynamic lubrication » Lubrication Engineering, ISSN : 0024-7154, Vol. :53, N°1, PP 18-25 (1997).
- [31] **M. GUILLIEN, B. BOU-SAID, D. NELIAS, PH. SAINOT** « Influence de la turbulence et des d'inertie sur les caractéristiques des paliers amortisseurs » Eight world congress on the theory of machines and mecanismes, Prague, Vol :5, PP :1429-1432, 1991.
- [32] **L. BOUARD, M. FILLON, J. FRENE, G. W. STACHOWIAK** « Comparaison between three turbulent modeles : application to thermohydrodynamic performances of tilthing pad journal bearings » Tribology international, ISSN 0301-679x, Vol :29, N°1, PP :11-18, 1996.
- [33] **M. FILLON, A. DADOUCHE** « Analyse théorique et expérimentales des effets thermiques dans les butées hydrodynamiques à géométrie fixe » revue française de l'industrie, Mars(2000).

Homogenisation of Woven Fabric Composites

Part I : Homogenised Elastic Coefficients and Comparison with Cross-Ply Laminates

H. FERDJANI¹ and J.P. BOEHLER²

Keywords

Woven fabric composite – Homogenization of periodic materials – Finite element method – Cross-Ply laminates

Abstract

The aim of this work is the analyze by numerical methods of the mechanical behavior of woven fabric composites. The internal structure of these heterogeneous materials presents a periodic spatial distribution, this analyze has been developed within the scope of the theory of homogenization of periodic materials. The implementation of this numerical method has been performed with the finite element method using the software MODULEF.

The obtained results have been compared with available experimental results and with the results of cross-ply laminates.

Résumé

Le but de ce travail est l'analyse numérique du comportement mécanique des composites à renforts tissus. La structure interne de ces matériaux hétérogènes présente une distribution spatiale périodique : cette analyse a été développée dans le cadre de la théorie de l'homogénéisation des milieux périodiques. La mise en œuvre de cette méthode numérique a été élaborée à l'aide de la méthode des éléments finis en utilisant le logiciel MODULEF.

Les résultats obtenus ont été comparés aux résultats expérimentaux disponibles et avec les résultats d'un stratifié.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو التحليل العددي للسلوك الميكانيكي للمواد المركبة ذات مدد منسوج. البنية الداخلية لهذه المواد المتناثرة تقدم توزيع فضائي دوري. هذا التحليل طور في اطار نظرية تجانس المواد الدورية. تطبيق هذه الطريقة العددية اعد بواسطة طريقة العناصر المحدودة باستعمال البرنامج MODULEF. النتائج المحصل عليها قورنت بالنتائج التجريبية المتاحة و مع نتائج مواد مركبة من طبقات.

¹ Dr. Hichème FERDJANI Département de Mécanique Université de Blida Algérie

Route de Soumaa BP 270 Blida Algeria, phone and fax number : 025.43.36.32 e-mail : h_ferdjani@yahoo.fr

² Professor J.P. BOEHLER, Equipe Mécanique des Milieux Anisotropes, L3S-MMA,

Université Joseph Fourier, Grenoble I, France

1- Introduction

The increasing importance of composite materials in many industrial applications requires proper understanding and suitable description of their mechanical behavior, in order to be able to optimise the conception and the design of lighter-weight structures.

Composites are essentially characterised by strong heterogeneities on the microscopic level, and a pronounced anisotropy on the macroscopic level. As a result, the investigation of their mechanical properties by experimental approaches is laborious and very difficult (J.P. BOEHLER and al [5]). Generally, in the mechanics of materials the intense development of computing techniques and numerical methods resulted in the implementation of an efficacious tool : the numerical modelling for the conception of materials and the calculation of the ideal dimensions of structures.

In the applications of numerical methods to the mechanical behavior of composites, and more generally of heterogeneous materials, the micro-macro approaches by different homogenisation methods have been well developed during the last years. In these approaches, the microheterogeneous material is replaced by a mechanically equivalent macrohomogeneous material. Fibre reinforced composites laminates (unidirectional, cross-ply, quasi-isotropic, woven fabric, etc...) exhibit generally an internal structure with a periodic distribution. In this case, the homogenisation method of periodic materials has already provided excellent results in the domain of elastic behavior. The mathematical bases of this method are presented, for example, in the works by SANCHEZ-PALENCIA [17], BENSOUSSAN and al [2], DUVAUT [9],[10] and SUQUET [18]. In particular, for woven fabric composites, the homogenisation method for periodic materials in the elastic domain has been applied by LENE and al [14] and DEBORDES and al [8]. The presented analyses in this paper take place in the continuity of these investigations.

In this work, the homogenisation method for periodic materials is applied to the calculation of the homogenised elastic coefficients of the woven fabric composite, the mechanical behaviour of which was intensively investigated by the *Groupe de Recherches Coordonnées « Mechanical Behavior of Fibre Composites »* (cf. BOEHLER and al [4]). In

order to disclose the advantages and disadvantages of woven fabric composites in comparison with cross-ply laminates, the calculation of the homogenised elastic coefficients for two types of cross-ply laminates is then performed : the first with straight discontinuous bundles, the second with straight continuous bundles. For the first cross-ply laminate, the calculation is performed with the homogenisation method for periodic materials; for the second, the calculation is performed by two methods : the homogenisation method for periodic materials and the rule-of-mixtures method (cf. S.W. TSAI and H.T. HAHN [20]). The results obtained for the two cross-ply laminates are then compared with the results for the woven fabric composite

2- Homogenisation of periodic materials; mean values method

A periodic heterogeneous medium can be entirely defined from a period called basic cell which is labelled Y . Because of the presence of the heterogeneities, two scales are distinguished :

- the scale of the heterogeneous medium, called macroscopic. At this scale, a macroscopic coordinates system $x = \{x_i\}$, $i = 1, 2, 3$, is employed.
- the scale of the basic cell, called microscopic. At this scale, a microscopic coordinates system $y = \{y_i\}$, $i = 1, 2, 3$, is employed.

The macroscopic strains and stresses are defined by the mean values of the corresponding fields on the basic cell :

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\Sigma}}(x) &= \left\langle \underline{\underline{\sigma}}(x, y) \right\rangle_Y, \\ \underline{\underline{E}}(x) &= \left\langle \underline{\underline{e}}(u(x, y)) \right\rangle_Y, \end{aligned} \quad (1)$$

where $\underline{\underline{\Sigma}}(x)$ and $\underline{\underline{E}}(x)$ are respectively the macroscopic stress and strain tensors,

$\underline{\underline{\sigma}}(x, y)$ and $\underline{\underline{e}}(u(x, y))$ are respectively the microscopic stress and strain tensors,

$\underline{\underline{u}}(x, y)$ and $\langle \rangle_Y$ are respectively the microscopic displacement vector and the mean values operator on the basic cell Y .

The tensor $\underline{\underline{Q}}$ of the homogenised elastic coefficients relating $\underline{\underline{\Sigma}}(x)$ and $\underline{\underline{E}}(x)$ such that :

$$\underline{\underline{\Sigma}}(x) = \underline{\underline{Q}} \underline{\underline{E}}(x) \quad (2)$$

In order to determine the tensor $\underline{\underline{Q}}$ a macroscopic strain $\underline{\underline{E}}(x)$ is imposed on the basic cell, the displacements field $\underline{u}(x, y)$ is such that the stress field $\underline{\underline{\sigma}}(x, y)$ and the strain field $\underline{e}(\underline{u}(x, y))$ be Y -periodic, i.e. periodic with respect to the variable y and as period the basic cell Y . The formulation of this elastic problem is as follows :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{ij}(x, y) = a_{ijkh}(y) e_{kh}(\underline{u}(x, y)) \text{ on } Y, \\ e_{kh}(\underline{u}(x, y)) = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_k(x, y)}{\partial y_h} + \frac{\partial u_h(x, y)}{\partial y_k} \right), \\ \frac{\partial \sigma_{ij}(x, y)}{\partial y_j} = 0 \quad \text{on } Y, \\ \underline{e}(\underline{u}(x, y)) \text{ } Y\text{-periodic,} \\ \underline{\underline{\sigma}}(x, y) \underline{n}(y) \text{ opposite on opposite sides of } Y, \\ \left. \right\} \underline{e}(\underline{u}(x, y)) \Big|_Y = \underline{\underline{E}}(x), \quad (3)$$

where $a_{ijkh}(y)$ are the elastic coefficients of the heterogeneous medium, $\underline{n}(y)$ is the outer normal to the basic cell Y , and the macroscopic variable x plays the role of a parameter.

The problem (3) being linear, the field $\underline{u}(x, y)$ is decomposed in the following manner:

$$u_i(x, y) = v_i^{kh}(y) E_{kh}(x), \quad (4)$$

where $\underline{v}^{kh}(y)$ is the solution to the following elastic problem :

$$\left\{ \begin{array}{l} s_{ij}^{kh}(y) = a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{v}^{kh}(y)) \text{ on } Y, \\ \frac{\partial s_{ij}^{kh}(y)}{\partial y_j} = 0 \quad \text{on } Y, \\ \left. \right\} \underline{e}(\underline{u}(x, y)) \Big|_Y = I_{ij}^{kh}, \quad (5) \\ \underline{e}(\underline{v}^{kh}(y)) \text{ } Y\text{-periodic,} \\ \underline{s}^{kh}(y) \underline{n}(y) \text{ opposite on opposite sides of } Y, \end{array} \right.$$

where the tensor I_{ij}^{kh} is defined by the following equation :

$$I_{ij}^{kh} = \frac{1}{2} (\delta_{ik} \delta_{jh} + \delta_{jk} \delta_{ih}), \quad (6)$$

δ_{ij} being the Kronecker symbol :

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 0 & \text{if } i \neq j \\ 1 & \text{if } i = j \end{cases}$$

The numerical treatment of displacement fields with periodic strains being difficult, the following decomposition is introduced :

$$v_i^{kh}(y) = \underline{\chi}_i^{kh}(y) + I_{ij}^{kh} y_j, \quad (7)$$

where the displacement fields $\underline{\chi}^{kh}(y)$ are Y -periodic, cf. SUQUET [18].

The introduction of the equation (7) in the problem (5), results in the following elastic problems :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tau_{ij}(y) = a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)), \\ \frac{\partial \tau_{ij}(y)}{\partial y_j} + \frac{\partial a_{ijkh}(y)}{\partial y_j} = 0, \\ \underline{\chi}^{kh}(y) \text{ } Y\text{-periodic,} \\ \left. \right\} \underline{\tau}(y) \underline{n}(y) \text{ opposite on opposite sides of } Y. \quad (8)$$

The introduction of the equations (4) and (7) in the first equation (3), results in the following expression of the microscopic stresses

$$\sigma_{ij}(x, y) = [a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] E_{kh}(x) \quad (9)$$

The introduction of the definitions (1) and (2) in the equation (9), results in the following expression of the homogenised elastic coefficients :

$$\underline{\underline{Q}}_{ijkh} = \int a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y) \Big|_Y \quad (10)$$

Finally, in order to determine the microscopic stresses and the homogenised elastic coefficients, the six elastic problems (8) must be solved.

3- Mechanical and physical characteristics of the woven fabric composite

The considered composite consists in a composite with resin epoxy matrix and woven reinforcements of E glass fibres, the weaving is of taffeta type (cf. Figure 1). The basic cell is presented in Figure 2.

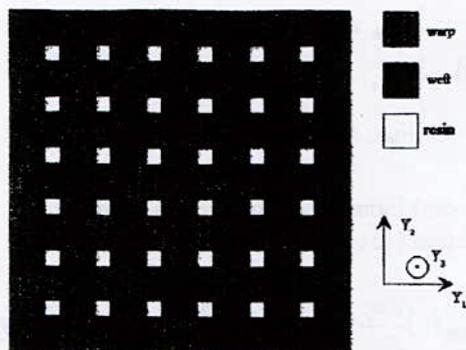


Figure 1 : Internal structure of the woven fabric composite, fabric of the taffeta type.

This material has been manufactured in two versions : the first composed of 12 layers, the second composed of 32 layers. Tensile tests have been performed on the 12 layers laminate, compression tests on the 32 layers laminate, cf. TRAN ICH and al [19]. The physical characteristics available in the literature (GENIN and al [12]) are the thickness of one ply (0.28 mm) and the resin's volume fraction (32 %). The influence of the volume fraction of the constituents on the homogenised elastic behavior of the material will be investigated in the Part II of this work.

The elastic behaviour of both constituents is considered as isotropic, the values of the corresponding elastic characteristics are the same than those used by LENE and al [14] in her application. The elastic constants are the followings :

- for the resin : $E_r = 3130 \text{ MPa}$, $\nu_r = 0.34$,
- for the glass : $E_f = 73000 \text{ MPa}$, $\nu_f = 0.2$.

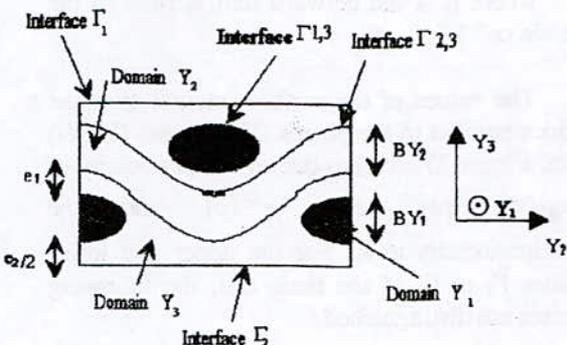
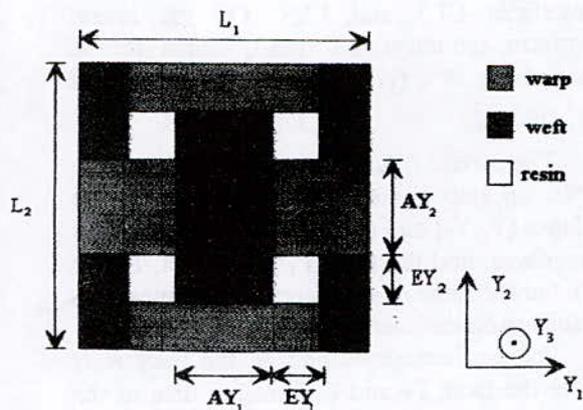


Figure 2 : Basic cell of the composite.

4- Variational formulation

The original partial derivatives equation is the equilibrium equation of the problem (8) (cf. § 2). It can be written in the following manner :

$$\frac{\partial}{\partial y_j} [r_{ij}(y) + a_{ijkh}(y)] = 0. \quad (11)$$

That is to say :

$$\frac{\partial}{\partial y_j} [a_{ijlm}(y)e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] = 0.$$

The multiplication of the equation (11) by a Y-periodic kinematically admissible displacement vector $\varphi(y)$ and the integration over the basic cell Y, results in :

$$\int_Y \varphi_i(y) \frac{\partial}{\partial y_j} [a_{ijlm}(y)e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] dv = 0 \quad (12)$$

The integration by parts, leads to :

$$-\int_Y [a_{ijlm}(y)e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] \frac{\partial \varphi_i(y)}{\partial y_j} dv + \int_Y \frac{\partial}{\partial y_j} \{ [a_{ijlm}(y)e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] \varphi_i(y) \} dv = 0. \quad (13)$$

The application of the Ostrogradski's theorem to the second term of the first member of the equation (13) results in :

$$-\int_Y [a_{ijlm}(y)e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] \frac{\partial \varphi_i(y)}{\partial y_j} dv + \int_{\partial Y} [a_{ijlm}(y)e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] \varphi_i(y) n_j ds = 0, \quad (14)$$

where \underline{n} is the outward unit normal to the basic cell Y .

The values of the surface integral over the sides parallel to the planes (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) (cf. Figure 2) are zero due to the periodicity of $a_{ijkh}(y)$, $\varphi_i(y)$ and $\underline{\chi}^{kh}(y)$ and the antiperiodicity of n_j . For the upper and lower sides Γ_1 et Γ_2 of the basic cell, the following cases are distinguished :

• **Homogenisation A :**

The laminate is supposed to be constituted of an infinity of layers. In this case, the material is periodic in the direction Y_3 . Thus, the surface integral vanishes, due to the periodicity of $a_{ijkh}(y)$, $\varphi_i(y)$ and the antiperiodicity of n_j . We have :

$$\int_Y a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dv = - \int_Y a_{ijkh}(y) \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dv \quad (15)$$

• **Homogenisation B :**

The laminate is supposed to be constituted of only one layer. In this case, the material is not periodic in the direction Y_3 . In the microscopic stress expression (II-8), we find again the expression in square brackets of the surface integral. This case is treated in the framework of the thin elastic plates theory. So, there is no stresses on the upper and lower sides Γ_1 and Γ_2 of the basic cell Y . Consequently, the expression between square brackets of the integrals vanishes. We have :

$$\int_{\Gamma_1, \Gamma_2} [a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{ijkh}(y)] \varphi_i(y) n_j ds = \int_{\Gamma_1, \Gamma_2} [a_{i3lm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{i3kh}(y)] \varphi_i(y) n_3 ds, \quad (16)$$

because

$$\sigma_{i3}(x, y) = [a_{i3lm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) + a_{i3kh}(y)] E_{kh}(x) = 0$$

We end thus in the same equation (15) of the homogenisation A.

We consider now the case of the woven composite material, where the microscopic elastic coefficients are supposed to be piecewise constants. The distribution of the elastic coefficients are given by the following equation (cf. Figure 2) :

$$a_{ijkh}(y) = \begin{cases} a_{ijkh}^1 & \text{if } y \in Y_1 \\ a_{ijkh}^2 & \text{if } y \in Y_2 \\ a_{ijkh}^3 & \text{if } y \in Y_3. \end{cases} \quad (17)$$

The development of the second member of the equation (15) gives :

$$\int_Y a_{ijkh}(y) \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dy = a_{ijkh}^1 \int_{Y_1} \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dy + a_{ijkh}^2 \int_{Y_2} \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dy + a_{ijkh}^3 \int_{Y_3} \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dy \quad (18)$$

In accordance with Ostrogradski's theorem, the integrals over Y_1 , Y_2 and Y_3 become surface integrals :

$$\int_Y a_{ijkh}(y) \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dy = \int_{\partial Y_1} a_{ijkh}^1 n_j^1 \varphi_i(y) ds + \int_{\partial Y_2} a_{ijkh}^2 n_j^2 \varphi_i(y) ds + \int_{\partial Y_3} a_{ijkh}^3 \varphi_i(y) n_j^3 ds = I_1 + I_2 + I_3, \quad (19)$$

where \underline{n}_1 , \underline{n}_2 and \underline{n}_3 are the outward unit normal respectively to the surfaces ∂Y_1 , ∂Y_2 and ∂Y_3 .

The surfaces ∂Y_1 and ∂Y_2 delimiting the bundles Y_1 and Y_2 (cf. Figure 2) can be split up into lateral surfaces parallel to the planes (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) and the bundles-matrix interfaces $\Gamma_{1,3}$ and $\Gamma_{2,3}$. On the lateral surfaces, the integrals I_1 and I_2 vanish due the periodicity of $\varphi_i(y)$ and the antiperiodicity of n_j^1 and n_j^2 .

The surface ∂Y_3 delimiting the resin can be split up into lateral surfaces parallel to the planes (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) , the bundles-matrix interfaces, and the faces Γ_1 and Γ_2 (cf. Figure 2). For the same reason as before, the integral I_3 vanishes on the lateral surfaces.

For the homogenisation A, the integral I_3 over the faces Γ_1 and Γ_2 vanishes, due to the periodicity of $\varphi_i(y)$ and the antiperiodicity of n_j^3 . For the homogenisation B, $\varphi_i(y)$ is not periodic in the direction Y_3 . Thus, different variational formulations are obtained for the two considered homogenisation.

* Variational formulation for the homogenisation A

$$\underline{\chi}^{kh}(y) \in V,$$

with :

$$V = \left\{ \varphi / \varphi \in [H^1(Y)]^3, \varphi Y - \text{periodic} \right\}.$$

$$\int_{\Gamma} a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dv = - \left[\int_{\Gamma_{1,3}} (a_{ijkh}^1 - a_{ijkh}^3) n_j^1 ds + \int_{\Gamma_{2,3}} (a_{ijkh}^2 - a_{ijkh}^3) n_j^2 ds \right] \quad (20)$$

$$\forall \varphi(y) \in V,$$

where \underline{n}^1 and \underline{n}^2 are the outward unit normal to Y_1 and Y_2 , and $H^1(Y)$ is the Sobolev space defined by :

$$H^1(Y) = \left\{ v / v \in L^2(Y), \frac{\partial v}{\partial y_i} \in L^2(Y), \forall i = 1, 2, 3 \right\}.$$

* Variational formulation for the homogenisation B

$$\underline{\chi}^{kh}(y) \in V,$$

with :

$$V = \left\{ \varphi / \varphi = (\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3) \in [H^1(Y)]^3, \varphi_1 \text{ and } \varphi_2 Y - \text{periodic} \right\}.$$

$$\int_{\Gamma} a_{ijlm}(y) e_{lm}(\underline{\chi}^{kh}(y)) \frac{\partial \varphi_i}{\partial y_j} dv = - \left[\int_{\Gamma_{1,3}} (a_{ijkh}^1 - a_{ijkh}^3) n_j^1 \varphi_i ds + \int_{\Gamma_{2,3}} (a_{ijkh}^2 - a_{ijkh}^3) n_j^2 \varphi_i ds + \int_{\Gamma_1} a_{ijkh}^3 n_j^3 \varphi_i ds + \int_{\Gamma_2} a_{ijkh}^3 n_j^3 \varphi_i ds \right] \quad (21)$$

$$\forall \varphi(y) \in V, \text{ and where } \underline{n}^3 \text{ is the outer normal to } Y_3.$$

The variational formulation being established, the numerical calculation can be performed employing the finite elements method. To this end, the program Modulef (BEGIS and al [1]) was implemented.

5- Homogenised elastic coefficients of the bundles

5-1 Spatial distribution of the fibres in the bundles

For the calculation of the homogenised elastic coefficients of the warp and weft bundles, the latter are considered as unidirectional composites, with a fibre's volume fraction of 80 %. The fibres are supposed to have a circular cross-section and to be regularly distributed on the vertices of an

equilateral triangles network. Thus, the centred hexagonal elementary mesh of the Figure 3 can be considered.

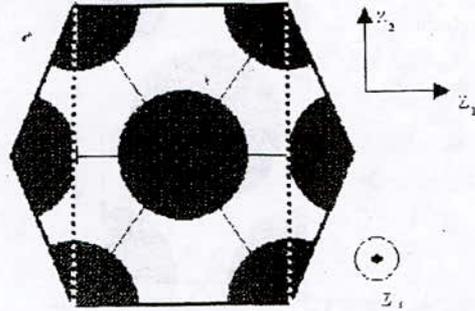


Figure 3 : Centred hexagonal elementary mesh.

For the linear elastic behaviour, the material of Figure 3 is transversely isotropic about the axis Z_3 . This can be shown with the help of the theorem of HERMANN [13]. cf. also BOEHLER [3]) :

« Consider a linear constitutive law expressed by $\underline{Y} = \underline{C}\underline{X}$ where \underline{X} , \underline{Y} and \underline{C} are tensors of respective orders a, b, and $p = a + b$. If the symmetry group of the considered material is generated by the $2\pi/n$ rotation about an axis \underline{y} , then the linear constitutive law is transversely isotropic about \underline{y} when $n > p$; for $n \leq p$ the anisotropy is more general . »

For the linear elastic law, the order of the tensor-law is $p = 4$. On Figure 3, it can be observed that the material symmetries of the centred hexagonal mesh is generated by the $2\pi/6$ rotations about the axis Z_3 , the order of the rotations is $n = 6$, and the application of HERMANN theorem shows that the linear elastic behaviour of the considered material is transversally isotropic about the axis Z_3 .

For the calculation of the homogenised elastic coefficients of the bundles, the basic cell Z on Figure 4 is considered. This cell corresponds to the volume limited by the dashed lines in Figure 3 with a length over width ratio equal to $\sqrt{3}$.

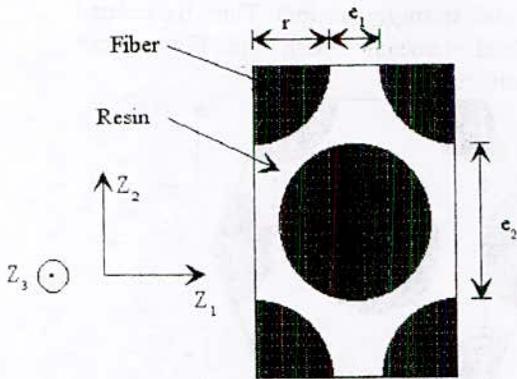


Figure 4 : Basic cell Z of the bundles in the (Z_1, Z_2) plane.

The following dimensions of the basic cell have been chosen in order to obtain a fibre's volume fraction of 80 % :

$$\begin{aligned} r &= 0.94 \text{ mm} , \\ e_1 &= 0.12 \text{ mm} , \\ e_2 &= 1.59 \text{ mm} . \end{aligned}$$

5-2 Results of the homogenisation calculation for the bundles

The calculation of the homogenised elastic coefficients of the bundles is performed by the finite elements method with the help of the program MODULEF. The corresponding variational formulation is given by the equation (20) (homogenisation A).

To present the results of the homogenised elastic coefficients of the bundles, the linear elasticity law, transversely isotropic, is introduced by the following truncated matrix of the compliance :

$$C_m = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_T} & -\frac{\nu_{TT}}{E_T} & -\frac{\nu_{LT}}{E_L} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{TT}}{E_T} & \frac{1}{E_T} & -\frac{\nu_{LT}}{E_L} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{TT}}{E_T} & -\frac{\nu_{TT}}{E_T} & \frac{1}{E_L} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{4G_{TL}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{4G_{TL}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1+\nu_{TT}}{2E_T} \end{pmatrix} \dots L$$

with $\frac{\nu_{LT}}{E_L} = \frac{\nu_{TL}}{E_T}$, (22)

where the axes system (Z_1, Z_2, Z_3) is replaced by (T, T, L) . T representing the transversal directions Z_1 and Z_3 of the bundles and L the

axial direction Z_3 . The stiffness matrix is obtained by the inversion of (22).

The values of the homogenised elastic coefficients obtained by this calculation are the following :

$$\begin{aligned} E_L &= 59040 \text{ MPa} \quad \nu_{TL} = 0.09 , \\ E_T &= 23700 \text{ MPa} \quad \nu_{TT} = 0.29 , \\ G_{LT} &= 9200 \text{ MPa} . \end{aligned}$$

We observe that the value of ν_{TL} so obtained is smaller than the one of the fibre's Poisson's coefficient. This result, apparently paradoxical, can be explained by a simple phenomenological reasoning. Consider a transversal loading ϵ_T applied to the representative elementary volume (Figure 5).

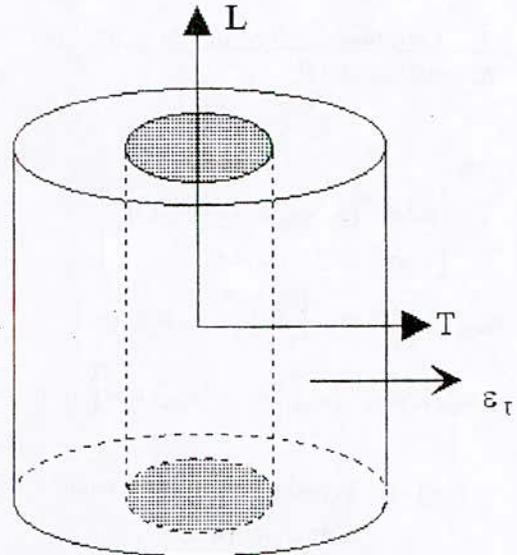


Figure 5 : representative elementary volume deformed according to the transversal direction.

Because of the deformabilities difference, the transversal deformation of the resin is much more important than the fibre's. This means that the longitudinal deformation of the fibre is much more weak than the one corresponding to a transversal simple traction state. The value $\nu_{TL} = 0.09$ smaller than the one of the fibre's Poisson coefficient is then physically satisfactory.

In fact, because of the displacements continuity in the longitudinal direction, the resin and the fibres longitudinal strains are the same. Then the resin can't freely deform in the L direction, this leads to the development of a longitudinal traction stress into the resin and

consequently a longitudinal compression stress into the fibre, however, the traction stress in the resin has a weak intensity, because of the weak value of its Young's modulus. The induced longitudinal compression stress into the fibre presents then also a weak intensity and causes longitudinal deformations all the more weak since the fibre's Young's modulus presents a high value. These effects are then finally negligible with respect to the phenomenon presented above.

6- Hypotheses and calculation method for the homogenisation of the woven fabric composite

6-1 Fundamental hypotheses

The hypotheses considered for the calculation of the homogenised elastic coefficients of the woven fabric composite are the following :

- same undulation for the warp and weft bundles.
- ideal superposition of the composite's layers. this means that the warp-weft crossings are situated on a same straight line perpendicular to the fabrics' plane.
- perfect bonding between the bundles and the resin.

The influences of a different undulation for the warp and weft bundles, as well as a non ideal superposition of the composite's layers will be analysed in Part II of this work. The influence of an imperfect bonding between the bundles and the resin will be investigated in Part III of this work.

6-2 Material symmetries of the basic cell

LENE [] has shown that if a basic cell presents a material symmetry according to a medium plane, the calculation of the homogenised elastic coefficients can be performed on the half of the basic cell with replacing the periodicity conditions corresponding to the sides parallel to this medium plane by zero conditions. The basic cell of the considered material presents geometrical symmetries according to its medium planes (Y₁,Y₃) and (Y₂,Y₃) (cf. Figure 2). If these geometrical symmetries are also material symmetries, the calculation of the homogenised elastic coefficients can be performed on the quarter of the basic cell with replacing the periodicity conditions corresponding to the sides parallel to these

medium planes by zero conditions, which is very profitable because of the heaviness of the calculation in the tridimensional case. We have to show now, that the geometrical symmetries of the basic cell are effectively material symmetries.

Definition (LENE [])

A plane P is called *plane of material symmetry* for the basic cell Y if :

1. the plane P is a plane of geometrical symmetry of Y.
2. the elastic coefficients a_{ijkh}(y) of the different constituents of the composite satisfy the following equation :

$$a_{ijkh}(y') = c_{ip}c_{jq}c_{kr}c_{hs}a_{pqrs}(y). \quad (23)$$

where the matrix C of components c_{ij} represents the symmetry according to the plane P and where y' is defined by :

$$y'_i = c_{ip} y_p. \quad (24)$$

We apply now this definition to the medium plane (Y₁,Y₃) of the basic cell to see if it is a plane of material symmetry (cf. Figure 6).

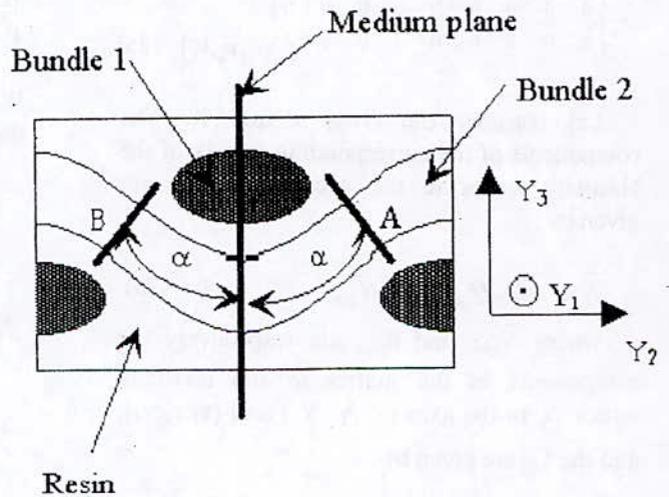


Figure 6 : Basic cell Y, and medium plane (Y₁,Y₃).

The resin is isotropic and we have seen in the § 5 that the bundle 1 is transversely isotropic with (Y₂,Y₃) as the plane of isotropy (Y₁ is the direction of the bundles). It is then obvious that the medium plane (Y₁,Y₃) is a plane of material symmetry for these constituents. Let consider now the bundle 2.

To see if the medium plane (Y₁,Y₃) is a plane of material symmetry for the bundle 2, let

apply the definition of LENE to two symmetrical cross sections A and B (cf. Figure 6). The local and global axes of these sections are presented in the Figure 7.

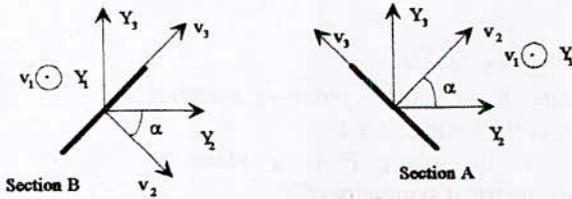


Figure 7 : Local and global axes for the sections A and B.

The bundle 2 being transversely isotropic, the matrix of the elasticity tensor in the local axes (v_1, v_2, v_3) (also in (v'_1, v'_2, v'_3)) has the following form :

$$S = \begin{pmatrix} A & F & E & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ F & B & D & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ E & D & C & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & G & 0 & 0 & G & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & H & 0 & 0 & H & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & J & 0 & 0 & J \\ 0 & 0 & 0 & G & 0 & 0 & G & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & H & 0 & 0 & H & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & J & 0 & 0 & J \end{pmatrix}_{(v_1, v_2, v_3)} \quad (25)$$

Let consider the cross section A. The components of the corresponding matrix of the elasticity tensor in the axes (Y_1, Y_2, Y_3) are given by :

$$\bar{S}_{ijkl} = Q_{ip} Q_{jq} Q_{kr} Q_{ls} S_{pqrs}, \quad (26)$$

where \bar{S}_{ijkl} and S_{pqrs} are respectively the components of the matrix of the elasticity tensor \underline{S} in the axes (Y_1, Y_2, Y_3) and (v_1, v_2, v_3) , and the Q_{ij} are given by :

$$\begin{cases} Q_{11} = Q_{22} = \cos \alpha, & Q_{33} = 1, \\ Q_{12} = -\sin \alpha, & Q_{21} = \sin \alpha, \\ Q_{13} = Q_{31} = Q_{23} = Q_{32} = 0. \end{cases} \quad (27)$$

We obtain the following matrix in the axes (Y_1, Y_2, Y_3) :

$$\bar{S} = \begin{pmatrix} \bar{A} & \bar{F} & \bar{E} & \bar{L} & 0 & 0 & \bar{L} & 0 & 0 \\ \bar{F} & \bar{B} & \bar{D} & \bar{M} & 0 & 0 & \bar{M} & 0 & 0 \\ \bar{E} & \bar{D} & \bar{C} & \bar{N} & 0 & 0 & \bar{N} & 0 & 0 \\ \bar{L} & \bar{M} & \bar{N} & \bar{G} & 0 & 0 & \bar{G} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{H} & \bar{K} & 0 & \bar{H} & \bar{K} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{K} & \bar{J} & 0 & \bar{K} & \bar{J} \\ \bar{L} & \bar{M} & \bar{N} & \bar{G} & 0 & 0 & \bar{G} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{H} & \bar{K} & 0 & \bar{H} & \bar{K} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{K} & \bar{J} & 0 & \bar{K} & \bar{J} \end{pmatrix}_{(Y_1, Y_2, Y_3)} \quad (28)$$

where the components of this matrix are given by :

$$\begin{cases} \bar{A} = A, \\ \bar{B} = B \cos^4 \alpha + C \sin^4 \alpha + (2D + 4G) \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha, \\ \bar{C} = C \cos^4 \alpha + B \sin^4 \alpha + (2D + 4G) \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha, \\ \bar{D} = (B + C - 4G) \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha + D(\cos^4 \alpha + \sin^4 \alpha), \\ \bar{E} = E \cos^2 \alpha + F \sin^2 \alpha, \\ \bar{F} = F \cos^2 \alpha + E \sin^2 \alpha, \\ \bar{G} = (B + C - 2D) \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha + G(\cos^2 \alpha - \sin^2 \alpha)^2, \\ \bar{H} = H \cos^2 \alpha + J \sin^2 \alpha, \\ \bar{J} = J \cos^2 \alpha + H \sin^2 \alpha, \\ \bar{K} = (J - H) \sin \alpha \cos \alpha, \\ \bar{L} = (F - E) \sin \alpha \cos \alpha, \\ \bar{M} = \left[(B \cos^2 \alpha - C \sin^2 \alpha) + (D + 2G)(\sin^2 \alpha - \cos^2 \alpha) \right] \sin \alpha \cos \alpha, \\ \bar{N} = \left[(B \sin^2 \alpha - C \cos^2 \alpha) + (D + 2G)(\cos^2 \alpha - \sin^2 \alpha) \right] \sin \alpha \cos \alpha. \end{cases} \quad (29)$$

We can easily show that for the cross section B, the matrix in the axes (Y_1, Y_2, Y_3) is given by :

$$\bar{S} = \begin{pmatrix} \bar{A} & \bar{F} & \bar{E} & -\bar{L} & 0 & 0 & -\bar{L} & 0 & 0 \\ \bar{F} & \bar{B} & \bar{D} & -\bar{M} & 0 & 0 & -\bar{M} & 0 & 0 \\ \bar{E} & \bar{D} & \bar{C} & -\bar{N} & 0 & 0 & -\bar{N} & 0 & 0 \\ -\bar{L} & -\bar{M} & -\bar{N} & \bar{G} & 0 & 0 & \bar{G} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{H} & -\bar{K} & 0 & \bar{H} & -\bar{K} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -\bar{K} & \bar{J} & 0 & -\bar{K} & \bar{J} \\ -\bar{L} & -\bar{M} & -\bar{N} & \bar{G} & 0 & 0 & \bar{G} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{H} & -\bar{K} & 0 & \bar{H} & -\bar{K} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -\bar{K} & \bar{J} & 0 & -\bar{K} & \bar{J} \end{pmatrix}_{(Y_1, Y_2, Y_3)} \quad (30)$$

The matrix representing the symmetry with respect to the medium plane (Y_1, Y_3) is given by (we suppose that the origin of the axes is in this plane) :

$$c = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}. \quad (31)$$

We can easily show that the two matrices S and \bar{S} verify the relation (23). Consequently, the medium plane (Y_1, Y_3) is a plane of material symmetry of the basic cell. In the same way, we can show that the medium plane (Y_2, Y_3) is also a plane of material symmetry of the basic cell. We can then perform the calculation on the quarter of the basic cell. The zero conditions are given in the Table 1.

	$\begin{cases} v_1 = 0 \\ v_1 = L_1/2 \end{cases}$	$\begin{cases} v_2 = 0 \\ v_2 = L_2/2 \end{cases}$
P^{11}	$\begin{cases} \chi_1^{11} = 0 \\ \tau_{12} = 0 \\ \tau_{13} = 0 \end{cases}$	$\begin{cases} \tau_{12} = 0 \\ \chi_2^{11} = 0 \\ \tau_{23} = 0 \end{cases}$
P^{22}	$\begin{cases} \chi_1^{22} = 0 \\ \tau_{12} = 0 \\ \tau_{13} = 0 \end{cases}$	$\begin{cases} \tau_{12} = 0 \\ \chi_2^{22} = 0 \\ \tau_{23} = 0 \end{cases}$
P^{33}	$\begin{cases} \chi_1^{33} = 0 \\ \tau_{12} = 0 \\ \tau_{13} = 0 \end{cases}$	$\begin{cases} \tau_{12} = 0 \\ \chi_2^{33} = 0 \\ \tau_{23} = 0 \end{cases}$
P^{23}	$\begin{cases} \chi_1^{23} = 0 \\ \tau_{12} = 0 \\ \tau_{13} = 0 \end{cases}$	$\begin{cases} \chi_1^{23} = 0 \\ \tau_{22} = 0 \\ \chi_3^{23} = 0 \end{cases}$
P^{13}	$\begin{cases} \tau_{11} = 0 \\ \chi_2^{13} = 0 \\ \chi_3^{13} = 0 \end{cases}$	$\begin{cases} \tau_{12} = 0 \\ \chi_2^{13} = 0 \\ \tau_{23} = 0 \end{cases}$
P^{12}	$\begin{cases} \tau_{11} = 0 \\ \chi_2^{12} = 0 \\ \chi_3^{12} = 0 \end{cases}$	$\begin{cases} \chi_1^{12} = 0 \\ \tau_{22} = 0 \\ \chi_3^{12} = 0 \end{cases}$

Table 1: Zero conditions for the six problems (8) according to LENE and al [14].

Notice that the symmetries of the basic cell don't lead to the orthotropic symmetries for the material's internal structure, because it does not present a symmetry with respect to the plane (Y_1, Y_2) . However, for the linear elasticity law making intervene a tensor-law of the fourth order, the symmetries in relation to the planes (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) lead automatically to the symmetry in relation to the plane (Y_1, Y_2) (cf. for example BOEHLER [3]). This justifies the

interpretation of the material's elastic law as an orthotropic law. The quarter of the basic cell is presented on the Figure 8.

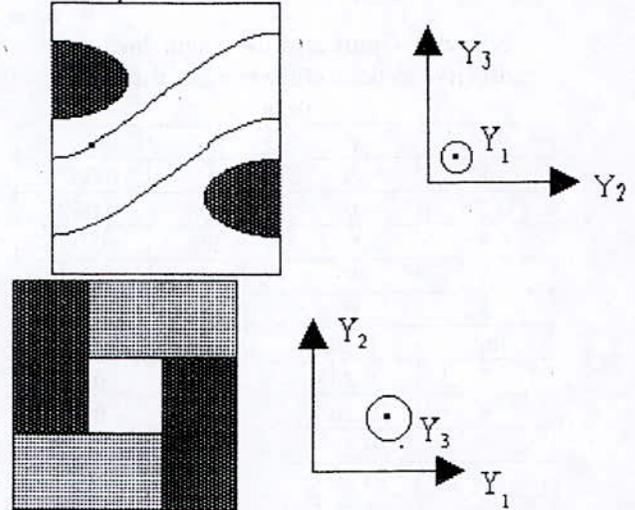


Figure 8 : Quarter of the basic cell of the woven fabric composite.

7- Homogenised elastic coefficients of the woven fabric composite

The real form of the woven fabric composite's bundles being difficult to determine experimentally, we have to choose a well defined form for the numerical modelling. We have chosen the form of the Figure 9, which we have called rounded. The influence of this choice on the values of the composite's homogenised elastic coefficients will be studied in Part II of this work.

The composite has been manufactured in two versions : thickness of 12 layers or 32 layers. The homogenisation of a basic cell with 12 or 32 layers by the finite elements method is not realistic : complexity of the mesh and enormous calculation volume. To approach the real case, we have realised the homogenisation A (with an infinity of layers) and B (with only one layer). The corresponding variational formulations are given at § 4.

7-1 Definition of the bundles' form

For the chosen bundle's form, we have to define two characteristics : the transversal section's form and the longitudinal undulation's form. To this aim, we present the coordinates of the points defining the outline of this type of bundle, as well as its dimensions in the basic cell. The coordinates (Y_1, Y_2, Y_3) of the points of Figure 9 are given in the Table 2.

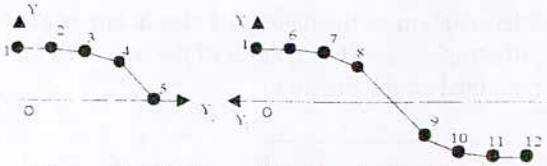


Figure 9 : Outlines of the longitudinal and transversal sections of the bundles with rounded form.

	Y_1	Y_2	Y_3
1	0	0	0.0675
2	0	0.103	0.0675
3	0	0.203	0.06
4	0	0.303	0.05
5	0	0.403	0
6	-0.103	0	0.0675
7	-0.203	0	0.06
8	-0.303	0	0.05
9	-0.597	0	-0.055
10	-0.697	0	-0.065
11	-0.797	0	-0.0725
12	-0.9	0	-0.0725

Table 2 : Coordinates of the points of Figure9.

The dimensions in the basic cell are the following (cf. Figure 2) :

$$EY_1 = EY_2 = 0.095 \text{ mm}$$

$$e_1 = 0.005 \text{ mm}$$

$$AY_1 = AY_2 = 0.805 \text{ mm}$$

$$e_2 = 0.005 \text{ mm}$$

$$BY_1 = BY_2 = 0.135 \text{ mm}$$

The meshes of the bundles and the resin of the quarter of the basic cell are given on the Figures 10, 11 and 12. The bundles' mesh is constituted of 512 first order Lagrangian pentahedrons. The resin's mesh is constituted of 32 first order Lagrangian tetrahedrons, 96 first order Lagrangian pentahedrons, and 192 first order Lagrangian hexahedrons.

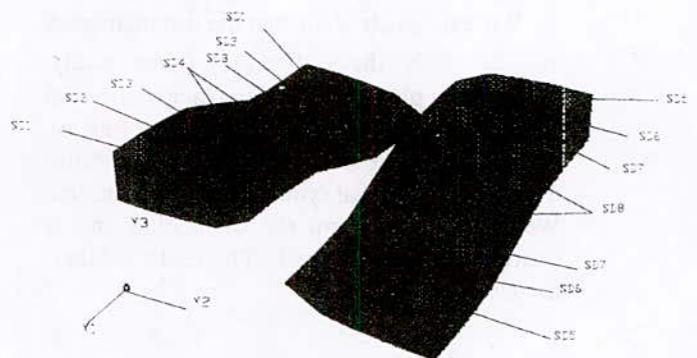


Figure 11 : Mesh of the bundles parallel to the direction Y_1 .

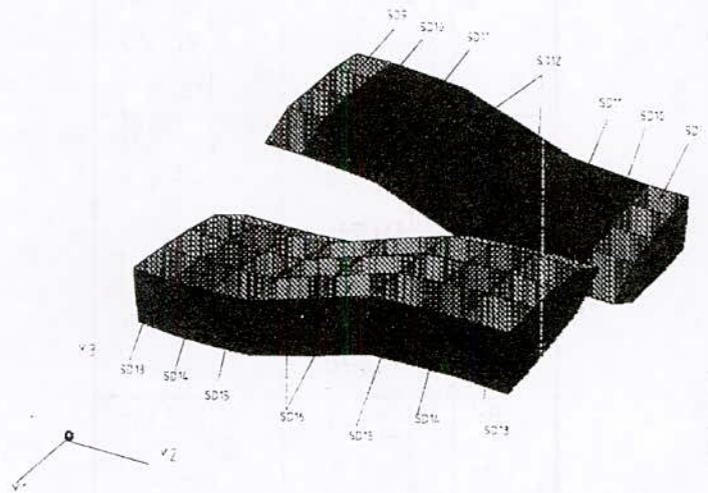


Figure 12 : Mesh of the bundles parallel to the direction Y_2 .

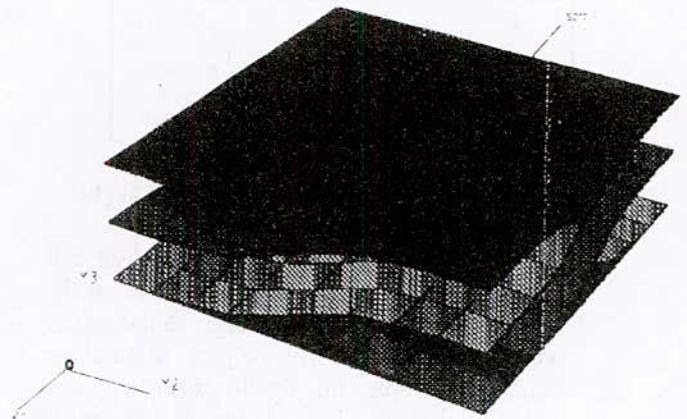


Figure 13 : Resin's mesh of the quarter of the basic cell.

7-2 Variation of the microscopic elastic coefficients in the bundles

The variational formulations (20) and (21) have been written with supposing that the microscopic elastic coefficients are constant in the bundles. However, we have seen in the § 6 that they are constant in the local axes of each cross section of the bundles, and they vary in the global axes (cf. Figure 7). To take into account this phenomenon, we have subdivided the bundles in many domains. Each domain contains the elements whose the cross sections have the same orientation with respect to the axes Y_1 and Y_2 (cf. Figure 7). The different domains in the basic cell are indicated in the Figures 11, 12 and 13.

For each domain, the elastic coefficients are calculated with the equations (28) and (29), the truncated matrix of the elastic coefficients of the bundles in their local axes is given by the equation (22). Notice, that the equations (28) and (29) describe a rotation of the cross-section around the axis Y_1 of the basic cell, they concern so the bundles parallel to the direction Y_2 . For the bundles parallel to the direction Y_1 , we have calculated their elastic coefficients in the global axes by applying similar equations to (28) and (29), the new equations not given in this paper describe a rotation of cross section around the axis Y_2 .

Another important remark concerns the variational formulations (20) and (21). They were written for a composite with three domains and microscopic elastic coefficients piecewise constants in each domain. We can generalise these variational formulations to our case, where we have fifteen domains.

7-3 Results and discussion

The obtained results for the homogenised elastic coefficients are presented in the Table 3 for the two types of homogenisation. For the homogenisation B, we present only the homogenised elastic coefficients in the plane (Y_1, Y_2) of the layer because we are in the framework of the thin elastic plates.

	Homo A	Homo B
E_1, E_2 (MPa)	25520	24690
E_3 (MPa)	12050	
G_{12} (MPa)	5550	5540
G_{13}, G_{23} (MPa)	4000	
ν_{12}	0.155	0.17
ν_{13}, ν_{23}	0.310	

Table 3 : Homogenised elastic coefficients (homogenisation A and B).

The elastic coefficients of the Table 3 are defined by the truncated compliance's matrix of the composite of the privileged system (Y_1, Y_2, Y_3) of the Figure 1 :

$$c = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{21}}{E_2} & -\frac{\nu_{31}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{32}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{13}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{4G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{4G_{31}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{4G_{12}} \end{pmatrix} (Y_1, Y_2, Y_3)$$

with $\frac{\nu_{21}}{E_2} = \frac{\nu_{12}}{E_1}$
 $\frac{\nu_{31}}{E_3} = \frac{\nu_{31}}{E_3}$
 $\frac{\nu_{23}}{E_2} = \frac{\nu_{32}}{E_3}$ (32)

In his work, PAUMELLE [] has supposed that the microscopic elastic coefficients of the bundles remain constants in the global axes (Y_1, Y_2, Y_3) of the basic cell and are given by the truncated matrix (22). To see the influence of this hypothesis on the values of the homogenised elastic coefficients of the considered material, we have performed again the calculation of the homogenised elastic coefficients with the same hypothesis than PAUMELLE. We present in the Table 4 our new results and the results of PAUMELLE.

	New results	PAUMELLE
E_1, E_2 (MPa)	25940	25200
E_3 (MPa)	12110	11000
G_{12} (MPa)	5550	5230
G_{13}, G_{23} (MPa)	3840	3260
ν_{12}	0.137	0.14
ν_{13}, ν_{23}	0.304	0.310

Table 4 : Homogenised elastic coefficients obtained with another hypothesis (microscopic elastic coefficients piecewise constants in the bundles).

The dimensions of the basic cell used by PAUMELLE are not in agreement with the thickness (0.28 mm) of the composite's layers, this explains the differences between the results in the Table 4.

Our new results have been obtained by a homogenisation A, we have to compare them to the results of the homogenisation A of the Table 3. The considered hypothesis results in important variations of some homogenised elastic coefficients (until 12 % for ν_{12}). Consequently, it is not valid.

Symmetries of the homogenised material's elastic law

The material's elastic law is orthotropic. For a reinforcement with a balanced fabric, this orthotropy is particular, because the Y_1 and Y_2 directions are then equivalent, and we must necessarily obtain $E_1 = E_2$, $G_{13} = G_{23}$ and $\nu_{13} = \nu_{23}$. In our calculations (homogenisation A and B) we have considered a fabric with balanced reinforcements, and these equalities are well verified by our results.

If the material was transversely isotropic about the normal Y_3 to the basic cell Y , the following relation must be verified :

$$G_{12} = \frac{E_1}{2(1 + \nu_{12})} \quad (33)$$

We have calculated of the G_{12} 's values in accordance with this formula for the two cases of the Table 3 and we have compared them with the G_{12} 's values directly obtained, the obtained results are presented in the Table 5 :

	Homo B	Homo A
Orthotropy	5540	5550
Orthotropy of revolution	10550	11050

Table 5 : Comparison between the G_{12} 's values in the orthotropic and orthotropic of revolution cases.

From this comparison, we can conclude that the relation (33) is not verified, and then that the material is not orthotropic of revolution. This is moreover in agreement with the theorem expressed at § 5-1. Because, in our case, the tensor-law's order is $p = 4$ and the order of the material symmetries of revolution is $n = 4$. The application of the theorem shows that the linear elastic behaviour's law can't be transversely isotropic about the axis Y_3 .

7-4 Influence of the elements' number into the mesh

Because of the heaviness of the homogenised elastic coefficients' calculation in the tridimensional case, it's interesting to know if the refinement of the mesh modifies considerably the results. The aim of this paragraph is to answer this question, by comparing the homogenised elastic coefficients' values obtained by calculations with three meshes differing by the elements'

number, we present the obtained results in the Table 6.

	768 elements	2248 elements	6144 elements
E_1, E_2 (MPa)	22520	25270	25490
E_3 (MPa)	12050	11920	11840
G_{12} (MPa)	5550	5450	5400
G_{13}, G_{23} (MPa)	4000	3930	3740
ν_{12}	0.155	0.157	0.133
ν_{13}, ν_{23}	0.310	0.310	0.309

Table 6 : Homogenised elastic coefficients obtained by three meshes differing by the elements' number.

We remark that with a mesh eight times more fine, the results vary very weakly (the variations are approximately 1 to 5 %). This allows us to say that from a certain elements' number, the influence of the mesh's refinement on the results is negligible.

8- Comparison with the experimental results

A testing set of simple compression on probes of the woven fabric composite, presenting different orientations in relation to the stress direction, has been carried out by TRAN ICH and al [19]. The obtained experimental values of the elastic coefficients are presented in the Table 7.

E_1 (MPa)	28780
E_2 (MPa)	27581
E_3 (MPa)	15610
G_{12} (MPa)	5149
ν_{12}	0.159
ν_{13}	0.395
ν_{23}	0.391

Table 7 : Elastic coefficients of the woven fabric composite, experimental values obtained by simple compression (TRAN ICH and al [19]).

We observe on the Table 7 that the Young's modulus E_1 in the warp direction is slightly different from the Young's modulus E_2 in the weft direction, this signifies that the composite isn't exactly balanced.

The agreement between the numerical values obtained by the homogenisation A (Table 3) and the experimental values is rather good. The differences can be explained by the influence of a lot of parameters, like :

- the resin's behavior, because, a weak error on the estimation of the resin's elastic

coefficients leads to a sensible variation of some calculated modulus (PAUMELLE and al [16]).

- the superposition of the fabric's layers, which is supposed regular in the model, while in reality it isn't, because we can have different resin's thickness between different layers, and the warp-weft crossings are not necessarily aligned in the material's thickness, we note sometimes an overlapping of the fabric's plies, a model taking into account this irregular superposition would give better results. The influence of a non ideal superposition of the layers is studied in the Part II of this work.

- the modelization of the bundles' form, which is doubtless different from the real form. The influence of the bundles' form is studied in the Part II of this work.

- the undulation of the warp and weft bundles, which is supposed the same, while in reality the warp's undulation is less strong than the weft's. The influence of the difference of the warp and weft bundles' undulation is analysed in the Part II of this work.

- the phenomenon of the warp-weft interactions into a fabric, due to the proximity of the reinforcements, this phenomenon can show itself by : a significant gap between experimental results and theoretical models and appearance of a non-linearity of the behaviour's law (CHEVALIER and al [7]).

9- Comparison with the mechanical characteristics of the cross-ply laminates

A type of composite, very widely used in the industrial applications, is the cross-ply constituted of a piling of layers with unidirectional bundles, the bundles' orientation varying from one layer to another. The cross-ply laminate to compare with the woven fabric composite is the cross-ply $[0,90^\circ]$ (cf. Figure 14). In order to determine the respective advantages of the cross-ply $[0,90^\circ]$ and the woven fabric composite, we calculate in this paragraph the homogenised elastic coefficients for the cross-ply laminate.

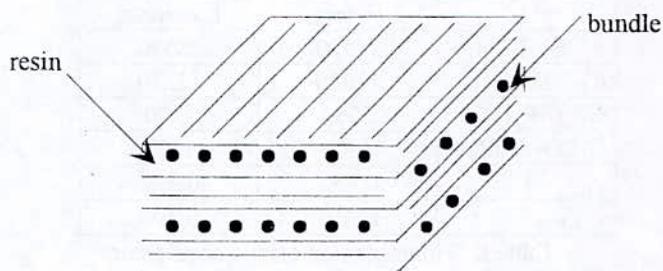


Figure 14 : Cross-ply laminate $[0,90^\circ]$.

For this calculation, we use bundles with rounded straight section, the thickness and the width being those of the bundle with rounded form of the Figure 9. The used basic cell for the calculation is presented on the Figure 15.

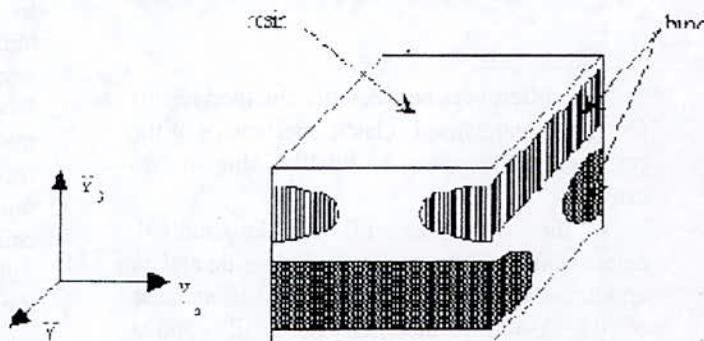


Figure 15 : Basic cell of the cross-ply laminate with discontinuous straight bundles.

The basic cell presenting the two material symmetry planes (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) , the calculation is carried out on the quarter of the cell (cf. § 6-2). The bundles' mesh is constituted of 128 first order Lagrangian pentahedrons. The resin's mesh is constituted of 3 first order Lagrangian tetrahedrons, 9 first order Lagrangian pentahedrons and 52 first order Lagrangian hexahedrons.

We compare the obtained results for the cross-ply laminate with discontinuous straight bundles with those obtained previously for the woven fabric composite. For the two composites, the resin's volume fraction is the same and equal to 32 %. The values of the homogenised elastic coefficients are presented in the Table 8 for the two composites.

	Fabric	Laminate
E_1, E_2 (MPa)	25520	28590
E_3 (MPa)	12050	12270
G_{12} (MPa)	5550	5320
G_{13}, G_{23} (MPa)	4000	3710
ν_{12}	0.155	0.122
ν_{13}, ν_{23}	0.310	0.300

Table 8 : Homogenised elastic coefficients for the woven fabric composite and for the cross-ply laminate with discontinuous straight bundles.

Remark

The same noting described at § 7-3 on the symmetries of the homogenised material's elastic law are valid in this case.

Discussion

The differences between the obtained results for the homogenised elastic coefficients of the two composites are essentially due to two causes :

- the difference of the longitudinal deformability between a straight bundle and an undulated bundle, which results in an increase of the Young's modulus $E_1 = E_2$ and a reduction of the Poisson's coefficient ν_{12} for the cross-ply laminate with respect to the woven fabric composite.

- the difference of the transversal deformability according to Y_3 between a straight an undulated bundle which results in an increase of the Young's modulus E_3 and a reduction of the Poisson's coefficients $\nu_{13} = \nu_{23}$ for the cross-ply laminate with respect to the woven fabric composite.

- for the cross-ply laminate, the presence in the plane (Y_1, Y_2) of layers entirely composed of resin, whose the total thickness is more important than for the woven fabric composite, leads to a reduction of the shearing's modulus G_{12} .

In conclusion, the cross-ply laminates are more outstanding for the Young's modulus (which increase) just as for the Poisson's coefficients (which decrease), they are less outstanding for the shearing's rigidity in the stratum's plane. However, the respective advantages and disadvantages of the two types of composites they don't only have to take into account the elastic properties, but also the behavior in the damage field. Because, a notable disadvantage of the cross-ply laminate is the damage by layers' delamination.

essentially due to the very strong difference of the Poisson's coefficients between two adjacent layers. The woven fabric composite for which two adjacent layers present the same mechanical characteristics, is less sensitive to this phenomenon.

9-2 Comparison with the mechanical characteristics of a cross-ply laminate with continuous straight bundles

In order to complete our study, we consider in this paragraph a cross-ply laminate $[0,90^\circ]$, form by a piling of layers constituted of continuous bundles with unidirectional fibres, two consecutive bundles' layers are separated by a resin's layer, the orientations of the bundles' fibres in two consecutive layers are respectively 0° and 90° (cf. Figure 16). Each layer of continuous bundle is considered as a material orthotropic of revolution, the revolution's axes being the unidirectional fibres' direction. Each resin's layer is considered as an isotropic material. The basic cell of the cross-ply laminate is presented on the Figure 17.

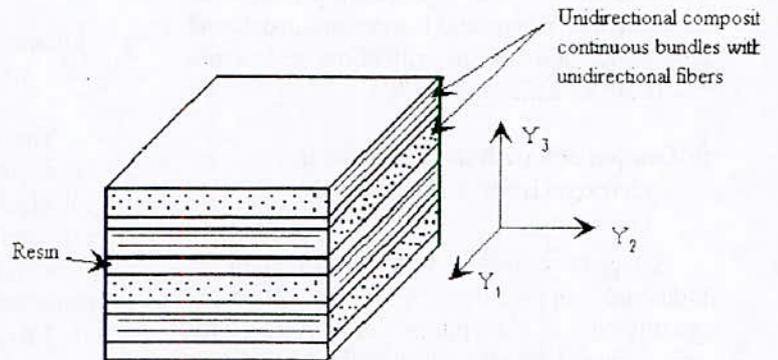


Figure 16 : Cross-ply laminate $[0,90^\circ]$ with continuous bundles.

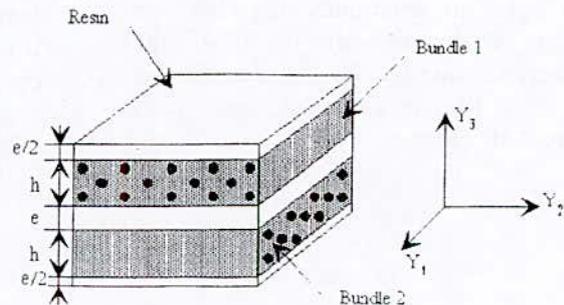


Figure 17 : Basic cell of the cross-ply laminate $[0,90^\circ]$ with continuous bundles.

The thickness h of the bundles' layers and e of the resin's layers have been calculated so that to obtain a resin's volume fraction of 32 %. we have :

$$h = 0.095 \text{ mm} \quad e = 0.044 \text{ mm}.$$

The global elastic coefficients of this material have been calculated by two methods: the homogenisation of periodic material and the rule of mixtures (cf. TSAI and al [20]). This last method constituting a very good approximation. because of the simplicity of the material's internal structure.

9-2-1 Calculation of the elastic coefficients by the rule of mixtures

We suppose that the material doesn't contain any holes and any cracks. The macroscopic stresses and strains of the composite are defined by the averages of their microscopic homologous on the basic cell. We have :

$$\left\{ \begin{aligned} \bar{\sigma}_{ij} &= \frac{1}{V} \int_V \sigma_{ij} dv = \frac{1}{V} \left(\int_{V_1} \sigma_{ij} dv + \int_{V_{b1}} \sigma_{ij} dv + \int_{V_{b2}} \sigma_{ij} dv \right) \\ \bar{\varepsilon}_{ij} &= \frac{1}{V} \int_V \varepsilon_{ij} dv = \frac{1}{V} \left(\int_{V_1} \varepsilon_{ij} dv + \int_{V_{b1}} \varepsilon_{ij} dv + \int_{V_{b2}} \varepsilon_{ij} dv \right) \end{aligned} \right. \quad (34)$$

where : V , V_r , V_{b1} and V_{b2} are respectively the volume of the basic cell, the volume of the resin, the volume of the bundle 1, and the volume of the bundle 2 (cf. Figure 17).

The average stresses and strains in the constituents are defined by the following equations :

$$\left\{ \begin{aligned} \bar{\sigma}_{ij}^r &= \frac{1}{V_r} \int_{V_r} \sigma_{ij} dv, \quad \bar{\sigma}_{ij}^{b1} = \frac{1}{V_{b1}} \int_{V_{b1}} \sigma_{ij} dv, \quad \bar{\sigma}_{ij}^{b2} = \frac{1}{V_{b2}} \int_{V_{b2}} \sigma_{ij} dv, \\ \bar{\varepsilon}_{ij}^r &= \frac{1}{V_r} \int_{V_r} \varepsilon_{ij} dv, \quad \bar{\varepsilon}_{ij}^{b1} = \frac{1}{V_{b1}} \int_{V_{b1}} \varepsilon_{ij} dv, \quad \bar{\varepsilon}_{ij}^{b2} = \frac{1}{V_{b2}} \int_{V_{b2}} \varepsilon_{ij} dv. \end{aligned} \right. \quad (35)$$

The introduction of the definitions (35) in the equations (34) leads to :

$$\left\{ \begin{aligned} \bar{\sigma}_{ij} &= f_r \bar{\sigma}_{ij}^r + f_{b1} \bar{\sigma}_{ij}^{b1} + f_{b2} \bar{\sigma}_{ij}^{b2} \\ \bar{\varepsilon}_{ij} &= f_r \bar{\varepsilon}_{ij}^r + f_{b1} \bar{\varepsilon}_{ij}^{b1} + f_{b2} \bar{\varepsilon}_{ij}^{b2} \end{aligned} \right. \quad (36)$$

where f_r , f_{m1} and f_{m2} are respectively the voluminal ratios of the resin, the bundle 1 and the bundle 2.

The global elastic law of the composite is defined by the tensor relating the average strains to the average stresses :

$$\bar{\varepsilon}_{ij} = C_{ijkh} \bar{\sigma}_{kh} \quad (37)$$

where the C_{ijkh} are the components of the compliance tensor of the material.

The global mechanical behavior of the laminate being orthotropic, its elastic law is defined with 9 coefficients : 3 Young's moduli, 3 Poisson's coefficients and 3 shearing's moduli. To determine these coefficients, we apply loading to the basic cell, corresponding to simple traction in the directions Y_1, Y_2, Y_3 , and simple shearing in the planes (Y_1, Y_2) , (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) . we use next the above given definitions for the macroscopic strains and stresses, just as the elastic laws of the different constituents.

9-2-2 Results and comparisons

In this paragraph, we discuss the obtained results for the cross-ply laminate with continuous bundles, with the help of the rule of mixtures' method and the homogenisation method. For this last method, in the quarter of the basic cell, the bundles' mesh is constituted of 100 first order Lagrangian hexahedrons, the resin's mesh is constituted of 75 first order Lagrangian hexahedrons. The obtained results are compared with the elastic coefficients of the woven fabric composite. The whole of these results is presented in the Table 9.

	A	B	C
E_1, E_2 (MPa)	25520	29910	29890
E_3 (MPa)	12050	10130	10130
G_{12} (MPa)	5550	6600	6600
G_{13}, G_{23} (MPa)	4000	2880	2880
ν_{12}	0.155	0.135	0.137
ν_{13}, ν_{23}	0.310	0.320	0.320

Table 9 : Homogenised elastic coefficients of the woven fabric composite and of the cross-ply laminate with continuous straight bundles.

- A : Woven fabric composite.
- B : Cross-ply laminate with continuous bundles, homogenisation method of periodic mediums.
- C : Cross-ply laminate with continuous bundles, the rule of mixtures' method.

Remark

The same noting described at § 7-3 on the elastic law's symmetries of the homogenised material are valid in this case.

Discussion

The examination of the results of Table 9 allows us to do the following noting :

- for the laminate with continuous bundles, the results obtained by the homogenisation method and the rule of mixtures method are almost identical. the excellent results obtained by the rule of mixtures are of course due, in this case, to the very simple structure of the material.

- for the laminate with continuous bundles, in comparison with the woven fabric composite: increase of the modulus $E_1 = E_2$, G_{12} and the Poisson's coefficients $\nu_{13} = \nu_{23}$, reduction of the moduli E_3 and $G_{13} = G_{23}$.

In comparison with the woven fabric composite, the structure of the laminate with continuous bundles is characterised by :

- the reinforcement in the directions Y_1 and Y_2 , due to the continuity et to the absence of the bundles' undulation, this results of course in an increase of the Young's moduli $E_1 = E_2$, and also of the shearing's modulus G_{12} , because the displacements' continuity in the plane (Y_1, Y_2) prevents the resin's layer from undergo important distortions ε_{12} .

- The presence of thick layers, perpendicular to Y_3 , entirely constituted of resin, this results, of course, in a reduction of the Young's modulus E_3 and an increase of the Poisson's coefficients $\nu_{13} = \nu_{23}$, just as a reduction of the shearing's moduli $G_{13} = G_{23}$, the displacements' continuity in the planes (Y_1, Y_3) and (Y_2, Y_3) being compatible with important distortions ε_{13} and ε_{23} for the resin's layers.

10- Conclusions

The principal conclusions we can extract from this work are the following :

1. The comparison between the homogenised elastic coefficients' values of the composites and the experimental values of TRAN ICH and al [19], shows rather agreement in general, in spite of the difficulty of a realistic characterisation of the internal structure : bundles' form, mechanical properties of the constituents, etc... This comparison is

then a confirmation of the validity of the homogenisation method of periodic materials.

2. The comparison between the homogenised elastic coefficients of the woven fabric composite with those of the cross-ply laminate $[0,90^\circ]$ with discontinuous straight bundles has showed that the latter presents higher Young's moduli, lower Poisson's coefficients, and a distortion's rigidity more weak in the stratum's plane. In fact, the use of the woven fabric material is justified by other advantages, like, for example, its behavior towards the damage by layers' delamination, this behavior is better the cross-ply laminate's. Otherwise, the perfect agreement between the homogenised elastic coefficients for the cross-ply laminate $[0,90^\circ]$ with continuous straight bundles, obtained by the homogenisation of periodic mediums and by the rule of mixtures, is another confirmation of the validity of the homogenisation of periodic mediums.

In conclusion, the homogenisation method of periodic mediums is a powerful and efficacious method for the calculation of the homogenised elastic coefficients of a material with complex internal structure, like the woven fabric material. The influences of other aspects of the composite's internal structure are analysed in the Parts II and III of this work.

REFERENCES

- [1] D. BEGIS , A. PERRONNET :
 " *Présentation du club MODULEF* " .
 INRIA , Mai 1980 .
- [2] A. BENSOUSSAN , J.L. LIONS , G. PAPANICOLAOU :
 " *Asymptotic analysis for periodic structures* " . North Holland Ed. .
 Amsterdam . 1978 .
- [3] J.P. BOEHLER :
 " *Anisotropie et comportement rhéologique des matériaux* " .
 Conférence Générale , C.R. 19ème
 Colloque du Groupe Français de

- Rhéologie . Novembre 1984 . dans
" Rhéologie des Matériaux Anisotropes
" . Editions CEPADUES . Toulouse .
1986 . p. 19-50 .
- [4] J.P. BOEHLER . P. HAMELIN . G.
VERCHERY :
" *Comportement des composites à
renforts tissus . Comportement
dynamique des composites* " . Pluralis .
Paris . 1990 .
- [5] J.P. BOEHLER . L. EL AOUI . J.
RACLIN :
" *On experimental testing methods for
anisotropic materials* " . Res
Mechanica . Vol. 21 . 1987 . p. 73-95 .
- [6] D. CAILLERIE :
" *Thin elastic and periodic plates* " .
Mathematical Methods in the Applied
Science . 6 . 1984 . p 159-191 .
- [7] Y. CHEVALIER . P. HAMELIN . D.
GENIN :
" *Interactions chaîne-trame dans les
tissus composites* " . dans " *Comportement des Composites à
Renforts Tissus . Comportement
Dynamique des Composites* " . J.P.
BOEHLER . P. HAMELIN et G.
VERCHERY eds . Edition Pluralis .
Paris . 1990 . p. 35-46 .
- [8] O. DEBORDES . J.M. BESSON . M.
TAEGER :
" *Homogénéisation de composites à base
de tissus de fibres* " . in "
- COMPOSITES STRUCTURES .
Design . Analysis . Optimization .
Fabrication . Defect " . Genral Editor
A. NIKU-LARI . Nice . 1988 . p.77-90
- [9] G. DUVAUT :
" *Etude de matériaux composites
élastiques à structure périodique,
Homogénéisation*" . Proc. Congres
IUTAM Delft. North-Holland. 1976.
- [10] G. DUVAUT :
" *Homogénéisation et matériaux
composites* " . in Trends and
Applications of Pure Mathematics to
Mechanics, 35. Lecture Notes in
Physics 195. Springer Verlag. 1984.
- [32] F. LENE :
" *Contribution à l'étude des matériaux
composites et de leur endommagement*
" . Thèse de Doctorat d'Etat ès
Sciences Mathématiques (Mécanique)
Université Paris 6 . 1984 .
- [12] D. GENIN . C. DOAN . P. HAMELIN :
" *Caractérisation et identification des
matériaux composites renforcés par
des tissus* " . dans " *Comportement des
Composites à Renforts Tissus .
Comportement Dynamique des
Composites* " . J.P. BOEHLER . P.
HAMELIN et G. VERCHERY eds .
Edition Pluralis . Paris . 1990 . p. 7-18

- [13] C. HERMANN :
" *Tensoren und Kristallsymmetrie* ".
Zeitschrift für Kristallographie. 89
(1934): 32-48.
- [14] F. LENE . A. HASSIM . P.
PAUMELLE:
" *Comportement homogénéisé des
composites tissés* " . dans "
Comportement des composites à
renforts tissés . Comportement
dynamique des composites " . J.P.
BOEHLER . P. HAMELIN et G.
VERCHERY eds . Edition Pluralis .
Paris . 1990 . p. 69-82 .
- [15] P. PAUMELLE :
" *Calcul et analyse du comportement des
structures composites tissées .
Méthodes intégrales et
homogénéisation* " . Thèse de Doctorat
de l'Université Paris 6 . 1991 .
- [16] P. PAUMELLE . A. HASSIM . F.
LENE:
" *Les composites à renforts tissés : calcul
et étude paramétrée du comportement
homogénéisé* " . La Recherche
Aérospatiale . No 1 . 1990 . p 1-12 .
- [17] E. SANCHEZ-PALENCIA :
" *Non homogeneous media and vibration
theory* " . Lecture Notes in Physics . n°
127 . Springer-Verlag . Berlin . 1980 .
- [18] P. SUQUET :
" *Plasticité et homogénéisation* " . Thèse
de Doctorat d'Etat ès Sciences
Mathématiques (Mécanique
Théorique) . Université Paris 6 . 1982
- [19] T. TRAN ICH . J.P. BOEHLER . B.
RECK :
" *Mechanical Behavior of Woven Fabric
Composite Materials under Complex
Stresses* " . (en préparation) .
- [20] S.W. TSAI . H.T. HAHN :
" *Introduction to composite materials* " .
Technomic Publishing Company .
1980 .

APPLICATIONS DE L'HUILE DE TOURNESOL ÉPOXYDÉE À LA STABILISATION THERMIQUE DU POLYCHLORURE DE VINYLE

M. T. BENANIBA^a, N. BELHANECHÉ- BENSEMRA^b

^a : Département Génie des polymères, Institut de Chimie Industrielle, Université de Sétif .

^b : Département Génie de l'environnement, Ecole Nationale Polytechnique, BP182, El-Harrach, Alger.

ملخص

تم التأكسد الجسري لزيت عباد الشمس ودراسة مميزاته. درس التلف التدريجي بفعل الحرارة في جو من الأكسجين لمتعدد قنيل الكلور (PVC) عند درجة الحرارة 180 C ثم تم تحليل تأثيرات مختلفة النسب التركيبية من الكربوكسيلاط المعدنية (ستيارات Ba/Cd و Ca/Zn). لقد قيمت الثباتية الحرارية لمختلف التشكيلات المقترحة اعتمادا على كمية حمض الكلور HCL المتحررة من متعدد قنيل الكلور بواسطة المعايرة البوتنسيوميتريية كذلك تم تحليل تطور اللون. بينت النتائج المتحصل عليها بأن زيت عباد الشمس المؤكسد جسريا له تأثير تثبيتي على التلف الحراري لمتعدد قنيل الكلور كذلك بتخفيض سرعة نزع الكلور وتأخير الاصفرار. تمت مناقشة الميكانيزمات.

كلمات مفاتيح :

متعدد قنيل الكلور (PVC) التلف أكسيدي حراري ، ثبات ، زيت عباد الشمس المؤكسد جسريا ، كربوكسيلاط معدنية ، نزع حمض الكلور .

Abstract

Sunflower oil was epoxidized and characterized. The thermo-oxidative degradation of polyvinyl chloride (PVC) at 180 °C was investigated. The effects of different metal carboxylates combinations (Ba/Zn and Ca/Zn stearates) in the presence of epoxidized sunflower oil were analysed. The thermal stabilities were evaluated on the basis of evolved hydrogen chloride determined by potentiometric titration. The development of color of the various formulations considered was also analysed.

The results obtained showed that epoxidized sunflower oil exert a stabilizing effect on the degradation of PVC by decreasing its rate of dehydrochlorination and by retarding its yellowing. The involved action mechanisms are discussed. Key words : PVC, thermo-oxidative degradation, stabilization, epoxidized sunflower oil, metal carboxylates, dehydrochlorination, coloration.

Résumé

L'huile de tournesol a été époxydée et caractérisée. La dégradation thermo- oxydante du polychlorure de vinyle (PVC) a été étudiée à 180 °C. Les effets de différentes combinaisons de carboxylates métalliques (stéarates de Ba/Cd et Ca/Zn) en présence d'huile de tournesol époxydée ont été analysés. Les stabilités thermiques ont été évaluées en se basant sur la quantité d'HCl libéré par le PVC déterminée par titrage potentiométrique. L'évolution de la coloration des différentes formulations considérées a également été analysée.

Les résultats obtenus ont montré que l'huile de tournesol époxydée exerce un effet stabilisant sur la dégradation thermique du PVC en ralentissant sa vitesse de déshydrochloruration et en retardant son jaunissement. Les mécanismes d'action mis en jeu sont discutés.

Mots clés : PVC, dégradation thermo-oxydante, stabilisation, huile de tournesol époxydée, carboxylates métalliques, déshydrochloruration, coloration.

I- Introduction

Le polychlorure de vinyle (PVC) est un important polymère technique. L'un des problèmes majeurs associés à sa transformation et à son utilisation est sa faible stabilité thermique. Ainsi, un départ d'acide chlorhydrique (HCl) en chaîne peut-être observé dès que le polymère est chauffé à 80 °C alors que sa température de transformation est généralement comprise entre 180 et 200°C. Ce phénomène s'accompagne de la formation de doubles liaisons conjuguées qui sont responsables de la coloration progressive du polymère allant du jaune jusqu'au noircissement final.

Pour un taux de départ d'HCl d'environ 1 %, il y a perte des propriétés mécaniques du matériau [1-6]. De plus, l'HCl libéré est nocif aussi bien pour les ouvriers que pour les machines de transformation.

La faible stabilité thermique du PVC nécessite l'incorporation de stabilisants thermiques lors de la mise en œuvre. Les stabilisants thermiques sont des produits destinés à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables d'altérations de la structure pendant la mise en œuvre ou l'utilisation [7].

Les composés époxy sont connus comme stabilisants organiques du PVC [8]. Leur activité est essentiellement liée à la quantité d'oxygène oxyrane qu'ils comportent [9]. Ils sont généralement considérés comme stabilisants secondaires utilisés pour améliorer l'efficacité des carboxylates métalliques. Ils agissent en tant que capteurs de l'HCl libéré par le PVC [10-14], et retardateurs de l'apparition d'une coloration visible [15- 17]. Ces effets stabilisants ne sont pas observés en l'absence des carboxylates métalliques [12].

Dans ce travail, l'huile de tournesol a d'abord été époxydée. L'effet stabilisant de l'huile de tournesol époxydée (HTE) sur la dégradation thermique du PVC a été ensuite considéré en présence et en l'absence de carboxylates métalliques (stéarates de Ba/Cd et Ca/Zn).

Cette étude entre dans le cadre des projets de recherche faisant partie du programme national de

recherche portant sur la valorisation des matières premières et industries. Il vise à synthétiser un nouveau stabilisant thermique du PVC qui est l'huile de tournesol époxydée et à tester ses performances.

II- Méthodologie Expérimentale.

II-1. Produits chimiques

Le PVC utilisé est un produit commercial de l'Entreprise Nationale des Industries Pétrochimiques (ENIP) de Skikda. Sa valeur K est d'environ 65-67. Les stéarates de Ca, Zn, Ba et Cd, l'acide stéarique (lubrifiant) ainsi que le di (2-ethyl hexyl) phtalate ou DEHP (plastifiant) sont des produits commerciaux utilisés tels quels. L'huile de tournesol époxydée (oxygène oxyrane O.O = 6,4 %) a été préparée par époxydation de l'huile de tournesol commerciale. Tous les solvants de grade analytique (Prolabo) ont été utilisés tels quels. La résine échangeuse d'ions (Amberlite IR-120) et le peroxyde d'hydrogène(30 %) proviennent de chez ALDRICH.

II-2 . Préparation de l'huile de tournesol époxydée

L'époxydation de l'huile de tournesol a été effectuée à 50 °C utilisant l'acide peracétique préparé in situ en faisant réagir le peroxyde d'hydrogène (30 % V/V) avec un excès d'acide acétique glacial en présence de l'Amberlite IR 120 [18]. Le degré d'époxydation a été déterminé [19].

II-3. Préparation des films de PVC

Les films ont été préparés en utilisant la formulation suivante : 100g de PVC stabilisé par 1g de stéarates de Ba/Cd ou Ca/Zn (rapport en poids : 1/1) en absence et en présence de 5g d'huile de tournesol époxydée; 1g d'acide stéarique et 30g de DEHP. Les films ont été préparés sur mélangeur à deux cylindres à 180 °C.

II-4. Analyse de la coloration

L'évolution de la coloration des films en fonction du temps de traitement thermique a été évaluée à l'aide de l'échelle des couleurs SYNMERO comme décrit par Ocskay et al. [20].

II-5. Déshydrochloruration thermique

Les films utilisés pour l'essai de déshydrochloruration (DHC) ont été préparés sur mélangeur à deux cylindres chauffés à 180 °C. L'HCl libéré à 180 °C par le PVC est entraîné par un courant d'air circulant à un débit de 330 ml/mn et dosé par titrage potentiométrique selon un protocole normalisé [21].

II-6. Essai sur plastographe Brabender

Les mélanges à base de PVC considérés ont été traités dans un plastographe Brabender de type W60 à une température de 170 °C et une vitesse de rotation de 30 tours/ mn.

II-7. Analyse UV- visible

Les échantillons de PVC traités thermiquement ont été purifiés par deux cycles de dissolution dans le tétrahydrofurane (THF) et précipitation au méthanol. Les poudres obtenues ont été ensuite séchées sous vide à température ambiante pendant 24 h. Des solutions de PVC purifié ont été préparées dans le THF distillé (C= 1 g/l) et leurs spectres enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre UV- visible de marque UNICOM- Vision 32 VI-10.

III- Résultats et interprétations

Afin d'évaluer l'efficacité des stabilisants thermiques, il est important de connaître leur capacité à prévenir la coloration du PVC. Dans le cadre de cette étude, l'échelle SYNMERO des couleurs a été utilisée. Les figures 1 et 2 illustrent les courbes d'évolution de la coloration des films de PVC contenant les différents systèmes stabilisant considérés.

En l'absence des carboxylates métalliques, l'HTE n'a aucun effet sur la retardation du développement de la coloration. Un jaunissement progressif a lieu en fonction du temps de traitement thermique

Par contre, en leur présence, une remarquable absence de coloration initiale a été observée. Ces résultats indiquent clairement que les effets stabilisants de l'HTE ne peuvent être observés en l'absence des carboxylates métalliques

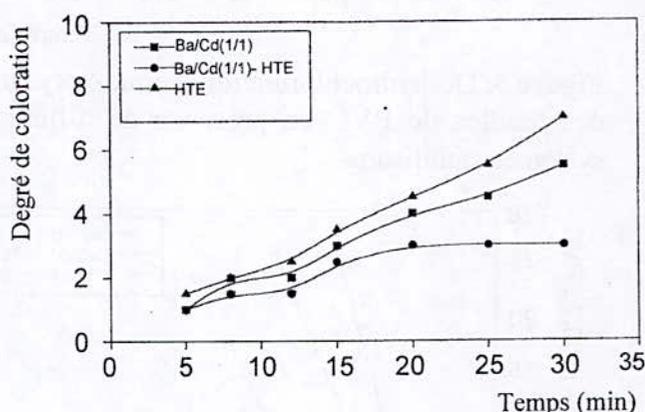


Figure 1. Evolution de la coloration des feuilles de PVC contenant différents systèmes stabilisants.

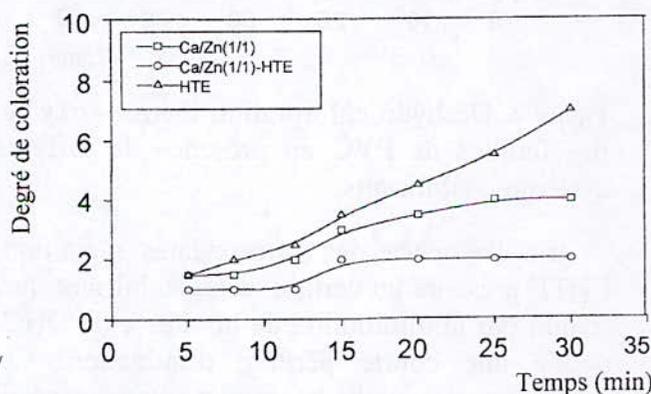


Figure 2. Evolution de la coloration des feuilles de PVC contenant différents systèmes stabilisants.

Les courbes cinétiques de déshydrochloruration sont illustrées par les figure 3 et 4. De faibles quantités d'HCl sont libérées par le PVC dès le début du traitement thermique à 180 °C.

La vitesse de DHC peut être divisée en deux étapes : une faible vitesse de libération d'HCl

suivie par une plus rapide DHC après consommation du système stabilisant.

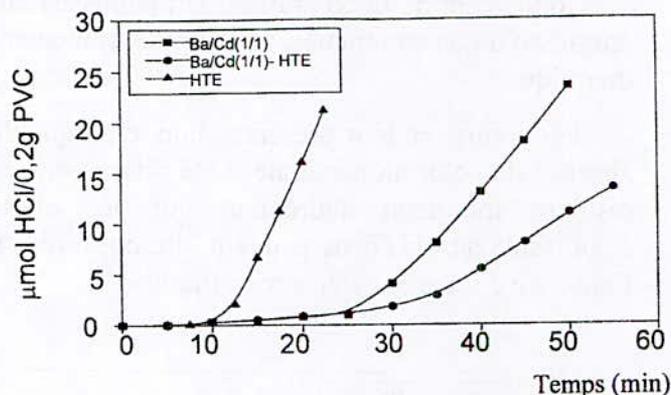


Figure 3. Déshydrochloruration thermo- oxydante des feuilles de PVC en présence de différents systèmes stabilisants.

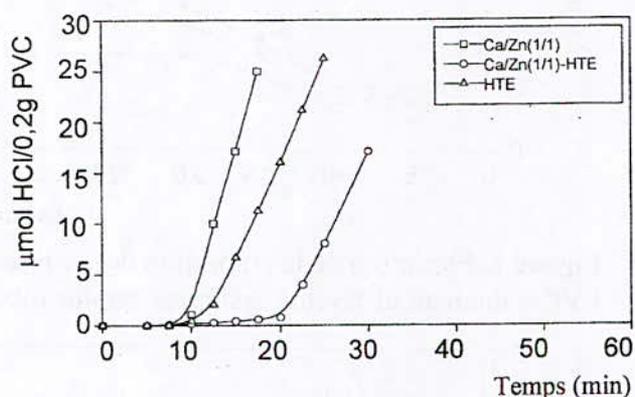
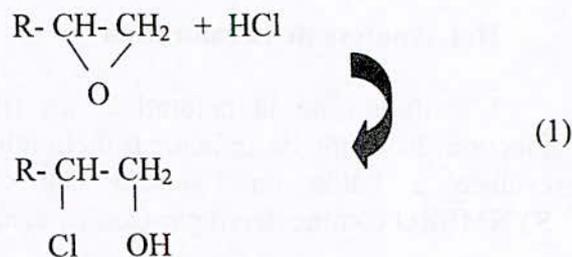


Figure 4. Déshydrochloruration thermo- oxydante des feuilles de PVC en présence de différents systèmes stabilisants.

En l'absence des carboxylates métalliques, l'HTE présente un certain effet stabilisant qui se traduit par la diminution de la vitesse de DHC et donne une courte période d'induction. Cette dernière correspond à la première étape ou section de la courbe cinétique de DHC. Ainsi, l'effet stabilisant de l'HTE sur la dégradation thermique du PVC peut être considéré comme résultant de la réaction facile de l'HCl avec le groupe époxy (réaction 1) ce qui a pour conséquence de réduire son effet catalytique sur la dégradation thermique. Par ailleurs, comme le montrent les figures 3 et 4, l'addition des carboxylates métalliques à l'HTE augmente considérablement la période d'induction ou le temps de stabilité thermique (TS).



Le tableau 1 regroupe les valeurs des temps de stabilité thermique ainsi que les vitesses initiales de DHC déterminées à partir des pentes correspondant à la première étape de la DHC pour les différents systèmes stabilisants considérés.

Tableau 1. Données relatives à la déshydrochloruration à 180 °C des films de PVC contenant les différents systèmes stabilisants considérés.

Système stabilisant	TS (min)	Vitesse de DHC* (μmol HCl / g PVC.min)
HTE	12	0,16
Ba/Cd(1/1)	25	0,04
Ba/Cd(1/1)- HTE	32	0,06
Ca/Zn(1/1)	9	0,11
Ca/Zn(1/1)- HTE	20	0,04

* vitesse correspondant à la première étape de la DHC.

Par ailleurs, l'effet stabilisant de l'HTE en présence des carboxylates métalliques a été également confirmé par une étude faite sur le plastographe Brabender.

La figure 5 illustre l'évolution du couple de torsion en fonction du temps de traitement thermique. Elle montre que l'addition de l'HTE aux carboxylates métalliques provoque une augmentation du temps de stabilité de 12 minutes (Ba/Cd) à 18 minutes (Ba/Cd- HTE).

Les réactions de substitution des chlores allyliques instables du PVC par les groupes esters provenant des carboxylates métalliques (réactions 2 et 3) et les groupes éthers provenant de l'HTE (réaction 4) fournissent une explication aux effets

réactions de substitution des chlores allyliques instables du PVC par des groupes esters et éthers plus stables thermiquement, ce qui conduit à la formation de courtes séquences polyéniques qui sont responsables de l'absence de coloration initiale.

Remerciements

Ce travail a été financé par l'Agence Nationale pour le Développement de la Recherche Universitaire (ANDRU).

REFERENCES

- [1] Geddes, W. C., Rubber Chem.Technol., 1967, 40, 177.
- [2] Abbas, K. B. & Sorvik, E. M., J. Appl. Polym. Sci., 1975, 19, 2991
- [3] ParK, G. S., J. Macromol. Sci. Phys., 1977, B14, 151.
- [4] Varma, I. K. & Sharma, K.K., Angew. Macromol. Chem., 1978, 66, 105.
- [5] Vymazal, Z., Czako, E., Volka, K. & Stepek, J., Eur. Polym. J., 1985,16, 149.
- [6] Starnes, W. H., J. Am. Chem. Soc-Symp. Ser., 1981, 151, 197.
- [7] A. Dobraczynski, M.piperaud, J. P. trotignon & J. Verdu, Les matières plastiques, Editions de l'usine nouvelle, Paris, 1982.
- [8] Stepek, J. & Daoust, H., Additives for Plastics, Springer Verlag, New York, 1983
- [9] Dworkin, R. D., J. Vinyl Technology, March 1989, 11(1), 15.
- [10] Klemchuk, P. P., Adv. Chem. Sci., 1968, 85,1
- [11] Wypych, J., J. Appl. Polym. Sci., 1975, 19, 3387.
- [12] Bensemra, N., Thèse de doctorat, Université Claude Bernard Lyon 1, France, 1989.
- [13] Okieimen, F. E. & Ebhoaye, J. E., J. Appl. Polym. Sci.,1993, 48, 1853.
- [14] Okieimen, F. E. & Sogbaike, C. E., Eur. Polym. J., 1996, 32(12), 1457.
- [15] Anderson, D. F. & McKenzie, D. A., J. Polym. Sci., 1970, A1(18), 2905.
- [16] Hopff, H., Polyepoxides as stabiliser for PVC In stabilisation of polymers and stabiliser processes. Advances in Chemistry series 85 (edited by F.Gould). American Chemical Society (1986).
- [17] Iida, T., Kawato, J., Maruyama, K. & Goto, K., J. Appl. Polym. Sci., 1987, 34, 2355.
- [18] Benaniba, M. T., Belhaneche, N. Gelbard, G., results non publiés.
- [19] A.O.C.S . Official Method Cd 9.57 revised 1979.
- [20] Ocskay, Gy., Nyitrai, Zs., Varfalvi, F.& Wein, T, Eur. Polym. J., 1971, 7, 1135.
- [21] Vymazal, Z., Czako, E., Meissner, B. & Stepek, J., Plasty Kauc, 1974, 11, 260.

CARACTERISATION D'UN CHARBON ACTIF PREPARE A PARTIR DU MARC DE CAFE

K. BENRACHEDI ; A. MEKARZIA ; M. Z. MESSAOUD BOUREGHDA

Laboratoire de Recherche en Technologie Alimentaire,
BP 70, Université de Boumerdès, 35000, Boumerdès, Algérie.

N. BELHANECHÉ-BENSEMRA ; A. NAMANE

Laboratoire de recherche en Sciences et Techniques de l'Environnement,
Ecole Nationale Polytechnique, BP 182 El-Harrach, Alger, Algérie.

ملخص :

الهدف من هذا العمل يتضمن إيجاد و دراسة خصائص فحم منشط أوجد من ثقل القهوة، ثقل القهوة نشط كيميائيا و حراريا لتغيير تركيبته، طبيعة موقعه. كلمات مفاتيح : نفيات امتزاز خصائص ثقل القهوة.

Abstract:

The aim of the present work consists to prepare and to characterise an activated carbon from coffee grounds. Physical and chemical activation have been done. The development of porous texture has been proved by scanning electron microscopy. The determination of the BET specific area and analysis by Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR) have been done characteristic. Experimental results shows that activated carbon from coffee grounds presents adsorption characteristics similar to those of commercial activated carbons.

Key Words : Waste, Adsorption, Characterisation, Coffee grounds.

Résumé :

Le but de ce travail consiste à préparer et à caractériser un charbon actif préparé à partir d'un marc de café. Une activation physique et chimique a été effectuée. Le développement de la texture poreuse a été démontré par microscope électronique à balayage. La détermination de la surface spécifique de BET a été réalisée ainsi que l'analyse par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF). Les résultats expérimentaux de caractérisation obtenus montrent que le marc de café présente des caractéristiques similaires à celles charbons actifs commerciaux.

Mots clés : Déchet, Adsorption, Caractérisation, Marc de café.

1. INTRODUCTION

Depuis la mise en évidence des produits adsorbants vers la fin du 18^{ème} siècle, la préparation et la caractérisation des charbons actifs est devenue d'autant plus nécessaire que de tels matériaux poreux peuvent avoir diverses applications (1). En effet, ils sont utilisés pour retenir des substances souvent nocives, aussi bien en phase gazeuse qu'en phase liquide. Ainsi, ils interviennent dans la purification des gaz, des eaux polluées comme supports de catalyseurs (2).

Par ailleurs, actuellement, on s'intéresse de plus en plus à la protection de l'environnement. Par conséquent la valorisation des déchets s'impose.

Ainsi, chaque jour d'énormes quantités de marc de café sont rejetées dans la nature. Ce déchet possède toutes les caractéristiques propices pour qu'il devienne, en subissant au préalable, des traitements chimiques et thermiques, un matériau adsorbant utilisable (3).

C'est pourquoi, nous avons envisagé de préparer à partir de ce déchet, un matériau adsorbant et de le caractériser.

2. PARTIE EXPERIMENTALE

Nous avons préparé et caractérisé le charbon actif.

2.1. Matériels

La matière de base utilisée est le marc de café auquel on a fait subir des traitements physico-chimiques (3). Le marc de café activé est pulvérisé à l'aide d'un broyeur et tamisé avec un appareil Prolabo équipé de tamis normalisés AFNOR.

L'analyse granulométrique du marc activé a été effectuée sur un granulomètre à laser de type MASTERSIZER.

La mesure de la surface spécifique du marc activé a été effectuée à l'aide d'un appareil volumétrique discontinu MICROMETRICS modèle 2100E. L'appareil utilise le procédé d'adsorption en multicouches de gaz à basse température suivant la théorie de B.E.T.

Les mesures du potentiel zéta du marc activé ont été effectuées à l'aide d'un MICROMETRICS zéta potentiel analyser.

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Nous avons comparé les propriétés de notre charbon actif que nous appellerons « marc activé » avec celles d'un charbon actif appelé « charbon actif A ».

3.1. Répartition granulométrique

La répartition granulométrique effectuée sur l'échantillon de marc activé nous a donné les résultats suivants :

- Diamètre moyen des grains = 32,93 μm
- 10% de l'échantillon a une bille inférieure à 7,43 μm
- 90% de l'échantillon a une bille inférieure à 68,63 μm
- 80% des particules ont une granulométrie entre 8 et 70 μm
- La largeur de la distribution est $(68,63 - 7,43) / 26,05 = 2,35 \mu\text{m}$.

La dispersion des résultats des différents échantillons illustrée sur les figures 1 et 2 est faible, toutefois plus importante aux extrémités

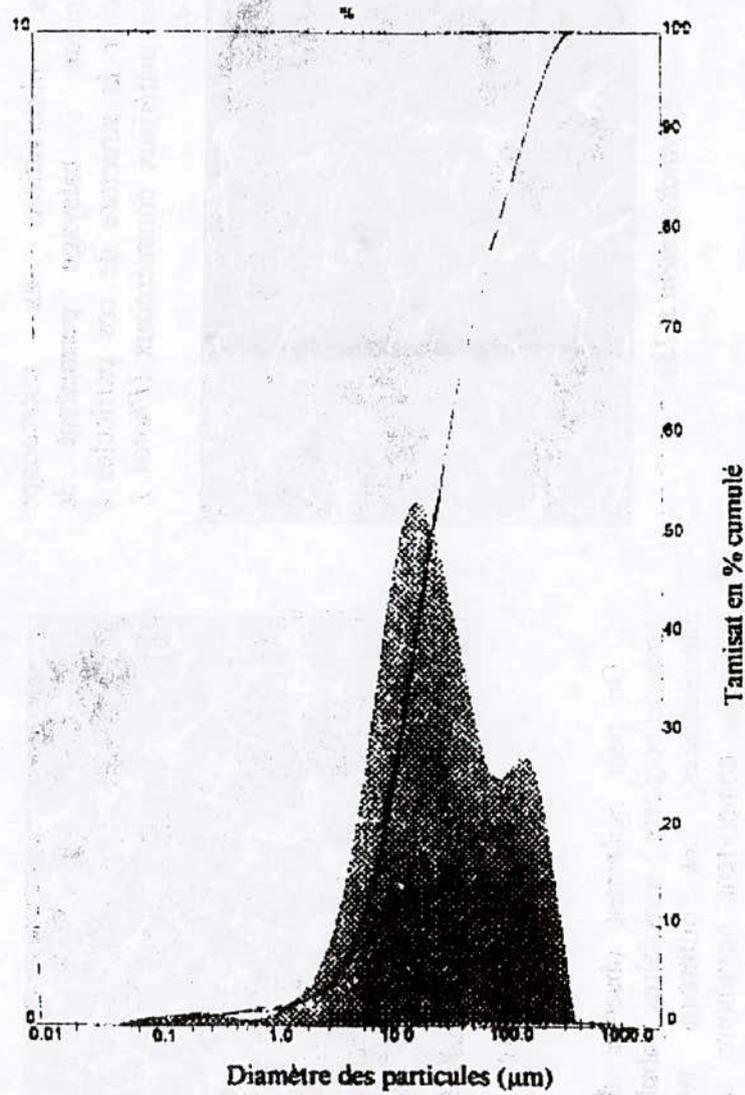


Figure n° 1 : Répartition granulométrique du charbon actif A

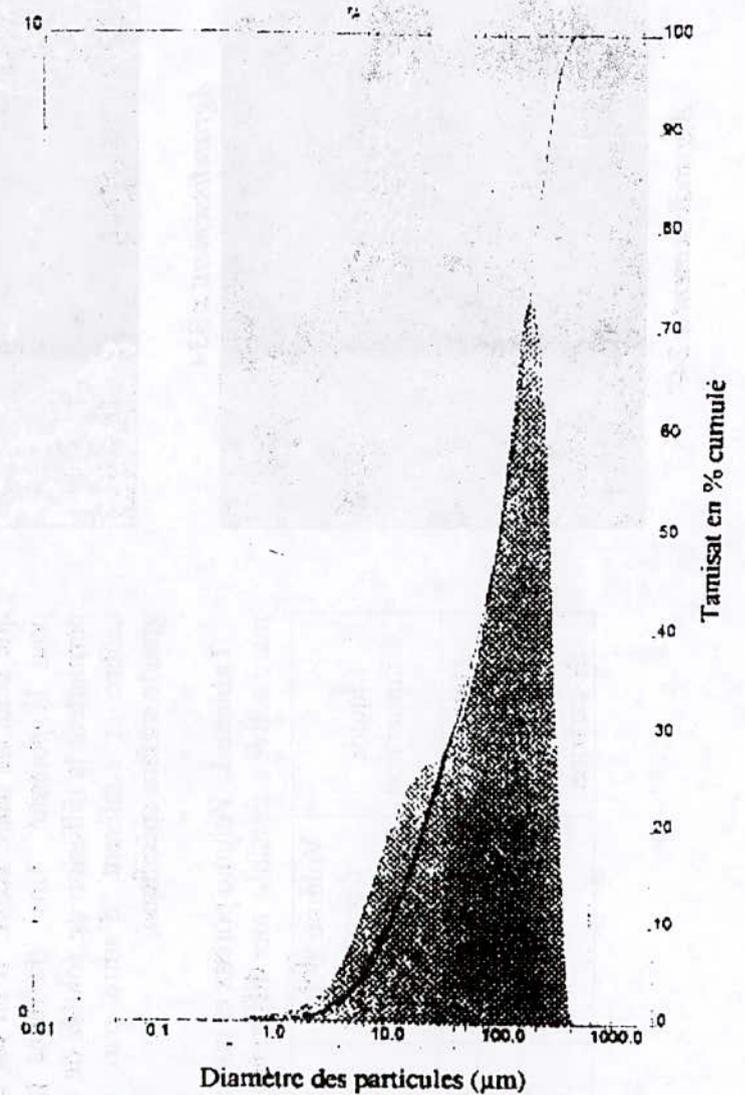
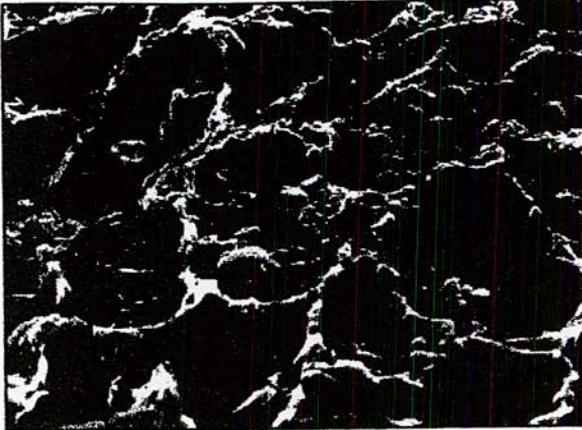


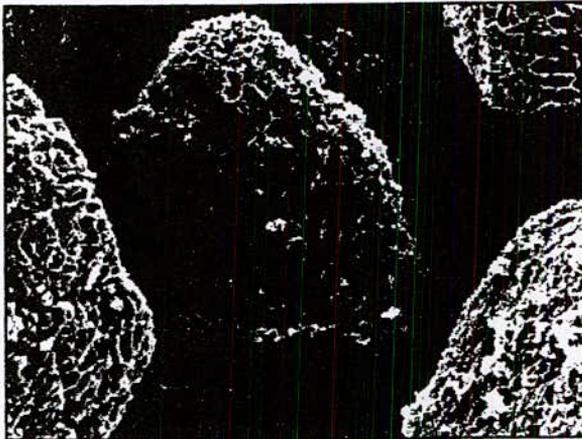
Figure n° 2 : Répartition granulométrique du marc active

3.2. Microstructure

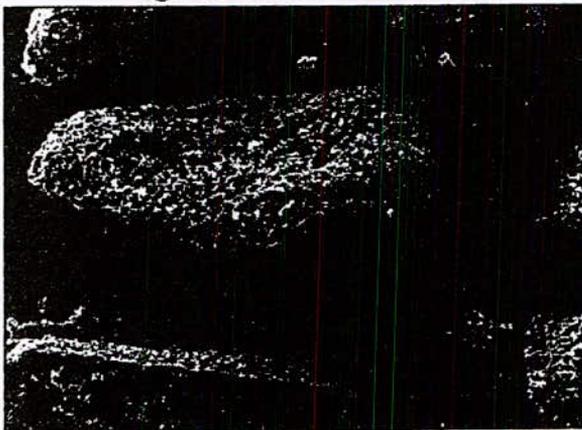
Les observations au microscope électronique à balayage permettent de rapprocher la structure de ces particules à celle des matériaux commerciaux (Photos 1, 2, 3 et 4).



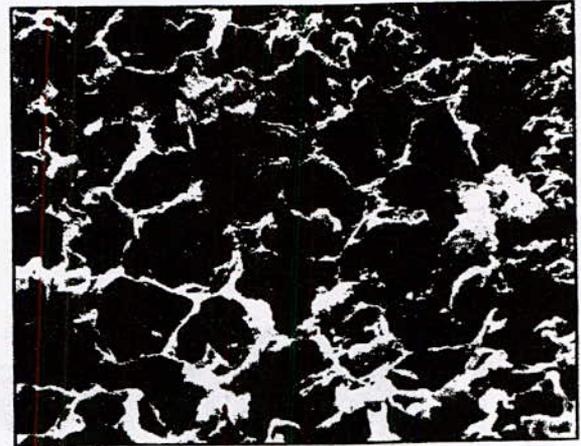
Agrandissement x 2327



Agrandissement x 334



Agrandissement x 248



Agrandissement x 1253

On peut également observer différents types de porosités : alvéolaires, tubulaires ou intermédiaires. Les différents types de particules comportent néanmoins un point commun qui réside en leur forte porosité.

En effet, les résultats illustrés sur les *tableaux 1* et *2* nous permettent de dire que les deux charbons comportent essentiellement des micro-pores et éventuellement des macropores. En outre, le volume poreux total du charbon actif A est légèrement plus grand que celui du marc activé. Il en est de même pour la porosité. Ainsi, de telles particules permettent la diffusion de solutés de très haut calibre et confèrent, d'autre part une très grande surface spécifique.

Tableau 1. Volume poreux et porosité du marc activé accessible aux différents liquides

Liquide d'immersion	Volume global des pores (Volume poreux cm ³ /g)	Porosité
Méthanol	1,017	0,508
Benzène	0,921	0,460
Tétrachlorure de carbone	0,899	0,449

Tableau 2. Volume poreux et porosité du charbon actif A accessibles aux différents liquides

Liquide d'immersion	Volume global des pores (Volume poreux cm ³ /g)	Porosité
Méthanol	1,334	0,667
Benzène	1,267	0,638
Tétrachlorure de carbone	1,250	0,625

3.3. Analyse élémentaire :

Par ailleurs, d'autres analyses ont été effectuées sur le matériau ainsi obtenu, notamment des analyses élémentaires, dont les résultats sont rapportés dans le *tableau 3* et qui montrent la grande richesse du matériau en carbone. On constate, en outre, la présence d'azote alors qu'un tel matériau carbonisé devrait être dépourvu. Elle s'expliquerait par une mauvaise oxydation des acides aminés.

Par contre, les résultats obtenus illustrés dans le *tableau 4* montrent une prépondérance de l'élément zinc du certainement à son utilisation pour l'activation et dont l'oxyde qui se forme pendant la carbonisation est peu soluble dans l'eau distillée.

Tableau 3. Analyses élémentaires du marc activé carbonisé

Eléments	(%) pondéral
N	3,68
H	0,93
O	2,50
C	92,89

Tableau 4. Résultats de l'analyse par fluorescence X du marc activé carbonisé

Eléments	(%) pondéral
CaO	0,59
MgO	0,23
P ₂ O ₅	0,48
ZnO	17,46
CuO	0,12
F ₂ O ₃	0,12

En plus du calcium et du magnésium qui sont apportés par l'eau lors de préparation du café, les autres éléments présents proviennent certainement des agents activants en particulier le phosphore dont la teneur est relativement élevée.

3.4. Surface spécifique

La mesure de la surface spécifique est basée sur le phénomène de l'adsorption physique de l'azote par des échantillons solides, consiste à déterminer le volume d'azote physisorbé nécessaire pour former une couche monomoléculaire. La connaissance de ce volume permet de calculer la surface de charbon ramené à 1 g d'échantillon. L'appareil utilise le procédé d'adsorption en multicouches de gaz à basse température suivant la théorie de B.E.T et représentée par l'équation linéarisée suivante (4) :

$$\frac{(P/P_0)}{V_x(1-P/P_0)} = \left(\frac{1}{V_m \times k} \right) + \left[\frac{(k-1) \times P}{V_m \times k} \right]$$

P : Pression de N₂ à l'équilibre.

P₀ : Pression de vapeur saturée du gaz.

k : Constante qui dépend des chaleurs d'adsorption et de liquéfaction du gaz.

V : Volume de gaz adsorbé à la pression « P »

V_m : Volume de gaz nécessaire pour l'établissement d'une couche moléculaire complète.

Connaissant l'aire σ_m occupée par une molécule adsorbée à la surface de solide, il est possible de calculer la surface spécifique notée S_{BET} (m²/g) à l'aide de (4) :

$$S_{BET} = \left[\frac{N}{224,4} \right] \times V_m \times \sigma_m$$

σ_m = 16,2 Å²

N : nombre d'Avogadro (N = 6,022x10²³)

La droite obtenue en portant (P/P₀)/V(1-P/P₀) en fonction de (P/P₀) donne accès à V_m et donc à la surface spécifique. En traçant le graphe P/(P - P₀). V en fonction de P/P₀, On obtient une droite de pente P (*figure 3*).

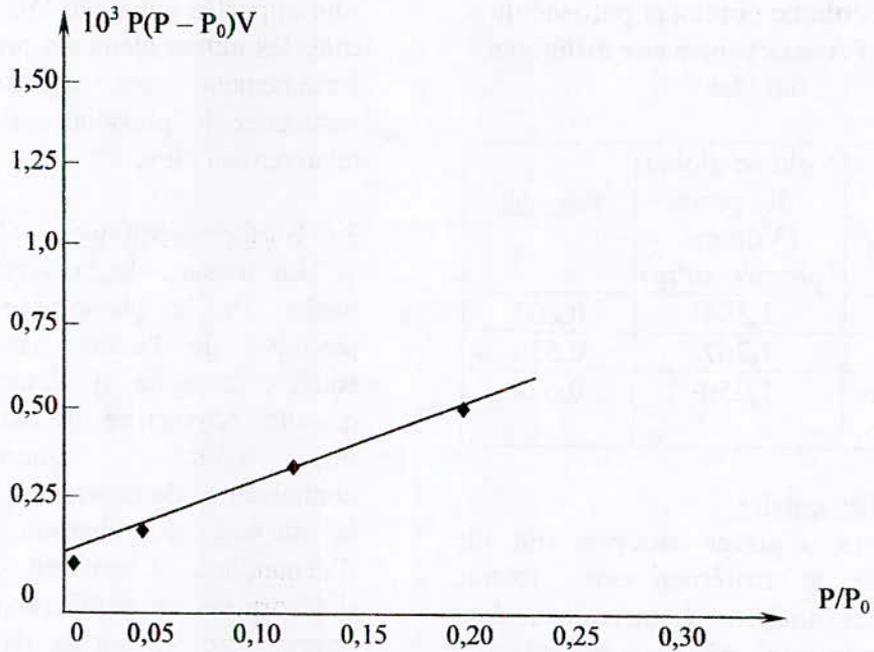


Figure 3. Transformée linéaire BET pour le marc activé

Les essais effectués sur différents échantillons ont donné des valeurs allant de 973 à 1024 m²/g.

Les mêmes expériences effectuées sur du charbon actif A donnent des valeurs allant de 800 à 950 m²/g.

3.5. Potentiel Zéta

Le potentiel zéta est déduit de l'équation de HELMHOLTZ - SMOLUCKOWSKI, il est donné par la formule suivante (4):

$$\zeta = \frac{V_E x \eta}{D}$$

V_E : mobilité électrophorétique (mV/cm)

η: viscosité dans l'eau

D : constante diélectrique du milieu.

Les courbes de la figure 4 montrent que les deux charbons présentent des potentiels

zéta légèrement différents qui diminuent tous quand le pH de la solution augmente.

Le point isoélectrique correspondant à l'égalité entre l'activité des sites négatifs et celle des sites positifs ($\zeta = 0$) est respectivement de 4,35 pour le charbon actif A et de 5,80 pour le marc activé, ce qui veut dire que pour des pH supérieurs au PCN les deux charbons présentent des charges négatives à leur surface et cette charge est probablement due aux groupements fonctionnels oxygénés (phénols et carboxyliques).

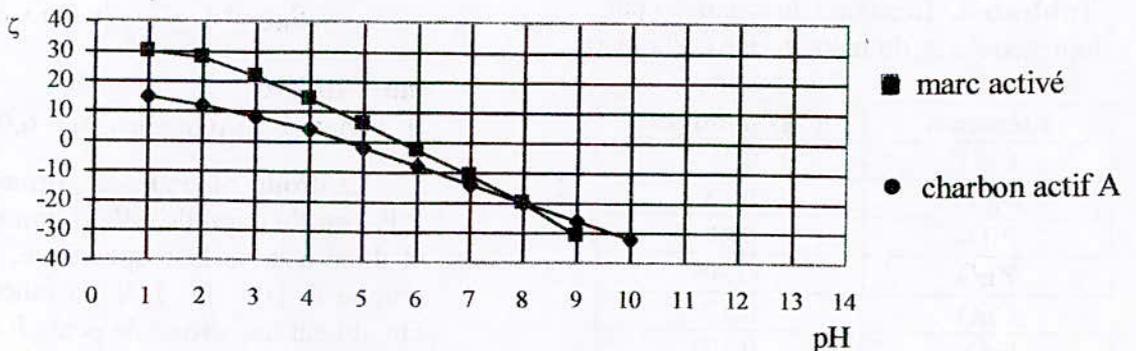


Figure 4. Evolution du potentiel zéta des charbons actifs en fonction du pH

L'analyse des spectres infrarouges (Figures 5 et 6) montre une certaine similitude pour la partie de bandes de vibrations supérieures à 1000 cm^{-1} . Par ailleurs, ces résultats montrent apparemment la formation de groupements hydroxyles liés ($3200 - 3600\text{ cm}^{-1}$) dues probablement à la décomposition des carbonates. Ces bandes se forment durant la calcination sous air selon Nishiyama (5).

Le nombre de bande de vibration pour le marc activé est supérieur à celui du charbon actif A dans la partie ($400 - 1200\text{ cm}^{-1}$). Ce sont des bandes de vibrations qui correspondent à des liaisons métal - oxygène de type $M - O - M$ ou de type $O - M - O$ selon Okuhara (6).

Ces dernières sont certainement le résultat de la présence des éléments métalliques des cendres.

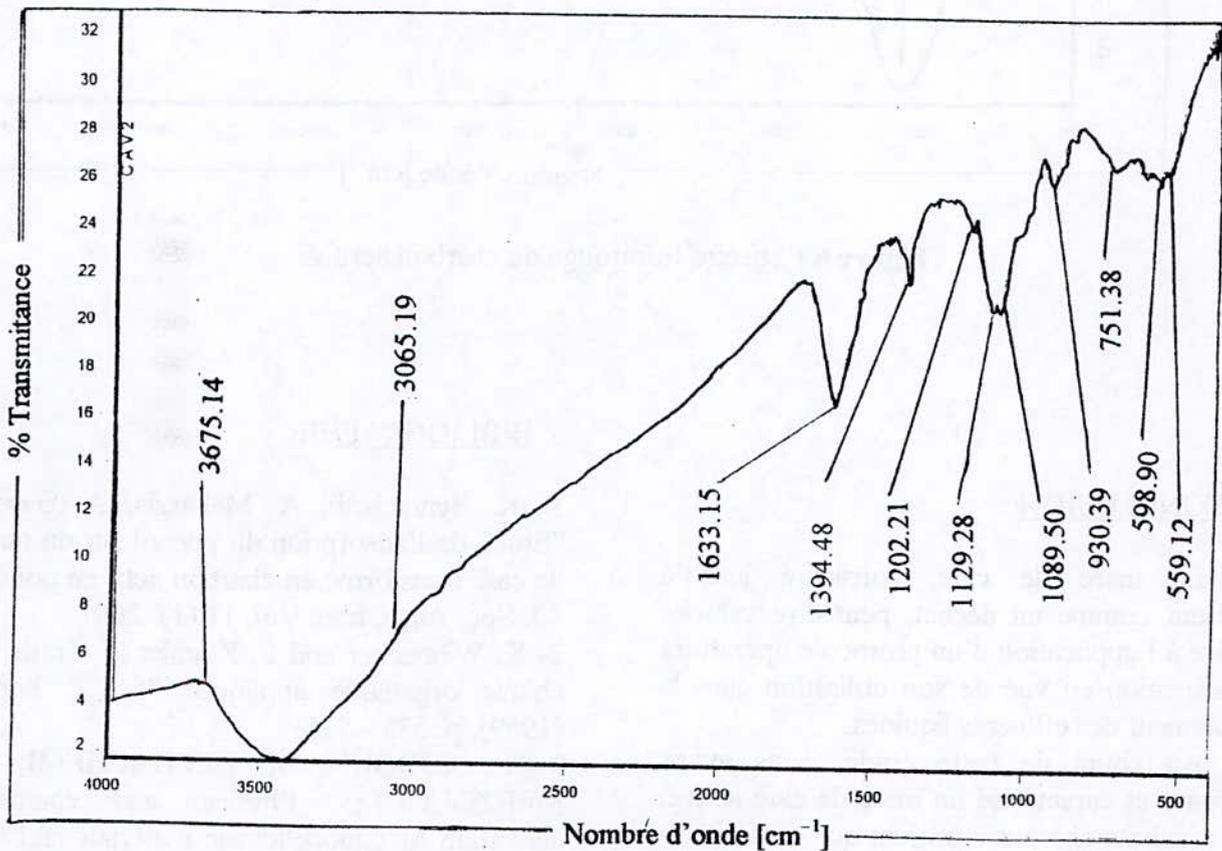


Figure 5 : Spectre Infrarouge du marc activé

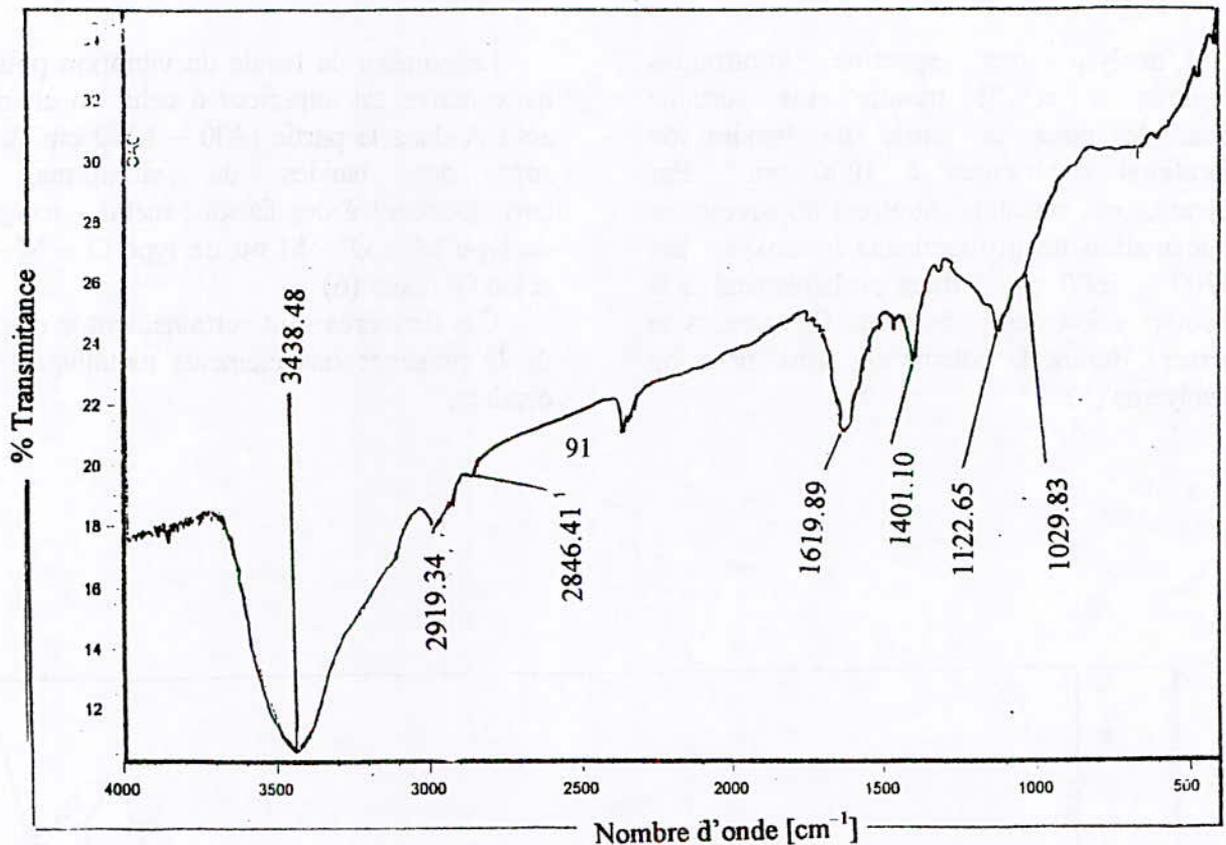


Figure 6 : Spectre Infrarouge du charbon actif A

4. CONCLUSION

Le marc de café, considéré jusqu'à présent comme un déchet, peut être valorisé grâce à l'application d'un protocole opératoire d'activation en vue de son utilisation dans le traitement des effluents liquides.

Au cours de cette étude, nous avons préparé et caractérisé un marc de café activé, les résultats obtenus montrent que ce déchet a des caractéristiques physiques et chimiques comparables à celles d'un charbon actif du commerce, notamment en ce qui concerne :

- La porosité
- La surface spécifique
- Les fonctions de surface

L'extension de nos recherches à d'autres déchets agro-industriels devrait permettre d'envisager d'autres applications industrielles

5. BIBLIOGRAPHIE

- 1- K. Benrachedi, A. Mekarzia, A. Gaset ; "Etude de l'adsorption du phénol sur du marc de café transformé en charbon actif en poudre " J. Soc. Alg. Chim. Vol. 11 (1), 2001
- 2- K. Winnecker and L. Küchler ; " Traité de chimie organique appliquée ", 4^{ème} Partie (1969), p. 535 - 536.
- 3- F. ADDOUN, M. BELHACHEMI, Z. MERZOUGUI ; « Physical and chemical activation of lignocellulosic materials and the characterisation of their porous texture by gas adsorption » ; C.I.G.S.M ; USTHB (2000).
- 4 - A. Mekarzia ; "Utilisation de charbon actif, préparé à partir de marc de café dans le traitement et l'épuration des eaux". Thèse de magistère, E.N.P, Alger (2000), p. 36 - 41
- 5 - S. Nishiyama, T. Kubola, Kimura, S. Tsuruga et M. Masaai ; J. Mol. Cata. (1997).
- 6 - A. Okuhara ; « Activated Carbon : Manufacture and Regeneration » Noyes Tata Co, N. Y. (1996).

IDENTIFICATION ET CARACTÉRISATION DE QUELQUES ADDITIFS DU PVC DESTINÉS AU CONDITIONNEMENT ALIMENTAIRE

N. BELHANECHÉ- BENSEMRA^a, C. ZEDDAM^b

^a: Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement, École Nationale Polytechnique,
BP 182, El-Harrach, Alger, Algérie

^b: Institut de Chimie Industrielle, Université de Blida

ملخص :

- موضوع هذا البحث هو التعريف والتقويم الطبيعي لعناصر مادة PVC المستعملة من طرف ENCG لتعبئة زيت عباد الشمس ، ولهذا الامر استعملت عدة تقنيات منها :
الكروماتوغرافيا الغازية (CPG) ، والتحليل الطيفي للأشعة ما تحت الحمراء (FTIR) ، والتحليل الطيفي الذري (SA.A) ، والترفين المغناطيسي النووي (RMN) والكروماتوغرافيا السائلة (HPLC)

كلمات مفاتيح :

PVC - التقويم الطبيعي - CPG ، HPLC ، IRTF ، RMN ، عناصر، زيت عباد الشمس

Abstract

The aim of this work is to identify and characterize the additives of PVC which are used for the packaging of the sunflower oil commercialized by ENCG. For that purpose, various analytical methods were used such as UV- visible spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), colorimetry, atomic absorption spectrometry (AAS), nuclear magnetic resonance (NMR), gas chromatography (GC) and gel permeation chromatography (GPC).

Key words : PVC, additives, sunflower oil, FTIR, UV- visible, colorimetry, AAS, NMR, GC, GPC.

Résumé

Ce travail porte sur l'identification et la caractérisation des additifs du PVC utilisé comme emballage plastique pour le conditionnement de l'huile de tournesol commercialisée par l'Entreprise Nationale des Corps Gras (ENCG). Pour cela, différentes techniques d'analyses ont été utilisées telles que la spectroscopie UV-Visible, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), la colorimétrie, la spectrométrie d'absorption atomique (SAA), la résonance magnétique nucléaire du proton (RMN), la chromatographie en phase gazeuse (CPG) ainsi que la chromatographie par perméation de gel (GPC).

Mots clés : PVC, additifs, huile de tournesol, UV-visible, colorimétrie, IRTF, SAA, RMN, CPG, GPC.

I- INTRODUCTION

L'évolution de l'industrie alimentaire a développé le domaine du conditionnement. Plusieurs matériaux sont alors apparus et ont été utilisés pour l'emballage.

Parmi la multitude de matériaux disponibles, les matières plastiques se sont avérées être les mieux adaptées pour l'emballage des produits alimentaires. Leur légèreté, rigidité, tenue au choc, transparence, aspect agréable (variété de forme, de couleur), asepticité..., leur confèrent de grands avantages par rapport au verre, au bois et au fer blanc. Cependant, les plastiques ont aussi certains défauts inhérents à leur constitution qui sont résumés ci-dessous [1] :

- Inflammabilité : les polymères apportent à la combustion et le carburant et le combustible.
- Tenue thermique : aux fortes températures, certains plastiques peuvent se dégrader
- Electricité statique : après frottement, les poussières peuvent s'accumuler sur les plastiques favorisant ainsi un développement microbien.
- Vulnérabilité aux rayures.
- Vieillesse : dégradations dans le temps due à des contraintes mécaniques et atmosphériques dont les mécanismes ne sont pas connus.

Afin de limiter les effets des défauts inhérents aux matières plastiques, des palliatifs sont envisagés par incorporation d'adjuvants (faibles doses n'influençant pas les propriétés finales) et d'additifs (doses plus fortes pouvant modifier les caractéristiques) [1]. Il s'agit souvent des lubrifiants interne et externe, des stabilisants thermiques, des plastifiants, des antioxydants, des anti-UV, des antistatiques, des anti-chocs, des fongicides et des colorants.

Un des rôles essentiels d'un emballage alimentaire est d'assurer une bonne protection au produit contenu. Cependant, si l'emballage évite la pollution, la contamination extérieure que pourraient subir les aliments, s'il permet de contribuer au maintien de la qualité et la sécurité, il faut également que le matériau utilisé soit lui-même inerte et qu'il réponde aux critères suivants [2] :

- Ne pas céder aux aliments des composés en quantités susceptibles de présenter un danger pour la santé humaine.
- Ne pas entraîner une modification inacceptable de la composition des denrées alimentaires.
- Ne pas altérer les propriétés organoléptiques de l'aliment.

La législation internationale a fait en sorte que les problèmes de salubrité soient résolus en imposant des règles qui sont fixées sous forme de directives spécifiques relatives aux emballages alimentaires. Elles comportent notamment [3,4] :

- La liste des substances et matières dont l'emploi est autorisé dite liste positive.
- Les critères de pureté.

L'emballage plastique que nous allons étudier est un mélange d'une résine de base, le PVC, et d'une série d'additifs dont on ne connaît que le nom commercial. Leur nature chimique étant donc inconnue, une caractérisation et une identification s'avèrent nécessaires afin de vérifier leur alimentarité selon la littérature. Pour cela différentes techniques d'analyse sont utilisées telles que l'IRTF, la SAA, la CPG, l'UV-Visible, la colorimétrie, la RMN ainsi que la chromatographie par perméation de gel.

II- MATÉRIAUX UTILISÉS ET FORMULATION RÉALISÉE

Les différents constituants de l'emballage étudié ainsi que la formulation réalisée sont regroupés dans les tableaux 1 et 2 .

III- TECHNIQUES UTILISÉES POUR LA CARACTÉRISATION DES ADDITIFS

La caractérisation de l'ensemble des additifs a été faite par les techniques analytiques suivantes :

III-1-Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier

Une analyse par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) a été faite à l'aide d'un spectrophotomètre modèle

Tableau 1. Produits utilisés.

Produit	Nature	Nom commercial	Fournisseur	Aspect
Polychlorure de vinyle(PVC)	$\left[\begin{array}{c} \sim \text{CH}_2 - \text{CH} \sim \\ \\ \text{Cl} \end{array} \right]_n$	SHEINTECH	USA	Poudre blanche
Lubrifiant interne	Combinaison d'esters d'acides gras à longue chaîne	Loxiol GH4	HENKEL (Allemagne)	Poudre blanche
Lubrifiant externe	Combinaison d'esters d'acides gras de polyols	Loxiol G78	HENKEL (Allemagne)	Poudre blanche
Stabilisant thermique	—	Newbtab 1830	EMSA (Espagne)	Liquide incolore
Colorant jaune	—	—	—	Poudre jaune
"Aid process "	—	Fairplast	EMSA (Espagne)	Poudre blanche
Anti-choc	—	Blindex336	EMSA (Espagne)	Poudre blanche

Tableau 2 . Formulation réalisée. Les teneurs sont exprimées pour 100 g de PVC.

Adjuvants	Fairplast	Loxiol GH4	Loxiol G78	Newsbtab 1383	Colorant	Blindex 336
Teneurs (% en poids)	1	0,8	0,3	1,5	0,025	6,00

PHILIPS ANALYTICAL PU 9800 Les additifs solides tels que les lubrifiants et le colorant ont été broyés dans du KBr. Par contre les additifs liquides tels que le plastifiant et le stabilisant thermique ont été placés entre deux pastilles en KBr. Les conditions opératoires sont:

- Résolution : 2 cm^{-1} .
- Nombre de scans : 25.
- Domaine des fréquences ν : $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

III-2-Spectroscopie UV- visible.

La spectroscopie UV-Visible a été utilisée pour l'ensemble des additifs liquides et solides à l'aide d'un spectrophotomètre modèle SPECORD M40.

L'additif liquide (stabilisant thermique) a été mis en solution dans l'éthanol (pur à 99,5%). Le colorant jaune solide a été dissout dans le chloroforme. Les lubrifiants solides ont été dissouts dans le tetrahydrofuranne. Le choix des solvants a été fait de telle sorte qu'ils offrent la meilleure solubilité et le minimum d'interférences. Un balayage de la zone UV-visible a permis de déterminer les longueurs

d'ondes des maximums d'absorption des différents additifs.

III-3-Spectrométrie d'absorption atomique

Les deux modes de minéralisation(par voie sèche et humide) ont été adoptés pour la préparation des additifs à l'analyse par la S.A.A. utilisant un spectrophotomètre modèle PHILIPS ANALYTICAL PU 9090.

III-4- La chromatographie en phase gazeuse

L'analyse chromatographique en phase gazeuse, à l'aide d'un appareil PYE UNICAM 304, a été réalisée dans les conditions suivantes :

- Type de colonne pour la caractérisation du stabilisant thermique : classique en verre PEG M 20.
- Longueur : 1,5 m
- Diamètre : 2 mm
- Températures : 210°C, 180°C et 140°C.
 - Détecteur : FID, Température : 310°C.
 - Injecteur :
 - Température : 250 °C.
- Volume injecté : 1µl.
 - Gaz vecteur : Hélium
- Débit : 32 ml / mn.
- Type de colonne (pour la caractérisation du plastifiant) : classique en acier inoxydable SE 30.
- Longueur : 1,5 m
- Diamètre : 2 mm
- Température : 280°C
 - Détecteur : FID, Température : 300°C.
 - Injecteur :
 - Température : 300°C.
- Volume injecté : 1µl.
 - Gaz vecteur : azote
- Débit : 32 ml / mn.

III-5-La colorimétrie

La colorimétrie a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre modèle SPECORD M40 afin de vérifier la présence de l'étain et du soufre. Pour le premier élément, deux réactifs ont été utilisés, la dithizone et le violet de cathécol. Les conditions opératoires sont les suivantes :

Dosage de l'étain :

Solution de dithizone :

- 0,01 g de dithizone .
- 100 ml de CHCl₃.
- Longueur d'onde d'absorption : 450 nm.
- Solution du violet de cathécol à renouveler chaque semaine (0,05g / 100 ml d'éthanol) [5] :

Identification du soufre:

Le stabilisant thermique (10 g) est calciné pendant trois heures dans un bain de sable. Les cendres sont dissoutes dans un flacon à col rodé fermé contenant 5ml de HCl concentré. Le noircissement d'un papier absorbant imbibé d'acétate de plomb placé près de l'ouverture du flacon indiquera la présence du soufre [6].

III-6-La résonance magnétique nucléaire du proton (RMN ¹H).

Une analyse par la RMN ¹H a été effectuée pour caractériser les deux lubrifiants à l'aide d'un appareil BRUKER AC 200 . Ces derniers ont été dissouts dans le CDCl₃ (10%). Les conditions opératoires sont définies comme suit :

- Diamètre du tube : Ø = 5 mm
- Solvant de référence(δ = 0) : le tétraméthylsilane (TMS).
- Paramètres d'acquisition :
 - * Délai d'attente : 2 secondes
 - * Durée d'acquisition : 5,46 secondes

III-7-La chromatographie par perméation de gel

La chromatographie par perméation de gel a été utilisée pour la caractérisation des deux lubrifiants interne (Loxiol GH4) et externe (LoxiolG78).

Les conditions opératoires sont les suivantes :

- Trois colonnes du type µ- Styragel (Waters : 10⁵A°, 10⁴A° et 10³ A°) ont été placées en série
- Solvant :THF pour chromatographie liquide(Prolabo)
- Détecteur : UV-Visible, λ = 245 et 295 nm .
- Débit de la phase mobile THF:1,5 ml/ mn.

- Vitesse du papier : 5mm / mn.
- Atténuation : 64mV.

IV- CARACTÉRISATION DES ADDITIFS

IV-1- Par l'UV-visible

Comme l'illustre la figure 1, les maximums

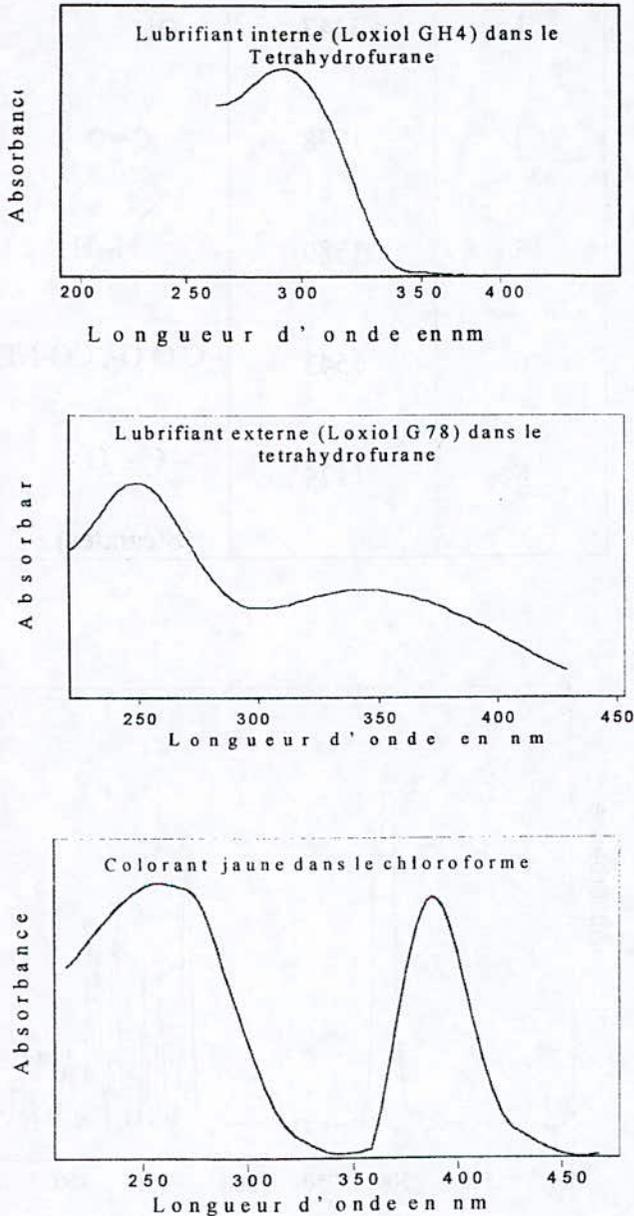


Figure1. Spectres UV- Visible des additifs du PVC.

d'absorption se situent à 295 nm (groupe carbonyle) pour le lubrifiant interne (Loxiol GH4), à 245 nm pour le lubrifiant externe (Loxiol G78), à 264 nm (noyau aromatique substitué) et

430 nm (complexe à transfert de charge) pour le colorant jaune. Le stabilisant thermique dissout dans l'éthanol ou l'acide acétique n'absorbe pas dans l'UV - Visible.

IV-2-Identification des groupements fonctionnels par l'IRTF

Les spectres IRTF obtenus pour l'ensemble des différents additifs utilisés sont représentés dans les figures 2, 3, 4 et 5 . Les tableaux 3, 4, 5, et 6 donnent les principales bandes caractéristiques et les groupements fonctionnels correspondants déduits de la littérature [7,8].

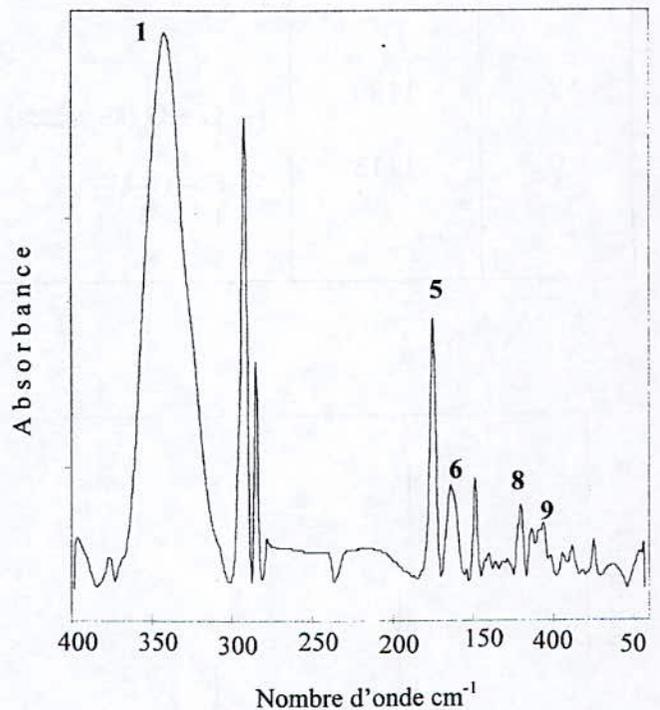


Figure 2. Spectre I R T F du lubrifiant interne (Loxiol GH4).

Tableau 3. Maximums d'absorption et groupements fonctionnels caractéristiques du Loxiol GH4 .

N° de la bande	Maximum d'absorption (cm ⁻¹)	Groupe ment fonctionnel caractéristique
1	3432	OH, -CO-NH ₂
5	1738	-C = O (ester)
6	1624	- C- N-, C = C (dans -N-COOH amine acide)
8	1180	- C = O (stéarates)
9	1113	- C - O - C -

Tableau 4. Maximums d'absorption et groupements fonctionnels caractéristiques du Loxiol G78.

N° de La bande	Maximum d'absorption (cm ⁻¹)	Groupe ment fonctionnel caractéristique
1	3447	OH
4	1738	C = O
5	1580	N-H
6	1543	- C O O-, CO-NH ₂
8	1174	- C - O - (Stéarates)

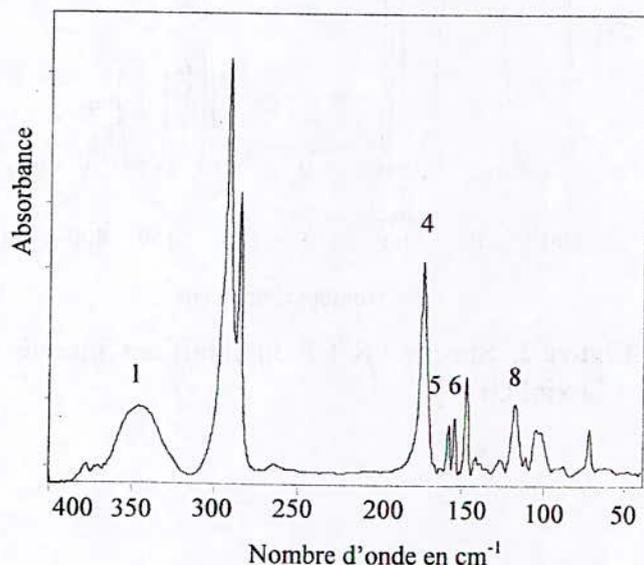


Figure 3. Spectre IRTF du lubrifiant externe (Loxiol G78).

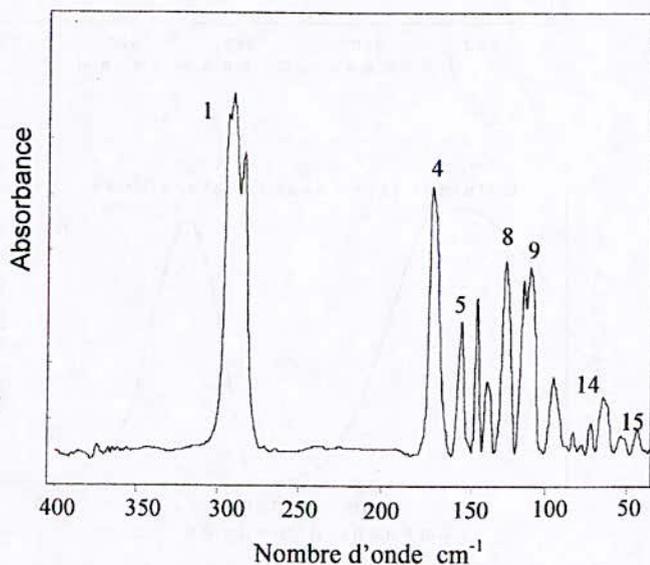


Figure 4. Spectre IRTF du stabilisant thermique (Newstab 1830).

Tableau 5. Maximums d'absorption et groupements fonctionnels caractéristiques du stabilisant thermique (Newstab 1830).

N° de la bande	Maximum d'absorption (cm ⁻¹)	Groupe fonctionnel caractéristique
1	2957	- S - CH ₂ -
4	1733	R - C - O - R O
5	1555	R - COO
8	1293	- S - CH ₃
9	1185	- Sn - CH ₃
14	703	- C - S -
15	495	- C - Sn -

Tableau 6. Maximums d'absorption et groupements fonctionnels caractéristiques du colorant jaune.

N° de la bande	Maximum d'absorption (cm ⁻¹)	Groupe fonctionnel caractéristique
3	1670	C=O(dans les amides)
4	1514	-N=N- 
7	1180	-C-N- Cl
8	1055	
9	951	-NH ₂
11	616	-N-C=O

L'étude minutieuse des différents spectres infrarouges à transformée de Fourier a permis de vérifier certaines hypothèses sur l'existence des groupements fonctionnels tels que :

- - C - Sn (1185 ; 495 cm⁻¹) ,  - C - O - (1555 cm⁻¹) et C - S (1293 ; 703 cm⁻¹) ainsi que la fonction ester (1733 cm⁻¹) dans la molécule du stabilisant thermique connu sous le nom commercial Newstab 1830.
- - C - OH et -C-O-NH₂ (3447; 3432 cm⁻¹) dus, respectivement, aux fonctions alcool et amine acide, dans les molécules des deux lubrifiants interne (LoxiolGH4) et externe (Loxiol G78).
- -N-COOH (1624 cm⁻¹) du à la fonction amine acide dans la molécule du lubrifiant interne(Loxiol GH4).
- -N=N-  (1514 cm⁻¹) du groupe azo aromatique , -C-N- (1181cm⁻¹) ainsi que -N-C = O (616 cm⁻¹) dans la structure du colorant.

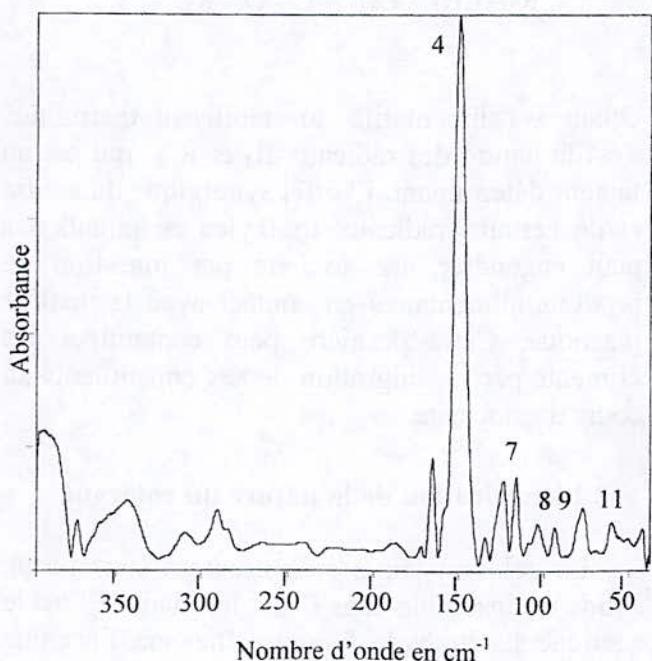


Figure 5. Spectre IRTF du colorant jaune

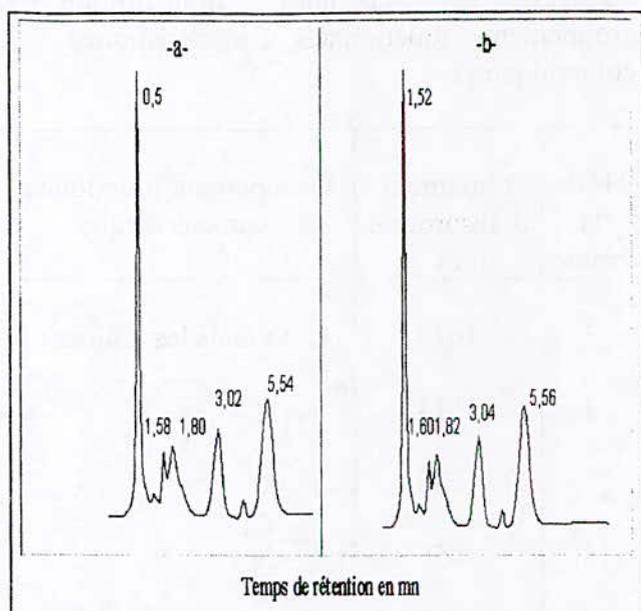


Figure 6. Chromatogrammes du stabilisant thermique dans : -a- : l'éthanol , -b- : l'acide acétique

V – IDENTIFICATION DES ADDITIFS

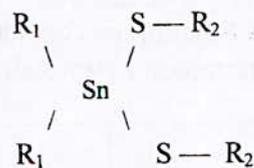
V-I- Identification de la nature du stabilisant thermique

L'ensemble des résultats précédents permet de conclure que le stabilisant thermique liquide connu sous le nom commercial de NEWSTAB 1830 est de la famille des mercaptoétains.

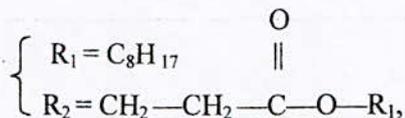
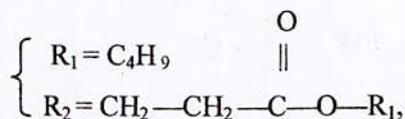
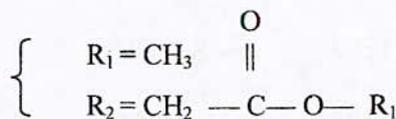
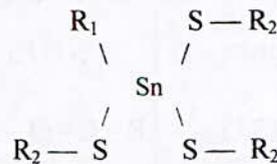
En effet, son odeur piquante est caractéristique des composés soufrés dont l'existence a été prouvée par l'acétate de plomb. La formation du complexe bleu en présence du violet de catéchol est spécifique aux organo-étain [5].

Enfin la présence des liaisons $-Sn - C-$,

$$\begin{array}{c} O \\ || \\ -S - C- \text{ et } -C - O - \end{array}$$
 mises en évidence par IRTF permet de proposer deux formules probables et qui seraient d'après la littérature [3]:



Ou



Quant à l'alimentarité du stabilisant thermique, c'est la nature des radicaux R_1 et R_2 qui est un facteur déterminant. L'effet synergique du soufre et de certains radicaux trialkyles et tétraalkyles peut engendrer une toxicité par ingestion de produits alimentaires en contact avec la matière plastique. Cette dernière peut contaminer les aliments par la migration de ses constituants au cours du stockage.

V-2 Identification de la nature du colorant

Le colorant jaune se présentant sous forme solide est insoluble dans l'eau, les alcools, l'acide acétique, le tétrahydrofurane, l'hexane, l'acétone et l'acétonitrile. Cependant, il présente une bonne solubilité dans le chloroforme. C'est un produit qui contient du fer, du zinc et du cuivre. Le

IV-3- Identification des métaux

préparation des additifs à l'analyse par la S.A.A. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 7.

IV-3-1. Par la S.A.A

Les deux modes de minéralisation par voie sèche et humide ont été adoptés pour la

Tableau 7. Métaux contenus dans les additifs.

Additifs	Stabilisant thermique	Lubrifiant externe	Colorant					
Mode de minéralisation	Voie sèche	Voie humide	Voie sèche					
Métaux	Sn	Ca	Fe	Cr	Cu	Zn	Cd	Pb
Taux(%)	15,87	0,05	0,027	<0,001	0,0022	0,001	<0,001	<0,001

IV-3-2- Par colorimétrie dans le cas du stabilisant thermique

récupérées après filtration est caractéristique des composés soufrés[6].

• Identification de l'étain

Une analyse effectuée par colorimétrie a permis de confirmer la présence de l'étain dans le stabilisant thermique. Les deux réactifs utilisés, la dithizone et le violet cathécol ont mis en évidence l'existence de l'élément métallique. Le premier réactif conduit à la formation d'un complexe rouge avec l'étain minéral et organique absorbant dans le visible à 450 et 490 nm ; le second réactif a donné avec l'étain minéral et organique un complexe bleu absorbant respectivement à 552 nm et 612 nm [5].

• Identification du soufre

Les cendres obtenues par calcination de 10 grammes de stabilisant et dissoutes dans du HCl concentré ont conduit à la formation d'acide sulfureux caractérisé par son odeur et par le noircissement d'un papier absorbant imbibé d'acétate de plomb placé près de l'ouverture du flacon contenant la solution [6]. La présence des particules jaunâtres dans les cendres

IV-4- Caractérisation du stabilisant thermique par chromatographie en phase gazeuse

L'analyse chromatographique en phase gazeuse a été utilisée pour caractériser le stabilisant thermique. L'additif en question est dissout séparément dans deux solvants, l'éthanol à 99,5% et l'acide acétique à 99,5 %.

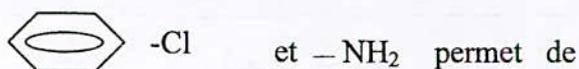
Les chromatogrammes obtenus dans l'ensemble des cas considérés, représentés par la figure 6, montrent une série de quatre pics correspondant respectivement au solvant et à l'additif. L'additif n'est pas pur car il s'agit d'un produit industriel commercialisé. Ainsi l'un des trois pics apparaissant dans le chromatogramme correspondrait à l'additif réel et les deux autres correspondraient à deux substances différentes. Ces dernières seraient soit :

- des impuretés telles que les trialkyl-étain et tétra-alkyl-étain issues du processus de fabrication.
- des produits ajoutés intentionnellement par le producteur pour protéger et garder secrète la composition.

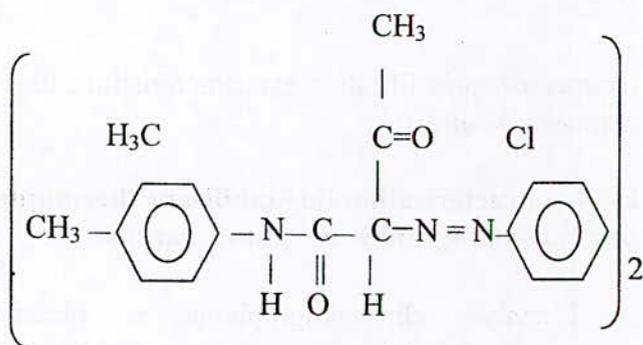
plomb, le chrome et le cadmium sont à l'état de traces.

Le spectre IRTF révèle la présence de deux bandes apparaissant aux fréquences 1514 et 1180 cm^{-1} , laissant supposer qu'il s'agit d'un pigment organique de la famille des azoïques caractérisés par le groupement $-\text{N}=\text{N}-$.

D'autre part, l'existence de deux bandes apparaissant aux fréquences 1053 et 951 cm^{-1} correspondant respectivement aux groupements



proposer le PY 13 qui est utilisé dans l'industrie des matières plastiques. D'après la littérature [9], la formule serait la suivante :



V-3-Identification de la nature des deux lubrifiants

Une approche sur la nature des deux lubrifiants utilisés a été faite selon la littérature [11]. Elle est fondée sur les informations fournies par les fiches techniques et les différents résultats des analyses obtenus suivants :

- Le lubrifiant interne, le Loxiol GH4, est issu d'une combinaison chimique d'esters d'acides gras à longue chaîne moléculaire. Son point de fusion est compris entre 78 °C et 80°C.
- Le lubrifiant externe, le Loxiol G78, est issu d'une combinaison chimique d'esters d'acides gras polyols à haut poids moléculaire. Il contient du calcium et un

savon métallique. Son point de fusion est compris entre 105°C et 115°C

- La comparaison des spectres infrarouges des deux lubrifiants à celui d'un étalon, le monostéarate de glycérol, a permis de confirmer la présence des stéarates caractérisés par la bande de vibration du groupement $\text{C}=\text{O}$ (désignée par une flèche) sortant à 1175 cm^{-1} (voir figure 7).
- L'apparition des deux séries de bandes à 3432, 1624, 1514 cm^{-1} et à 1580,1543 cm^{-1} respectivement dans les spectres du Loxiol GH4 et du Loxiol G78 met en évidence l'existence d'une amide acide.

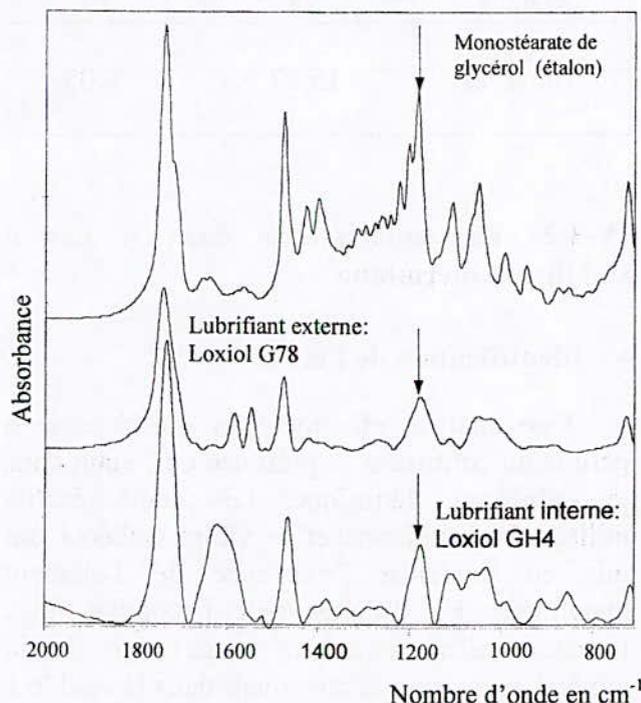


Figure 7 . Spectres IRTF des deux lubrifiants et d'un étalon.

- La S.AA a détecté un faible taux de calcium lié probablement à la présence d'un savon métallique.
- La chromatographie par perméation de gel a été utilisée pour l'étude des deux lubrifiants. Les résultats illustrés par la figure 8 montrent la séparation de deux substances entrant dans la formation du Loxiol G78 et du Loxiol GH4 par combinaison chimique.
- L'analyse par la RMN du proton des deux additifs a confirmé l'existence de la fonction

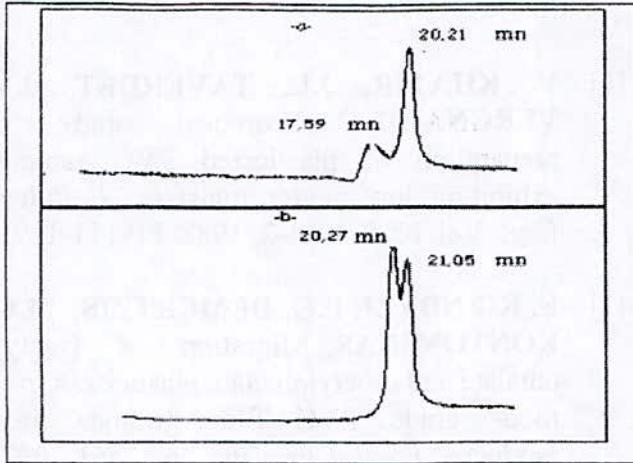


Figure 8 . Chromathogrammes des deux lubrifiants -a- : Loxiol G78 , -b-: Loxiol GH4.

amine caractérisée, selon la littérature, par un déplacement chimique de 2,3 ppm [10] . Les résultats sont illustrés par la figure 9.

D'après les fiches techniques, les deux lubrifiants sont issus d'une combinaison chimique d'esters d'acides gras. Par conséquent, l'ensemble des informations obtenues permettrait de supposer que des amides d'acides gras tels que l'oléamide, le palmitamide et le stéaramide font probablement partie de cette combinaison chimique. Leurs formules sont données dans le tableau 8 [3]. Leur alimentarité est agréée par la législation internationale[3,11].

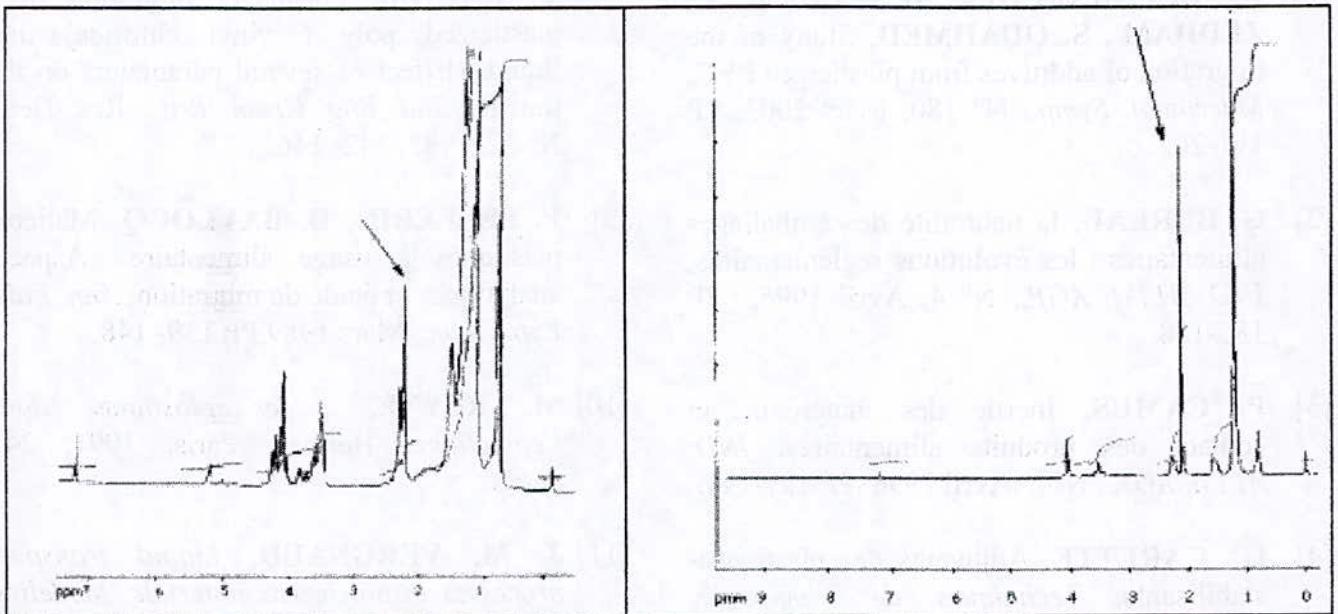


Figure 9 Spectres RMN du lubrifiant interne : Loxiol GH4 , -b- : Loxiol G 78

Tableau 8 . Formules et points de fusion des amides d'acides gras [3].

Amides	Formules	Point de fusion
Oléamide	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{CONH}_2$	97 - 108°C
Erucamide	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_{11}-\text{CONH}_2$	96 - 109°C
Palmitamide	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CONH}_2$	106°C
Stéaramide	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CONH}_2$	82,6- 83°C
Béhénamide	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{20}-\text{CONH}_2$	75 - 76°C

IV- CONCLUSION

Cette étude a permis de mettre en évidence la migration spécifique des deux additifs à savoir le plastifiant DEHP et le stabilisant organo-étain. Cette migration est influencée par la température, l'agitation, la nature du milieu simulateur ainsi que par la teneur initiale en plastifiant. C'est dans l'huile de tournesol que les taux de migration les plus élevés ont été déterminés.

Par ailleurs, il a été trouvé que la migration du plastifiant favorise celle du stabilisant thermique.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **N. BELHANECHÉ- BENSEMRA, C. ZEDDAM, S. OUAHMED**, Study of the migration of additives from plasticized PVC, *Macromol. Symp.*, N° 180, Mars 2002, PP 191-202.
- [2] **G. BUREAU**, la neutralité des emballages alimentaires : les évolutions réglementaires, *IND. ALIM. AGR.*, N° 4, Avril 1996, PP 185-188.
- [3] **P. CAMUS**, Inertie des matériaux au contact des produits alimentaires, *IND. ALIM. AGR.*, N°4, Avril 1996, PP 191-194.
- [4] **L. CARETTE**, Adjuvants des plastiques-stabilisants, *Techniques de l'ingénieur*, 3232, 1992, PP 1-22.
- [5] **A. DOBRACZYNSKI, M. PIPERAUD, J. P. TROTIGNON, J. VERDU**, *Les matières plastiques : structures, propriétés, mise en œuvre, normes*, Edition de l'Usine Nouvelle, Paris, 1982, 312 pages.
- [6] **Y. KHATIR, J.L. TAVERDET J.M. VERGNAUD**, Theoretical study of preparation of plasticized PVC samples exhibiting low matter transfers, *J. Polym. Eng.*, Vol. N° 8, N° 1-2, 1988, PP 111-129.
- [7] **E. KONDYLI, P.G. DEMERTZIS, M.G. KONTOMINAS**, Migration of isoctylphthalate and dioctylphthalate plasticizers from food- grade PVC film ground- meat products, *Food Chemistry*, N° 451, 992,, 163-168.
- [8] **D. MESSADI, J. L. TAVERDET, J. M. VERGNAUD**, Plasticizer migration from plasticized poly (vinyl chloride) into liquids, Effect of several parameters on the transfer, *Ind. Eng. Chem. Pro. Res. Dev.*, N° 22, 1983, 142- 146.
- [9] **F. PELLERIN, D. BAYLOCQ**, Matières plastiques à usage alimentaire : Aspects analytiques et étude de migration, *Ann. Fals. Exp. Chim.*, Mars 1989, PP 139- 148.
- [10] **M. REYNE**, , *les plastiques dans l'emballage*, Hermes, Paris, 1991, 245 pages.
- [11] **J. M. VERGNAUD**, *Liquid transport processes in polymeric materials, Modeling and industrial applications*, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1992, 362 pages.

CARACTÉRISATION DE LA MIGRATION SPÉCIFIQUE DE DEUX ADDITIFS DU PVC SOUS L'INFLUENCE DE DIFFÉRENTS PARAMÈTRES

N. BELHANECHÉ -BENSEMRA^a, C. ZEDDAM^b

^a: Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement, École Nationale Polytechnique,
BP 182, El -Harrach, Alger, Algérie

^b: Institut de Chimie Industrielle, Université de Blida

ملخص

تناول هذه الأطروحة إشكالية النزوح النوعي لعنصرين من مادة بلاستيكية من نوع p.v.c تحت تأثير عدة عوامل كدرجة الحرارة ، التحريك الميكانيكي ، طبيعة الوسط {زيت عباد الشمس ، حمض الخل والايثانول} والتركيز الاولي للملدن .
- كلمات مفاتيح : النزوح النوعي ، p.v.c ، D.e.h.p ، زيت عباد الشمس ، الايثانول ، حمض الخل .

Résumé

La migration spécifique de deux additifs du polychlorure de vinyle (PVC) dans différents milieux simulateurs liquides (huile de tournesol, éthanol aqueux à 15 % et acide acétique à 3 %) a été suivie. Les deux additifs dont il s'agit sont le phtalate de di-éthyl 2-hexyle ou DEHP comme plastifiant et un organo-étain connu sous le nom commercial de NEWSTAB 1830 comme stabilisant thermique. Les essais ont porté sur une durée de six (06) semaines et ont été effectués à 25 et 45 °C, avec et sans agitation. La migration spécifique du DEHP a été suivie par analyse chromatographique en phase gazeuse tandis que la migration spécifique du stabilisant thermique a été suivie par dosage colorimétrique en utilisant le violet de catéchol. L'influence de différents paramètres tels que la température, l'agitation, la nature du milieu simulateur ainsi que la concentration initiale en plastifiant a été considérée. Les coefficients de diffusion du stabilisant thermique ont été calculés et comparés.

Mots clés : migration spécifique, PVC, DEHP, stabilisant organo-étain, huile de tournesol, éthanol, acide acétique, CPG, colorimétrie.

Abstract

The specific migration of di-(2-ethyl hexyl) phtalate or DEHP and an organotin stabilizer known as NEWSTAB 1830 from PVC films into various food simulants (sunflower oil, 15 % (v/v) aqueous ethanol and 3% (w/v) aqueous acetic acid) was studied. The migration testing conditions were six (06) weeks at 25 and 45 °C with and without agitation. The specific migration of DEHP was followed by gas chromatography while the specific migration of the stabilizer was followed by colorimetry. The influence of various parameters such as temperature, agitation, nature of food simulant and initial concentration of plasticizer was considered. The diffusion coefficients of the thermal stabilizer were calculated and compared.

Key words : specific migration, PVC, DEHP, organotin stabilizer, sunflower oil, ethanol, acetic acid, GC, colorimetry.

I-INTRODUCTION

L'emballage des produits alimentaires est une nécessaire réalité. Un des rôles essentiels de l'emballage alimentaire est d'assurer une bonne protection du produit contenu. Cependant, si l'emballage évite les pollutions et les contaminations que peuvent subir les aliments, s'il permet de contribuer au maintien de la qualité et de la sécurité, il faut également que le matériau lui-même soit inerte vis-à-vis du contenu [G. Bureau, 1996].

Le développement des matières plastiques et leur utilisation de plus en plus répandue pour l'emballage des produits alimentaires contraignent les industriels agro-alimentaires à choisir scrupuleusement leurs emballages. En effet, la grande diversité de formulations des polymères pose le problème de contact alimentaire et nécessite de faire des études d'interactions spécifiques pour chaque aliment [F. PELLERIN et D. BAYLOCQ, 1989].

Dans le cas de ce type d'applications, la réglementation impose la protection du consommateur. L'emballage ne doit pas céder aux denrées alimentaires des constituants en quantité susceptible [P. CAMUS, 1996] :

- De présenter un danger pour la santé humaine.
- D'entraîner une modification inacceptable de la composition ou une altération des caractères organoleptiques.

Par ailleurs, la réglementation envisage deux notions [G. BUREAU, 1996] :

- La migration globale qui évalue la masse de migrants perdus par l'emballage sans distinguer la nature et la quantité de chacun de ces migrants.
- Les migrations spécifiques qui, au contraire, s'efforcent de qualifier et d'identifier chaque élément migrant.

Au niveau Européen, la directive du 18 Octobre 1982 n°82 / 711, remplacée par la directive 93/8 établit les règles de base nécessaires à la vérification de la migration des constituants des matériaux et objets en matière plastique. Elle a fixé les liquides simulateurs à utiliser pour vérifier la migration et qui sont au nombre de 4 : eau distillée,

acide acétique à 3 %, alcool éthylique à 15 % et huile d'olive ou huile de tournesol.

Le polychlorure de vinyle (PVC) est un polymère de grande diffusion qui présente de nombreuses applications dans le domaine des emballages alimentaires. Ces films commerciaux, en plus du PVC, contiennent un certain nombre d'additifs dont le plastifiant qui est présent dans la plus grande proportion. Les plastifiants sont incorporés aux polymères dans le but de faciliter l'écoulement et la mise en œuvre, de modifier les propriétés de la résine et de développer de nouvelles propriétés absentes dans le cas de la résine elle-même.

Parmi les plastifiants les plus utilisés figure le phtalate de di-éthyl 2-hexyle ou DEHP [E. KONDYLI et al., 1992].

Par ailleurs, toute formulation à base de PVC nécessite l'incorporation de stabilisants thermiques. Ce sont des produits destinés à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables d'altérations de la structure pendant la mise en œuvre ou l'utilisation du matériau [A. DOBRACZYNSKI et al., 1982]. Les plus utilisés dans le cas des emballages alimentaires sont les dérivés organiques d'étain. Il s'agit de dérivés renfermant une ou plusieurs liaisons étain-soufre [L. CARETTE, 1992].

Dans le présent article, la migration spécifique de deux additifs du PVC qui sont le DEHP et un stabilisant thermique de la famille des organo-étain, connu sous le nom commercial de Newstab 1830 est étudiée dans différents milieux simulateurs liquides.

II- MATÉRIEL ET / OU MÉTHODES

Les différents produits utilisés pour la réalisation des formulations étudiées sont regroupés dans le tableau 1.

Quatre (04) formulations contenant 1,5 % en poids de stabilisant, 3,6 % de lubrifiant interne, 0,9 % de lubrifiant externe et, respectivement, 0, 30, 40 et 50 % de DEHP ont été considérées pour la réalisation des plaques de PVC de 2,8 mm d'épaisseur dans lesquelles des éprouvettes de 18 mm de diamètre ont été découpées. Chaque essai

Tableau 1. Liste des produits utilisés.

Produit	Nature	Nom commercial	Fournisseur
PVC	Polychlorure de vinyle	SHEINTEC H	USA
Lubrifiant interne	Combinaison d'esters d'acides gras à longue chaîne	Loxiol GH4	HENKEL (Allemagne)
Lubrifiant externe	Combinaison d'esters d'acides gras de polyols	Loxiol G78	HENKEL (Allemagne)
Stabilisant thermique	—	Newbtab 1830	EMSA (Espagne)
Plastifiant	Phtalate de di-éthyl 2-hexyle (DEHP)	Palatinol AH-L	BASF (Allemagne)

de migration a été réalisé en immergeant 20 éprouvettes dans 200 ml de liquide simulateur.

Trois (03) liquides simulateurs ont été choisis : huile de tournesol, éthanol à 15 % et acide acétique à 3 %. Les essais de migration ont porté sur une durée de six (06) semaines et ont été effectués à 25 et 45 %, avec et sans agitation. Des prélèvements réguliers (une pastille et 10 ml de simulateur) ont été effectués et analysés. La migration spécifique du DEHP a été suivie par analyse chromatographique en phase gazeuse (CPG) à l'aide d'un appareil PYE UNICAM 304 dans les conditions opératoires suivantes :

- Colonne classique SE 30, longueur = 1,5 mm, diamètre = 2mm, température = 280 °C.
- Détecteur FID, température = 300 °C
- Injecteur, température = 300 °C
- Gaz vecteur = azote, débit = 32 ml / min

La migration spécifique du stabilisant thermique a été suivie par dosage colorimétrique en utilisant le violet de catéchol à 0,05 %. Pour cela, un spectrophotomètre SPECORD M40 a été utilisé.

L'absorbance du complexe bleu à base d'organo-étain formé a été mesurée à 612 nm.

III- RÉSULTATS ET DISCUSSION

La figure 1 illustre l'influence de la température et de la concentration initiale du plastifiant sur la cinétique de migration de ce dernier dans le cas des trois milieux simulateurs considérés. A noter que M_t représente la masse de plastifiant ayant migré au temps t et M_0 la masse de plastifiant initiale contenue dans l'éprouvette.

L'allure générale des courbes illustrées est similaire à celles données dans la littérature [Y. KHATIR et al., 1988 ; D. MESSADI et al., 1983]. La migration est rapide dans les premiers jours et finit par atteindre un palier correspondant à l'état d'équilibre. Par ailleurs, les taux de migration les plus élevés ont été obtenus dans l'huile de tournesol et les plus faibles dans l'acide acétique. Bien que faible également, la migration dans l'éthanol est légèrement supérieure à celle déterminée dans l'acide acétique. Ces résultats sont directement liés à la meilleure solubilité du DEHP dans l'huile de tournesol par rapport aux simulants aqueux. De plus, la migration du DEHP est d'autant plus importante que sa teneur initiale dans la formulation est élevée et les taux de migration obtenus à 45 °C sont supérieurs à ceux obtenus à 25 °C.

La figure 2 illustre l'influence de l'agitation sur la migration spécifique du plastifiant dans le cas des trois milieux simulateurs liquides considérés. L'agitation agit sur la migration par le renouvellement de la surface de contact de la matière plastique. Il se crée ainsi un gradient de concentration de l'additif entre la couche liquide et le PVC. L'effet synergique de la température et l'agitation permettrait d'obtenir le même taux de migration au bout de 10 jours à 45 °C et 6 mois à 25 °C [J. M. VERGNAUD, 1992].

Dans le cas de la figure 2, les résultats obtenus montrent nettement que l'agitation favorise la migration du plastifiant dans les trois milieux simulateurs considérés.

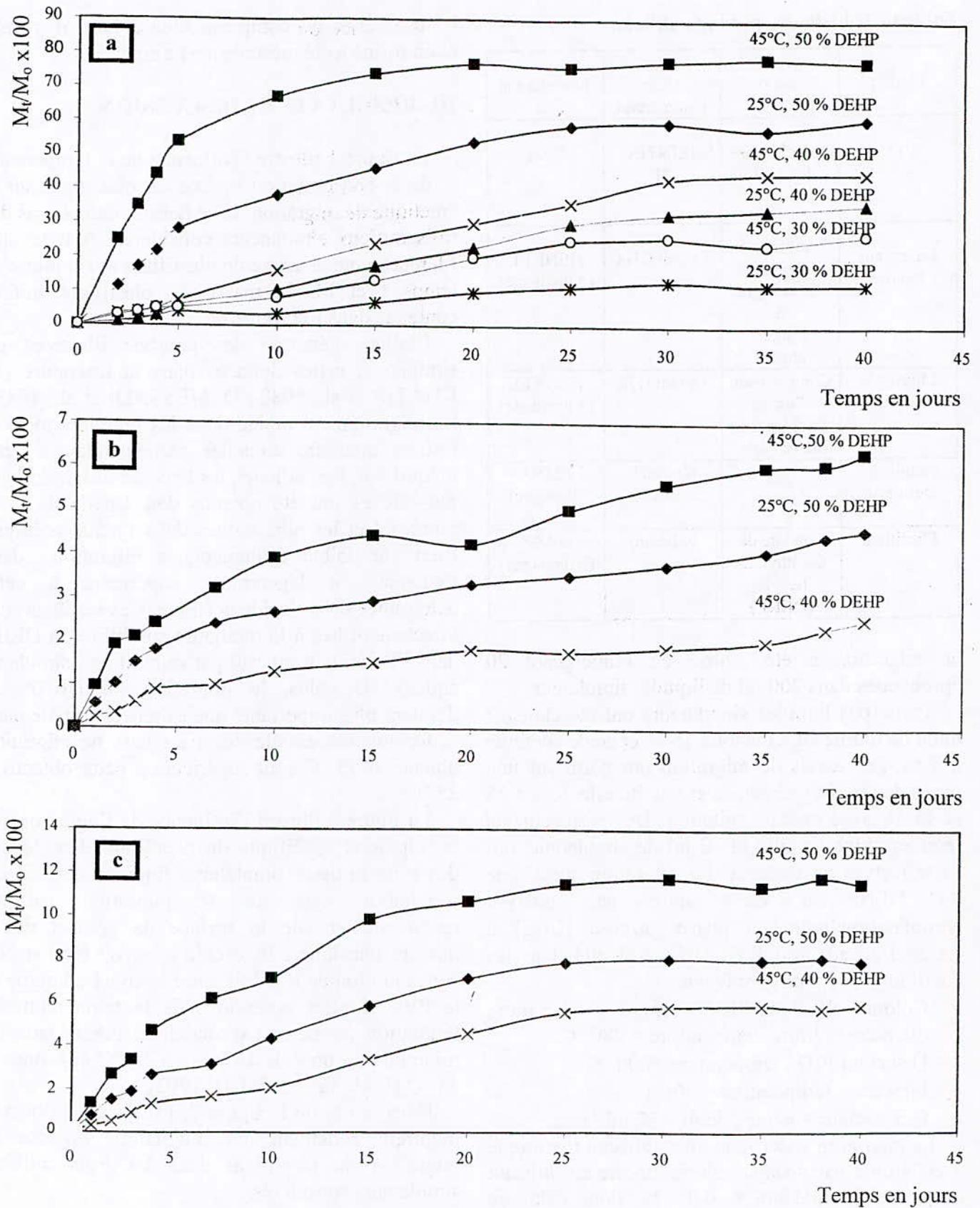


Figure 1. Influence de la température et de la concentration initiale du plastifiant sur sa cinétique de migration lors des essais avec agitation : a- huile de tournesol ; b- acide acétique à 3 % ; c- éthanol à 15 %.

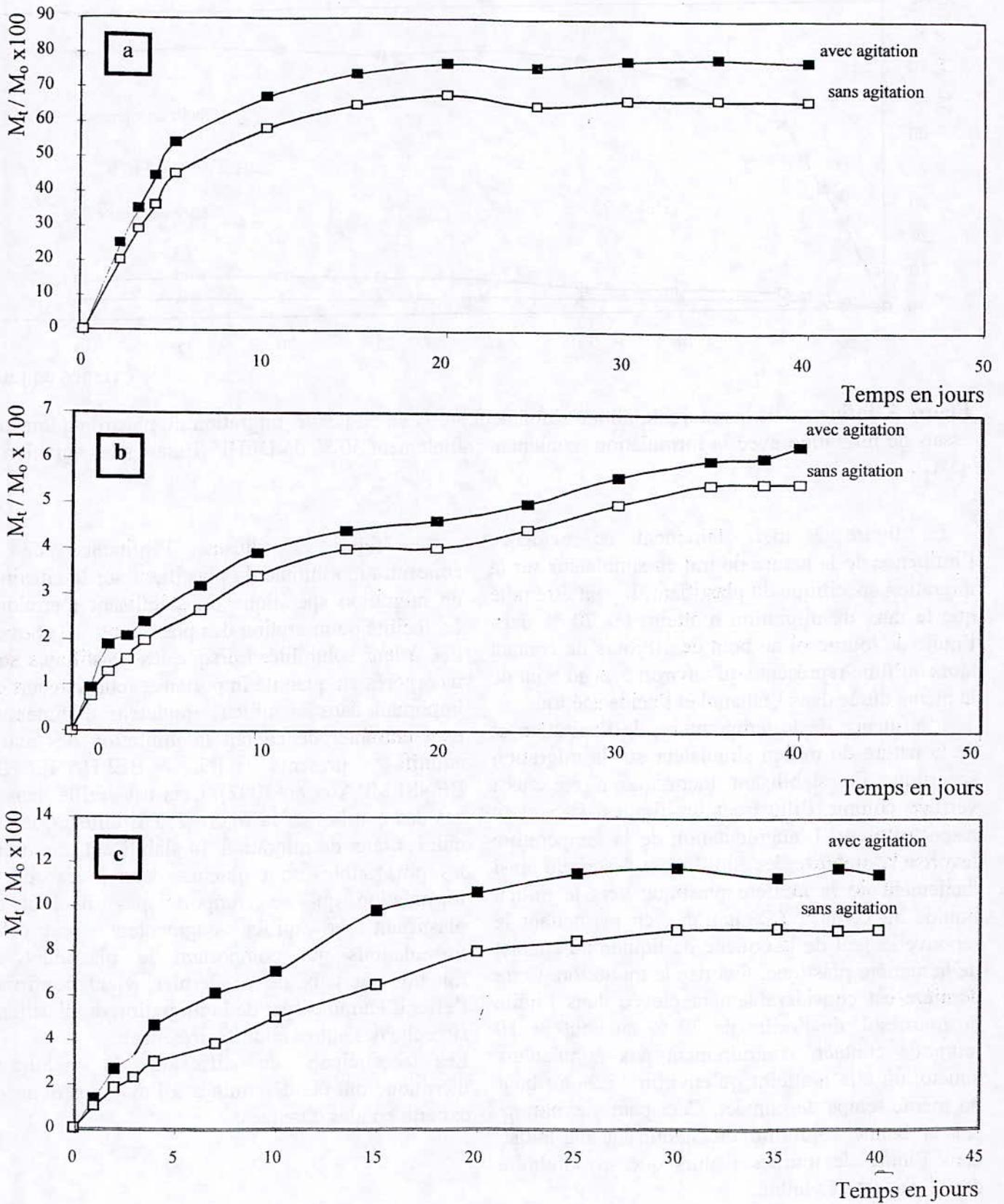


Figure 2. Influence de l'agitation sur la migration spécifique du plastifiant dans le cas de la formulation contenant initialement 50 % de DEHP (essais à 45 °C) : a- huile de tournesol ; b- acide acétique à 3 % ; c- éthanol à 15 %.

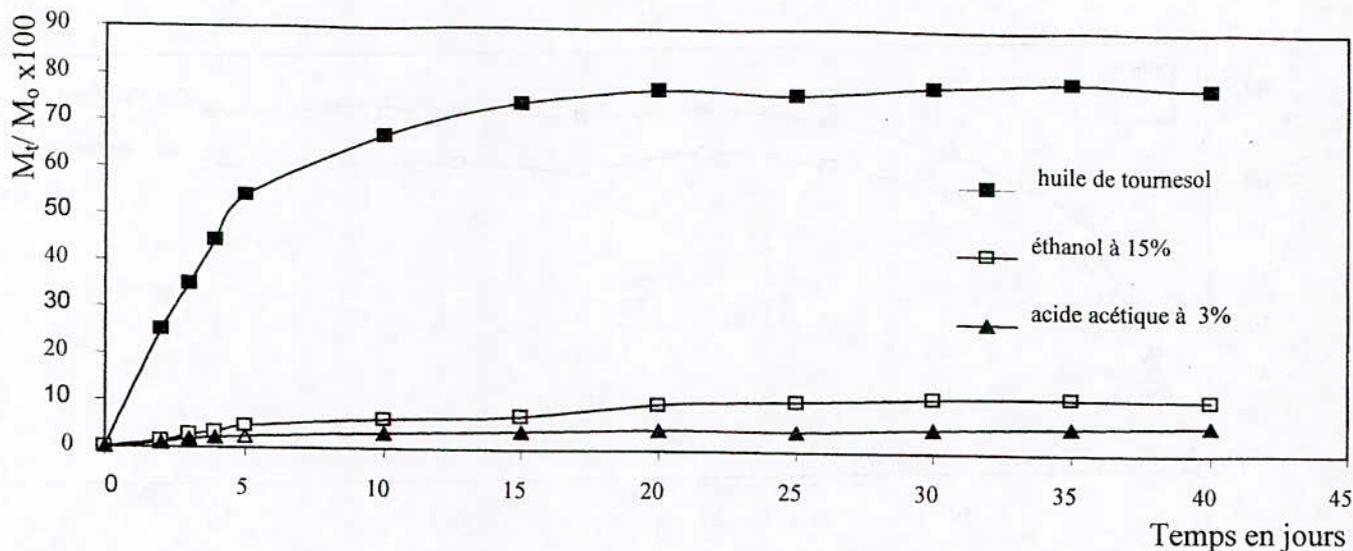


Figure 3. Influence de la nature du milieu simulateur sur la cinétique de migration du plastifiant lors des essais de migration avec la formulation contenant initialement 50 % de DEHP (Essais sous agitation à 45°C).

La figure 3 met clairement en évidence l'influence de la nature du milieu simulateur sur la migration spécifique du plastifiant. Il peut être noté que le taux de migration a atteint les 70 % dans l'huile de tournesol au bout de 10 jours de contact alors qu'il ne représente qu'environ 5 % au bout de la même durée dans l'éthanol et l'acide acétique.

L'influence de la température, de l'agitation et de la nature du milieu simulateur sur la migration spécifique du stabilisant thermique a été aussi vérifiée comme l'illustrent les figures 4, 5 et 6, respectivement. L'augmentation de la température favorise la mobilité des additifs qui désorbent ainsi facilement de la matière plastique vers le milieu liquide au contact. L'agitation, en permettant le renouvellement de la couche de liquide au contact de la matière plastique, favorise la migration. Cette dernière est considérablement élevée dans l'huile de tournesol, de l'ordre de 70 % au bout de 10 jours de contact, contrairement aux simulateurs aqueux où elle n'atteint qu'environ 15 % au bout du même temps de contact. Ceci peut s'expliquer par la bonne solubilité du stabilisant thermique dans l'huile de tournesol alors que sa solubilité dans l'eau est très faible.

La figure 7 illustre l'influence de la concentration initiale du plastifiant sur la cinétique de migration spécifique du stabilisant thermique. La facilité de migration des plastifiants est souvent liée à leur solubilité. Lorsque les plastifiants sont incorporés en quantité importante, leur transfert est important dans le milieu simulateur d'aliment et peut entraîner de ce fait la migration des autres additifs présents [N. BELHANECHÉ-BENSEMRA et al, 2002]. Ceci est vérifié dans le cas des courbes de la figure 7. Par ailleurs, le fait que les taux de migration du stabilisant thermique les plus faibles sont obtenus dans le cas de la formulation qui ne comporte pas du tout de plastifiant et qu'ils augmentent pour les formulations qui comportent le plastifiant en fonction du taux de ce dernier, vient confirmer l'effet d'entraînement de la migration du plastifiant sur celle des autres additifs présents.

Les coefficients de diffusion du stabilisant thermique ont été déterminés à l'aide des données expérimentales obtenues.

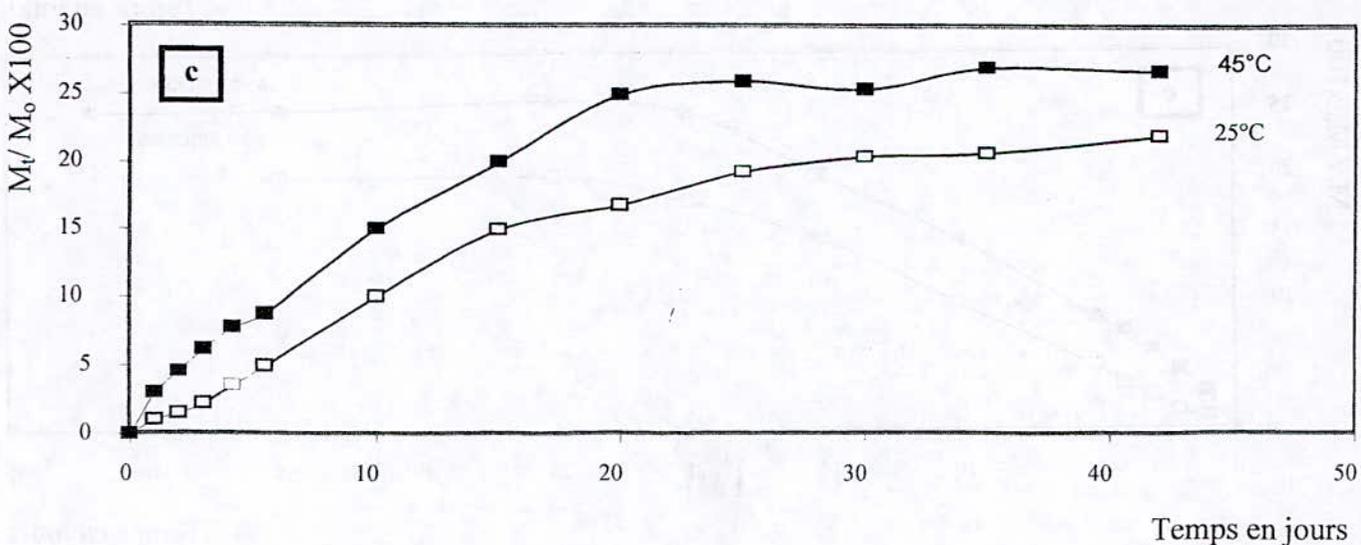
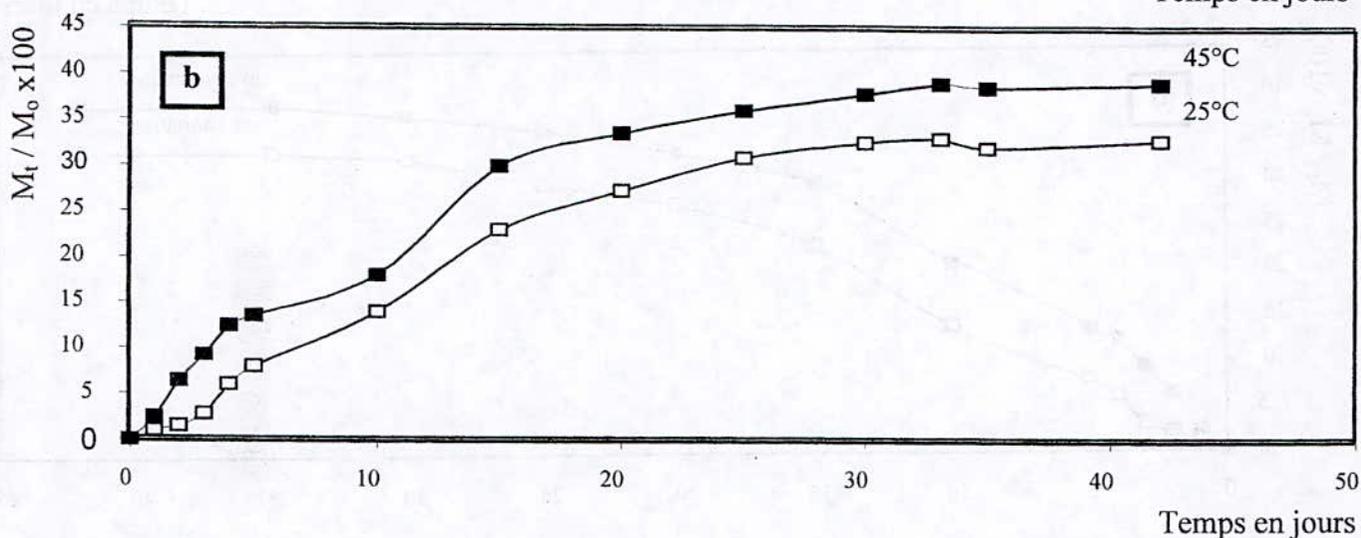
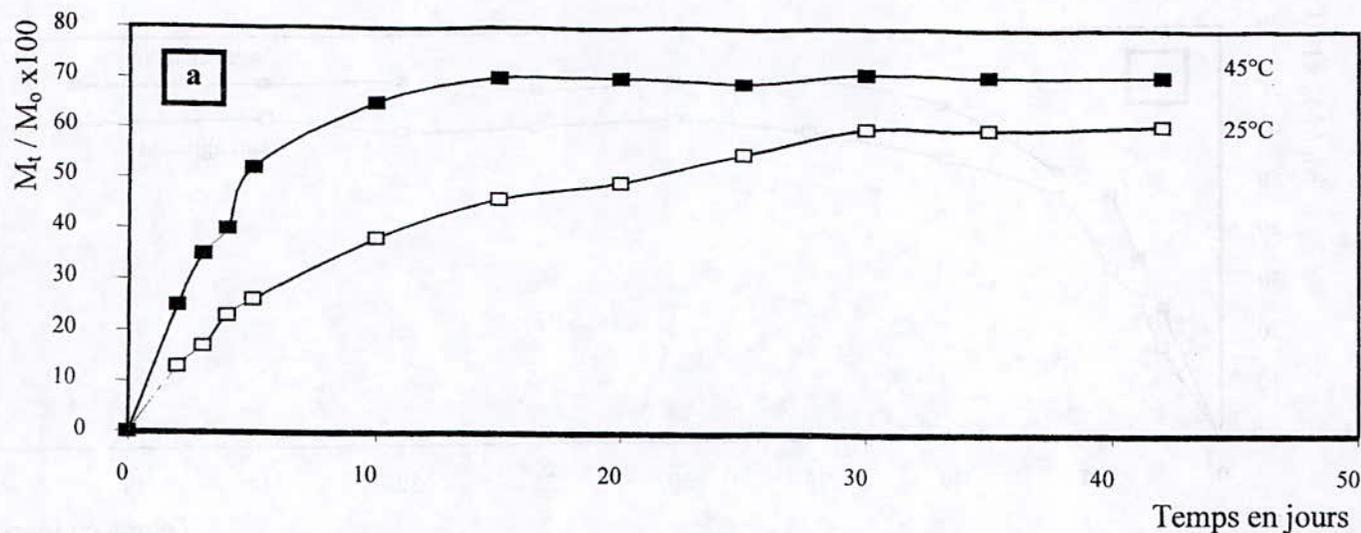


Figure 4. Influence de la température sur la cinétique de migration spécifique du stabilisant thermique dans la formulation contenant initialement 50 % de DEHP (essais sous agitation) : a- huile de tournesol ; b- acide acétique à 3 % ; c- éthanol à 15 %.

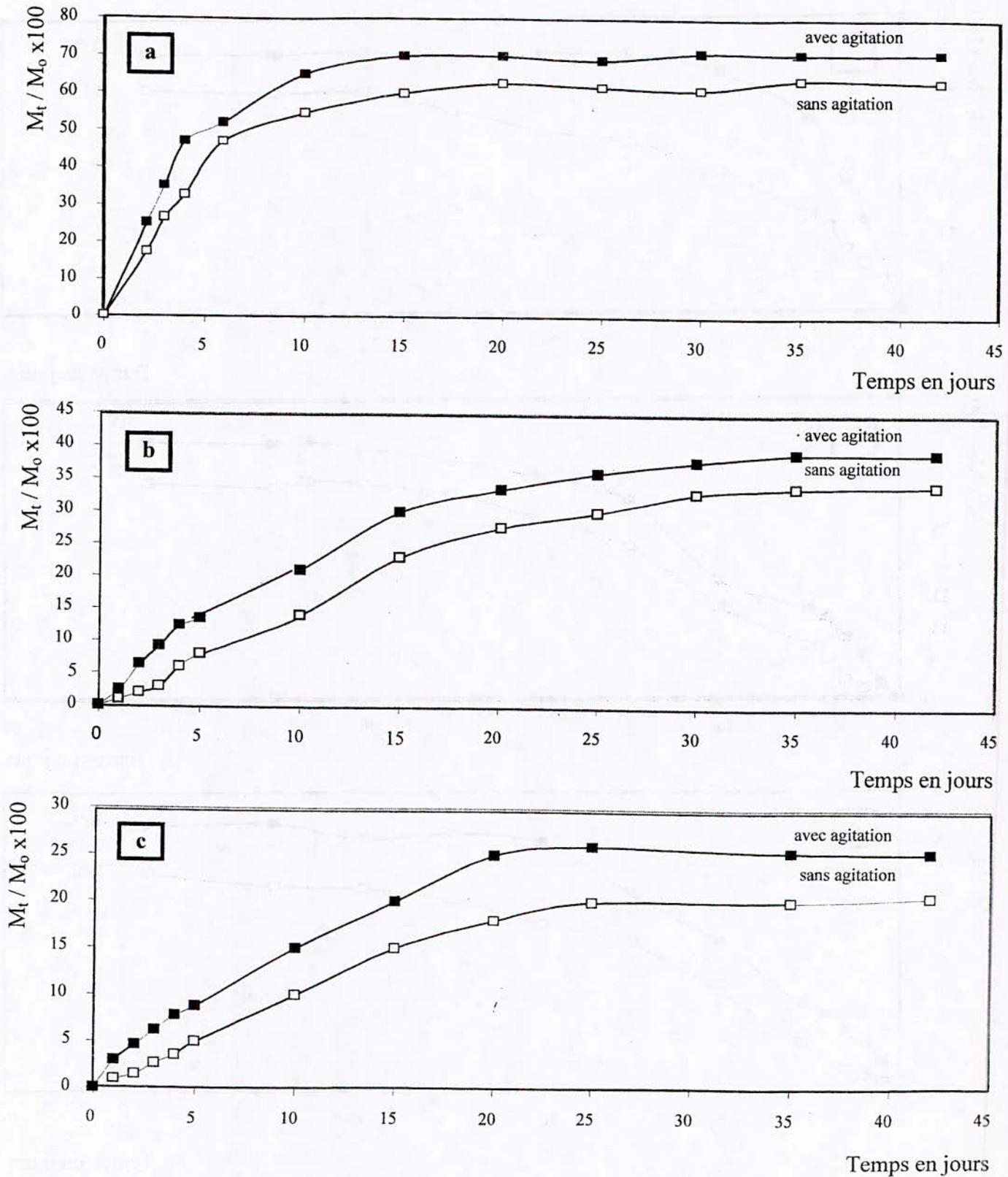


Figure 5. Influence de l'agitation sur la cinétique de la migration spécifique du stabilisant thermique dans le cas de la formulation contenant initialement 50 % de DEHP (essais à 45 °C) : a- huile de tournesol ; b- acide acétique ; c- éthanol à 15 %.

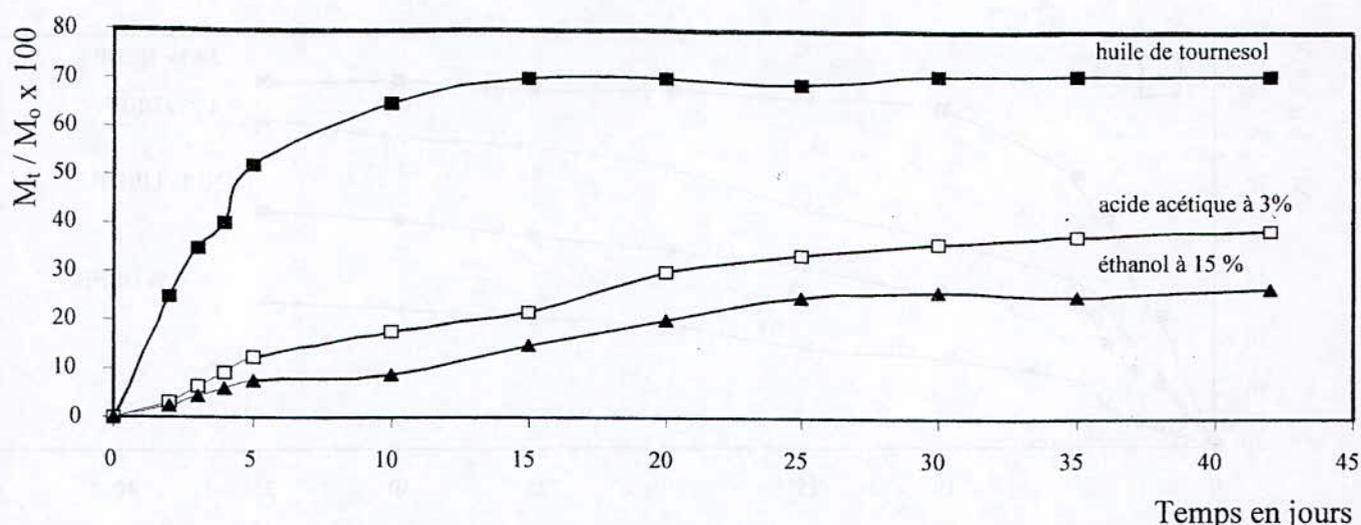


Figure 6. Influence de la nature du milieu simulateur sur la cinétique de migration spécifique du stabilisant thermique dans le cas de la formulation contenant initialement 50 % de DEHP (essais à 45 °C avec agitation).

L'équation qui décrit le phénomène de migration pour les temps longs s'écrit [J. M. VERGNAUD 1992] :

$$\frac{M_{\infty} - M_t}{M_{\infty}} = \frac{8}{\pi^2} \exp\left[-\frac{\pi^2}{L^2} Dt\right] \quad (1)$$

M_t : masse ayant migré à l'instant t en g.
 M_{∞} : masse ayant migré à l'équilibre en g.
 L : épaisseur de l'éprouvette en cm.
 D : coefficient de diffusion en cm^2/s .

Le coefficient de diffusion est déterminé graphiquement en traçant la variation de $\log(1 - M_t / M_{\infty})$ en fonction du temps. La pente P de la droite représentative des points expérimentaux est proportionnelle au coefficient de diffusion D. Ainsi :

$$\log \frac{M_{\infty} - M_t}{M_{\infty}} = \log \frac{8}{\pi^2} - \frac{\pi^2}{L^2} Dt \quad (2)$$

D'où :

$$P = \frac{\pi^2}{L^2} \cdot D \quad (3)$$

les coefficients de diffusion du stabilisant thermique dans l'huile de tournesol ont été ainsi

déduits graphiquement, puis regroupés dans le tableau 2. Les résultats obtenus montrent que les coefficients de diffusion du stabilisant thermique dépendent de la température, de l'agitation, de la nature du liquide simulateur ainsi que de la concentration du plastifiant. Ainsi, la valeur de D la plus élevée correspond aux essais de migration réalisés à 45 °C avec agitation, dans l'huile de tournesol et avec la formulation comportant une teneur initiale de 50 % de DEHP.

Tableau 2. Coefficients de diffusion du stabilisant thermique obtenus dans le cas des essais de migration réalisés dans l'huile de tournesol.

Teneur initiale en DEHP (%)	agitation	D. 10^{10} (cm^2/s) à 25 °C	D. 10^{10} (cm^2/s) à 45 °C
0	avec	1,03	2,02
0	sans	0,95	1,46
30	avec	2,10	2,37
30	sans	1,55	1,98
40	avec	2,50	3,20
40	sans	1,70	2,80
50	avec	4,30	7,01
50	sans	3,51	5,30

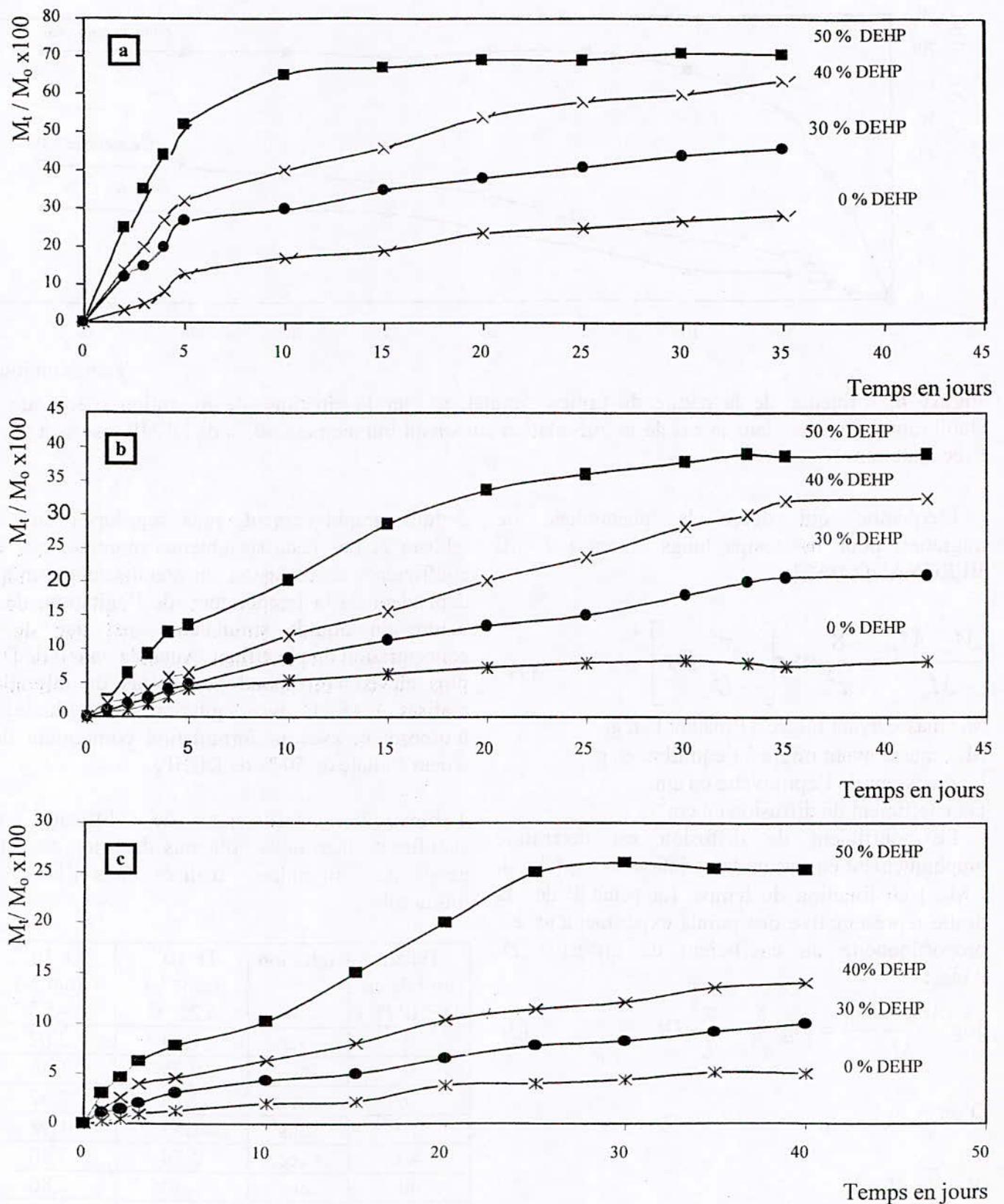


Figure 7. Influence de la concentration du plastifiant sur la cinétique de migration spécifique du stabilisant thermique (essais à 45 °C avec agitation). a- huile de tournesol ; b- acide acétique à 3 % ; c- éthanol à 15 %.

VI-CONCLUSION

Les résultats de la caractérisation des différents additifs commerciaux utilisés nous ont permis de proposer les formules les plus probables et qui sont agréées alimentaires.

Le stabilisant thermique connu sous le nom commercial Newstab 1830 n'est pas pur et appartient à la famille des mercapto-étains.

Les deux lubrifiants interne et externe seraient issus d'une combinaison chimique d'esters d'acides gras (stéarates) et d'amides d'acides gras (erucamide, palmitamide, stéaramide) qui sont autorisés par la réglementation dans les emballages alimentaires.

Quant au colorant jaune la présence du noyau aromatique chloré et du groupement azo — N=N— nous a permis de proposer comme nature chimique le PY 13, colorant jaune appartenant à la famille des azoïques chlorés qui sont agréés alimentaires .

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **M.REYNE**, Les plastiques dans l'emballage, Edition HERMES, Paris 1991.
- [2] **G.BUREAU**, La neutralité des emballages alimentaires: les évolutions réglementaires, Ind. Alim. Agr, N°4, PP185-188, Avril 1996.
- [3] **R. LEFAUX**, Les matières plastiques dans l'industrie alimentaire, Compagnie Française d'Édition, Paris, 1972.
- [4] **R.DERACHE**, La sécurité alimentaires et la réglementation européenne, Toxicologie et sécurité des aliments, Edition Technique & Documentation-Lavoisier, PP 577-589, Paris, 1986,
- [5] **J.RODIER**, L'analyse de l'eau, eaux naturelles, eaux résiduaires, eaux de mer. Bordas, Paris, 1984.
- [6] **V. ALEXEEV**, Analyse qualitative, Edition Mir, Moscou, 1980.
- [7] **T.C.ZERARKA**, Méthodes spectroscopiques d'analyses chimiques, OPU, Alger, 1994.
- [8] **G.SOCRATES**, Infrared characteristic group frequencis, WILEY Publication, New York, 1980.
- [9] **R.DEFOSSE**, Colorants et pigments, Techniques de l'ingénieur, A3232, PP 1-9, 1991.
- [10] **J.W COOPER**, Spectrsopic techniques for organic chemists, wiley-Interscience, New York, 1980.
- [11] **G.DIAB**, Les lubrifiants dans les industries agro - alimentaires, Guide de choix et d'utilisation, Edition Technique et documentation -Lavoisier, Paris, 1992.

ETUDE DES INTERACTIONS ENTRE LE PVC STABILISE A L'HUILE DE TOURNESOL EPOXYDEE ET DEUX MILIEUX SIMULATEURS D'ALIMENTS

D. ATEK, N. BELHANECHÉ – BENSEMRA, A. HELLAL

Laboratoire des Sciences et Techniques de l'environnement, Département de Génie de
l'Environnement, Ecole Nationale Polytechnique, BP 182, El – Harrach, Alger.

ملخص:

يهدف دراسة صلاحية استعمال المثبت الحراري (زيت عباد الشمس المؤكسدة جسريا) الذي يدخل في تركي،
الحاويات البلاستيكية من نوع PVC المهينة لتعبئة السوائل الغذائية.
قمنا بتقطيع أفراس من المادة الأولية ، التي تم وضعها في الوسط التشبيهي (زيت عباد الشمس، الإيثانول 15%)
وقد تم إتخاذ كل يوم عينة من هذا الوسط و التي تم تحليلها بواسطة التحليل الطيفي الذري SAA للبحث عن المعادن:
(Fe ، Cu ، Zn ، Cd ، Ca ، Na ، Ni ، Mg ، Pb ، Cr)
أما الأفراس ، فقد تم وزنها كل يوم ، لتقدير إختلاف الوزن بدلالة الزمن .

كلمات أساسية :

PVC، النزوح النوعي، زيت عباد الشمس المؤكسدة جسريا،، الوسط التشبيهي ، إختلاف الكتلة، SAA.

Résumé

Cette étude porte sur des essais d'interactions contenant-contenu concernant les emballages plastiques à base de polychlorure de vinyle (PVC) stabilisé à l'huile de tournesol époxydée qui a été mise au point dans le cadre d'un projet de recherche pour l'obtention d'un stabilisant thermique non toxique destiné à entrer en contact avec les denrées alimentaires. Pour cela, des essais de migration ont été réalisés dans deux milieux simulateurs d'aliments (huile de tournesol et éthanol aqueux à 15%). Des prélèvements réguliers ont été effectués. Les variations de masse des éprouvettes ont été suivies en fonction du temps de contact avec les milieux simulateurs considérés. Les teneurs en métaux (Fe, Cu, Mg, Pb, Zn, Na, Ca, Ni, Cd et Cr) dans les échantillons ont été déterminées par spectrométrie d'absorption atomique (SAA).

Mots clés :

PVC, migration spécifique, huile de tournesol époxydée, milieux simulateur, variation de masse, SAA.

Abstract

The aim of this work is to study the interactions between polyvinylchloride (PVC) packaging which is stabilized by epoxydized sunflower oil and food. For that purpose migration tests into two liquids simulators of food which are sunflower oil and 15% aqueous ethanol was carried out. Regular samplings were done.

The variation of the mass of the samples was followed as a function of the time. The amounts of metals (Fe, Cu, Mg, Pb, Zn, Na, Ca, Ni, Cd and Cr) were determined by atomic adsorption spectrometry.

Key words:

PVC, specific migration, epoxydized sunflower oil, liquid simulator, variation of mass, AAS.

I. INTRODUCTION

L'un des mécanismes les plus courants par lequel un aliment emballé dans un matériau plastique peut subir des contaminations est le phénomène de *migration* (figure 1). Ce terme désigne la *diffusion* de petites molécules (monomères, oligomères, adjuvants technologiques) du polymère dans les aliments. La définition légale de l'aptitude d'un matériau à être utilisé au contact des denrées alimentaires repose en grande partie sur l'étude des migrations, qui doivent être inférieures aux limites réglementaires. On distingue deux types de migrations [1] :

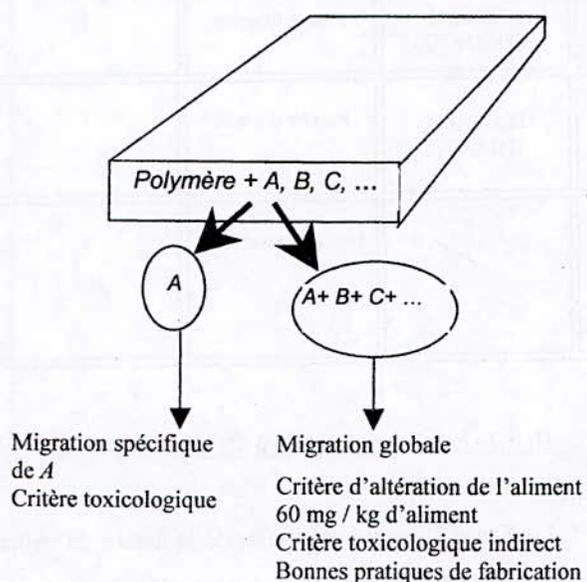


Figure 1 - Migration spécifique et migration globale.

La *migration spécifique* d'une substance donnée qui est un *critère toxicologique* doit être telle que le consommateur n'ingère pas chaque jour une quantité supérieure à la dose journalière tolérable.

La *migration globale* est la masse totale cédée par un emballage aux aliments à son contact. Elle est donc égale à la somme des migrations spécifiques de tous les migrants.

La détection et la quantification des contaminants relargués par les matières plastiques dans les simulants d'aliments jouent un rôle essentiel pour définir l'alimentarité de ce type d'emballages. Dans cet article, les interactions entre le PVC rigide stabilisé à l'huile de

tournesol époxydée (HTE) et des milieux simulateurs d'aliments sont abordées.

L'HTE est un nouvel additif (stabilisant thermique) mis au point et testé vis-à-vis de la dégradation thermique du PVC dans de précédents travaux [2-4]. Dans le présent article c'est son alimentarité qui est testée en se basant sur la variation de masse des échantillons de PVC ainsi que la teneur en métaux par spectrométrie d'absorption atomique.

Pour cela deux milieux simulateurs d'aliments ont été choisis, à savoir, l'huile de tournesol et l'éthanol aqueux à 15% [5].

II. PARTIE EXPERIMENTALE

II.1. Produits utilisés :

Mise à part l'HTE qui a été synthétisé spécialement pour cette étude [3], tous les autres produits sont d'origine commerciale et ont été utilisés tels quels. Le tableau 1 donne les produits utilisés et la composition de la formulation considérée.

II.2. Mode opératoire des essais de migration

spécifique :

Une fois le film de PVC rigide obtenu, il a été procédé à la découpe des pastilles destinées à subir les essais de migration.

Ces pastilles ont une épaisseur de $(0,40 \pm 0,01)$ mm, un diamètre de 18 mm et leur masse moyenne est de $(0,1200 \pm 0,0001)$ g.

Les essais de migration ont été effectués en immergeant 12 pastilles dans 120 ml de milieu simulateur d'aliments à la température de 40°C. Un prélèvement d'échantillon ainsi que 10 ml de liquide simulateur a été réalisé quotidiennement pendant 12 jours.

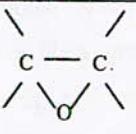
Un autre essai a été effectué à 70°C pendant 2 heures, afin de mettre en évidence l'influence de la température et du temps de contact.

Deux milieux simulateurs qui sont l'huile de tournesol brute (HTB) fournie par l'Entreprise Nationale des Corps Gras (ENCG) et l'éthanol aqueux à 15% ont été

utilisés. Ainsi, il a été possible d'étudier l'effet du milieu simulateur sur le phénomène de migration.

A noter que les pastilles sont essuyées puis pesées après chaque prélèvement.

Tableau 1. : Composition de la formulation réalisée. Les teneurs sont exprimées pour 100g de PVC.

Produit	Nature	Formule chimique	Nom commercial	Fournisseur	Aspect	Teneur (% en poids)
PVC	Poly chlorure de vinyle	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{CH} \\ \\ \text{Cl} \end{array} \right]_n$	4000 M	ENIP SKIKDA (ALGERIE)	Poudre blanche	100
Lubrifiant	Acide stéarique	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{16} \text{COOH}$	Loxiol G20	HENKEL (ALLEMAGNE)	Poudre jaune	1
Stabilisant thermique	Stéarate de Zinc	$\text{Zn} (\text{OCOC}_{17}\text{H}_{35})_2$	/	ALDRICH (FRANCE)	Poudre blanche	1
Stabilisant thermique	Stéarate de Calcium	$\text{Ca} (\text{OCOC}_{17}\text{H}_{35})_2$	/	PROLABO (FRANCE)	Poudre blanche	1
Stabilisant thermique	Huile de tournesol époxydée		/	/	Liquide jaune clair	5

II.3. Analyse par spectrométrie d'absorption

atomique (SAA) :

Les échantillons d'huile de tournesol ont subi une minéralisation par voie sèche puis ont été analysés à l'aide d'un spectromètre de marque PHILIPS ·PYE UNICAM SP6.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. Etude préliminaire des interactions basée sur la variation de masse :

L'évolution du taux de variation de la masse des éprouvettes $(m_t - m_0)/m_0$ en fonction du temps de contact (en heures) a été suivie. m_0 représente la masse de la pastille avant immersion dans le milieu simulateur d'aliment et m_t représente la masse de la pastille prélevée au temps de contact t après essuyage.

III.1.1- Essai de migration à 40 °C pendant 12

jours :

La figure 2, représente l'effet de la nature du milieu simulateur d'aliment sur le taux de variation de la masse des éprouvettes à 40 °C pendant 12 jours.

Les deux courbes représentées reflètent un phénomène de pénétration du liquide simulateur qui se manifeste au début des premiers jours des essais de migration et qui correspond à l'augmentation du taux de variation des masses des éprouvettes de PVC rigide. Ensuite, il est suivi d'une migration correspondant à la diminution du taux de variation des masses observée. Toutefois, cette diminution est relativement plus marquée dans le cas de l'huile de tournesol.

Ainsi, les résultats obtenus indiquent qu'il y a, d'abord, pénétration du milieu simulateur dans les éprouvettes de PVC, ce qui a pour effet d'augmenter la mobilité des petites molécules présentes dans le réseau polymérique, d'où la migration qui en résulte.

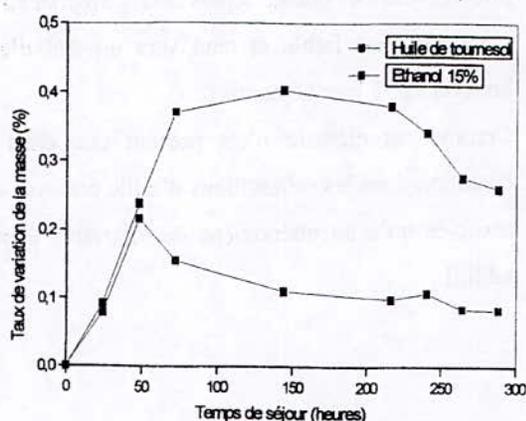


Figure 2 – Effet de la nature du milieu simulateur sur le taux de variation de la masse des éprouvettes.

III.1.2.-Essai de migration à 70°C pendant 2 heures :

heures :

Le tableau 2 illustre l'effet de la nature du milieu simulateur d'aliment sur le taux de variation de masse des éprouvettes lors des essais de migration réalisés à 70°C pendant 2 heures.

Les taux de variation de masse des éprouvettes sont positifs dans le cas des deux liquides simulateurs considérés, ce qui laisse supposer qu'une pénétration dans les éprouvettes a eu lieu. Il est à noter que cette pénétration est plus importante dans le cas de l'huile de tournesol. De plus, les taux de variation des masses des éprouvettes sont plus marqués que ceux obtenus au bout de 12 jours à 40°C, ce qui met en évidence l'effet de la température comme facteur favorisant les interactions entre la matière plastique et les liquides simulateurs.

Tableau 2. - Effet de la nature du milieu simulateur d'aliment (Essais à 70°C pendant 2 heures).

Nature du milieu simulateur	Taux de variation de la masse des éprouvettes (%)
Huile de tournesol	0,69
Ethanol à 15 %	0,08

En fait le taux de variation de la masse reflète la migration globale des additifs qui a lieu. La réglementation limite généralement cette migration globale, pour les emballages alimentaires à 10 mg/dm² ou 60 mg/kg de denrées [1,6]. Au delà de la limite recommandée, on considère que l'emballage provoque une altération de l'aliment. Le calcul de la valeur de la migration globale

dans notre cas a donné 2,457 mg/dm², pour l'essai de 12 jours à 40°C et il est de 7,371 mg/dm², pour l'essai de 2 heures à 70°C. ces deux valeurs trouvées sont inférieures à celle préconisée par la réglementation.

III.2. Application de la spectrométrie d'absorption atomique à l'étude des interactions :

La SAA a été utilisée dans le but de quantifier la teneur en éléments métalliques dans les échantillons d'huile de tournesol ainsi que dans l'éthanol aqueux à 15%.

III.2.1. Détermination des teneurs en métaux dans l'huile de tournesol :

Les éléments dosés sont : le fer, le zinc, le nickel, le plomb, le calcium, le sodium, le chrome, le magnésium le cuivre et le cadmium.

Les teneurs en métaux sont regroupées dans le tableau 3.

De ce tableau il ressort que l'huile de tournesol époxydée contient du Mg, du Ca, du Na et du Zn, alors que l'huile de tournesol brute ne contient que du Ca, du Na et du Cd. En ce qui concerne ces derniers éléments, leur présence pourrait être d'origine naturelle ou provenir des réservoirs métalliques dans lesquels l'huile est stockée après le raffinage.

Par contre, le fait que le Mg et le Zn soient présents dans l'HTE et absents dans l'HTB, est probablement lié à la réaction d'époxydation subie par l'huile de tournesol.

Quant aux autres additifs, le stéarate de zinc ne contient que du Zn, par contre le stéarate de calcium, en plus du Ca contient aussi du Zn. Aucune trace de métal n'a été détectée dans l'acide stéarique.

L'analyse des résultats du tableau 3 et l'allure générale des courbes de la figure 3 permettent de faire les observations suivantes :

1. Les concentrations de Ca et de Na dans l'échantillon du 1^{er} jour de contact sont inférieures à celles du blanc (HTB), ce qui serait dû à un éventuel phénomène de pénétration d'huile dans les éprouvettes en PVC. Ce dernier a déjà été observé dans l'étude préliminaire basée sur la variation des masses des éprouvettes.

Par contre, la présence du Mg et du Zn dans l'échantillon d'huile du 1^{er} jour ne peut être expliquée que par une migration à partir de l'éprouvette en PVC.

2. En ce qui concerne le Mg, bien que sa concentration augmente en fonction du temps, et cela jusqu'au 12^{ème} jour de contact, il peut être noté que l'augmentation relative la plus importante a lieu au bout du

premier jour de contact. Après cela, l'augmentation est beaucoup plus faible et tend vers un état d'équilibre au bout du 12^{ème} jour de contact.

Comme cet élément n'est présent que dans l'HTE, sa détection dans les échantillons d'huile prélevés ne peut être associée qu'à un phénomène de migration à partir de cet additif.

Tableau 3. : Teneurs en métaux des additifs, de l'huile de tournesol et des échantillons d'huile prélevés.

	Teneur en métaux lourds en µg/ml									
	[Fe]	[Cu]	[Zn]	[Ni]	[Pb]	[Ca]	[Na]	[Cr]	[Cd]	[Mg]
HTB	ND	ND	ND	ND	ND	11,73	7,37	ND	3,91	ND
HTE	ND	ND	5,17	ND	ND	7,78	0,88	ND	ND	30,00
Stéarate de zinc	ND	ND	14,79	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Stéarate calcium	ND	ND	7,41	ND	ND	7,67	ND	ND	ND	ND
Acide stéarique	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Essai du 1 ^{er} jour	ND	ND	0,51	ND	ND	6,90	3,22	ND	ND	17,43
Essai du 3 ^{ème} jour	ND	ND	2,35	ND	ND	6,78	3,82	ND	ND	19,86
Essai du 6 ^{ème} jour	ND	ND	2,96	ND	ND	6,97	4,58	ND	ND	20,71
Essai du 9 ^{ème} jour	ND	ND	0,38	ND	ND	9,76	4,74	ND	ND	25,28
Essai du 12 ^{ème} jour	ND	ND	0,63	ND	ND	14,01	5,76	ND	ND	25,90

HTB : huile de tournesol brute ; HTE : huile de tournesol époxydée ; ND : non détecté.

3. Quant au Zn, sa concentration augmente beaucoup plus faiblement que le Mg et cela jusqu'à 6^{ème} jour de contact. Bien que faible, elle ne peut qu'être associée à un phénomène de migration à partir des additifs qui le contiennent, à savoir, l'HTE, le stéarate de Zinc ou le stéarate de calcium. A partir du 6^{ème} jour, sa teneur tend à diminuer toujours très faiblement, ce qui laisse supposer que le phénomène inverse s'est produit.

4. La concentration du calcium demeure quant à elle inférieure à celle du blanc jusqu'au 9^{ème} jour de contact, ce qui laisse supposer une pénétration du milieu simulateur dans les éprouvettes, d'une part, et que s'il ya migration, elle ne devient détectable que pour l'échantillon du 12^{ème} jour, d'autre part ; elle proviendrait alors des additifs qui

contiennent cet élément, à savoir, l'HTE ou le stéarate de calcium.

5. Dans le cas du sodium, toutes les concentrations déterminées dans les échantillons d'huile prélevés sont inférieures à celle du blanc, ce qui laisse supposer la pénétration du milieu simulateur dans les éprouvettes de PVC.

6. En ce qui concerne le cadmium, on remarque que la concentration initiale qui se trouve dans le blanc a disparu complètement dès le premier jour du contact, d'où une éventuelle pénétration du Cd de l'huile de tournesol dans la pastille de PVC.

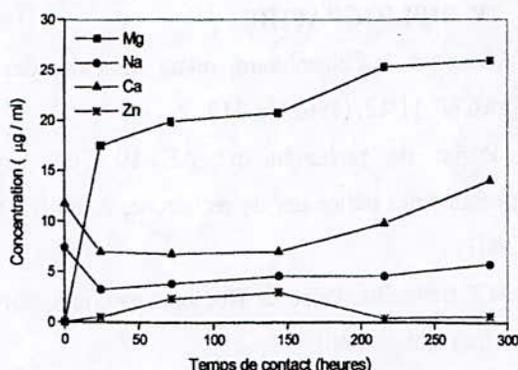


Figure 3. – Variation de la concentration des métaux des échantillons d'huile prélevés en fonction du temps de contact à 40°C.

III.2.2. Détermination des teneurs en métaux dans l'éthanol :

Le dosage des métaux présents dans les différents échantillons d'éthanol ayant subi les essais de migration a également été effectué par la SAA et il peut être constaté que mis à part le Mg qui n'est détecté qu'au bout du 9^{ème} jour aucun autre élément n'a été détecté pendant toute la durée de l'étude comme l'illustre le tableau 4.

Il est évident que le Mg ne peut provenir que de

l'HTE. Donc, cet élément a migré dans les deux milieux simulateurs considérés. Cependant, en comparant les résultats regroupés dans les tableaux 3 et 4, il est clair que la migration est plus importante dans l'huile de tournesol (25,90 µg/ml au bout de 12 jours) que dans l'éthanol à 15% (9,43 µg/ml au bout du même temps de contact).

Par ailleurs, le fait qu'aucun autre élément n'ait été détecté dans l'éthanol contrairement à l'huile de tournesol met en évidence l'influence de la nature du milieu simulateur sur les interactions qui ont lieu. La bonne solubilité de l'HTE dans l'HTB et sa solubilité moindre dans l'éthanol aqueux explique les résultats obtenus. D'une façon générale, il est connu que [7,8] :

- Les triglycérides sont susceptibles d'interagir avec les polymères lipophiles utilisés dans les emballages alimentaires (polypropylène, polyéthylène, polychlorure de vinyle, polystyrène et polytéraphthalate d'éthylène).

- Ils sont également d'assez bons solvants des migrants organiques qu'ils soient apolaires ou peu polaires.

Tableau 4. - Eléments détectés dans les échantillons d'éthanol à 15%.

	Teneur en métaux lourds en µg/ml									
	[Fe]	[Cu]	[Zn]	[Ni]	[Pb]	[Ca]	[Na]	[Cr]	[Cd]	[Mg]
Ethanol	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
HTE	ND	ND	5,17	ND	ND	7,78	0,88	ND	ND	30,00
Essai du 1 ^{er} jour	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Essai du 3 ^{ème} jour	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Essai du 6 ^{ème} jour	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Essai du 9 ^{ème} jour	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	7,43
Essai du 12 ^{ème} jour	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	9,43

ND : non détecté.

IV. CONCLUSION

Sur la base des résultats expérimentaux obtenus, on peut conclure ce qui suit :

L'étude de la variation de masse a permis de mettre en évidence la présence d'interactions entre le PVC et les milieux simulateurs considérés qui s'est manifestée par le phénomène de migration globale des additifs. La valeur calculée de cette dernière a montré que la formulation étudiée ne provoque pas une altération des aliments du fait qu'elle ne dépasse pas la limite recommandée qui est de 10 mg/dm².

La SAA a permis de doser dans les échantillons d'huile de tournesol certains éléments initialement présents

dans les additifs utilisés qui sont le Zn, le Mg, le Ca et le Na et nous sommes arrivés à conforter le phénomène de migration dans le cas de ces métaux. Les résultats apportés par cette technique confirment ceux obtenus par l'étude préliminaire basée sur la variation de masse des éprouvettes.

Bien que faibles, ces interactions mériteraient d'être approfondies par d'autres techniques analytiques telles que l'infrarouge à transformée de Fourier et la chromatographie en phase gazeuse.

V. BIBLIOGRAPHIE

- [1] :V.Ducruet, A.Feigenbaum, revue française des corps gras, N° 11/12, (1992), p 317.
- [2] : Projet de recherche n° AE 19 705, premiers programmes nationaux de recherche, ANDRU, (1998-2001)
- [3] : M.T.Benaniba, thèse de Doctorat en cours, université Ferhat Abbas, Sétif.
- [4] : M.T.Benaniba, N.Belhaneche-Bensemra, Polym. Degr. & Stab., 74 (2001) p 501.
- [5]:C.Lhuguenot, Ind. Agr. Alim, (1996), p 189.
- [6]: P.Camus, Ind. Agr. Alim, (1996), p 191.
- [7]: L.Castle, A.J.Mercier & J.Gilbert, , (1988), p 277.
- [8]: M.Hamdani, A.Feigenbaum, Ann. Fals. Exp. Chim.N° 936, (1996), p 189.

REMERCIEMENTS

Les analyses par spectrométrie d'absorption atomique ont été réalisées dans les laboratoires suivants :

□ Laboratoire Central de L'intendance (LCI) de Beau Lieu d'El - Harrach.

□ Laboratoires de l'UER de chimie appliquée de l'Ecole Militaire Polytechnique de Bordj El Bahri.

Le personnel technique est vivement remercié pour sa précieuse collaboration.

Mémoires de Magister***En Génie civil***

- 1-Lakehal Saadi** 14/06 **DT:M. B.Tiliouine**
Contribution à l'étude de dimensionnement optimal des fondations , dans un contexte probabiliste.
- 2-Abdelkarim Airouche** 04/07 **DT:M. M.K Berrah**
Etude des effets d'interactions dynamiques dus au trafics urbains dans les systèmes SOL-Tunnel par la méthode des équations intégrales aux fonctions.
- 3-Ouanani Mouloud** 28/06 **DT:M. B.Tiliouine**
Contribution à l'analyse dynamique tridimensionnelle des ponts – caissons

En métallurgie

- 1-Sadek Boufligha** 15/02 **DT:M.N.Mesrati**
Comportement en cycle thermique de l'interface du matériau composite 55E+65E /35CDA réalisé par projection thermique.
- 2-Smaali Mohamed** 09/11 **DT:Mme N.Z.Boutarek**
Amélioration de la résistance à la corrosion des Aciers inoxydables de type AISI 304 par des dépôts métallurgiques du cuivre
- Kaci Embarek** 09/03 **DT:M.B.Demri et M.T.Kerdja**
3-Elaboration des couches minces d'étain et de carbone par la thermique d'Ablation en biomédical.
- 4-Abdelaziz Sehiseh** 13/11 **DT:M.Abdelmadjid Kasser.**
Contribution à l'étude de frittage d'une poudre d'Acier à outils rapide T15 par le procédé « CAP » et modélisation.

En mécanique

- 1-Hachi Ibrahim El khalil** 16/03 **D.T : Y. Belkacemi**
Contribution à l'application de la méthode de discontinuité de déplacement (M-D-D) en tridimensionnel
- 2-Bachar Sofiane** 13/03 **DT:M.M.Madani**
Prédiction des vibrations latérales et leur influence sur la garniture de fond de puits de pétrole.
- 3-Sefia Kamel** 02/07 **DT:M.Bouaziz**
Modélisation des erreurs d'une machine à mesurer tridimensionnelle
- 4-Djellal Slimane** 05/05 **DT: B.Benkoussas**
Etude et modélisation de la combustion turbulente dans une chambre de combustion d'un statoréacteur
- 5-Riache Lakhdar** 07/06 **DT: H.Belhaneche**
Etude de la lubrification elastohydrodynamique des engrenages spiro-coniques.

En Hydraulique

- 1-Lefkir Abdelouahab** 02/07 **DT: S.Benmaamar**
Conception à l'optimisation des réseaux de distribution d'eau
- 2-Berghout Ali** 05/10 **DT: M.Berkani**
Modélisation mathématique du mécanisme hydrodynamique de l'envasement des retenues.

En matériaux

- 1- Chabou Moulay Abdelkader** 04/10 **DT : Mme N.Belhanech**
Etude de la valorisation du polyéthylène basse densité régénéré par recyclage mécanique.

1-Thèses de Doctorat d'état**En Génie Civil**

- 1-Mohamed Sayah goual 28/02 DT: A.Bali et M.Quenedec
Contribution à l'élaboration d'un procédé de valorisation de co-produits argileux. Cas du béton argileux cellulaire obtenu par réaction avec l'aluminium pulvérulent : caractérisation et comportement thermohydrrique

En métallurgie

- 1-Hellal Fatah 22/06 DT: S. Rechak et A. Hazote
Etude de l'interaction entre les transformations de phases par diffusion et les contraintes, dans le cas de quelques alliages Fer -Carbone

2-Mémoires de Magister**En Génie Civil**

- 1-Mme M.Y Mehiaoui (Epoque Hajebar) 14/10 DT: M.K.Berrah
Effet de la Stochasticité des conditions géologiques locales sur la variabilité spatiale de la réponse sismique des sols.

- 2-Abdelaziz Salim 14/11 DT: M.S.Belkacemi.
Traitements des sols par injection approche expérimental

En métallurgie

- 1-A.S.Adamou 01/03 DT:N. Mesrati
Modélisation de l'indentation à Bille.

- 2-Ramdhane Kouba 02/04 DT:F.Hellal
Modélisation du processus d'Adhésion viscoplastique en soudage par diffusion, approche analytique et numérique.

- 3-Ouari Kamel 28/06 DT:K. Abadli
Evolution micro structurale et mécanique d'un acier allié au chrome - molybdène - vanadium (Z160CDV12) en condition de fatigue thermique.

- 4-Hadjadj Rachid 20/06 DT: M.Djeghlal
Etude des phénomènes de précipitation et évaluation thermodynamique des binaires nitrurés.

- 5-Kaddour djilali 10/09 DT : Hellal Fatah
Etude de la dissolution de la cémentite lors de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ d'un acier eutectoïde.

- 6-Addad Abdelaziz 10/09 DT : Hellal Fatah
Application de l'analyse d'images et des algorithmes génétiques au passage 2D/3D dans le cas d'une poudre d'acier.

En génie minier

- 1-Molay Charaf Chabou 25/09 DT:A.Sebai
Etude pétrographique et géochimique du magmatisme Mésozoïque de l'ouest de la plat-forme

- 2-Mira Filali 25/09 DT:A.Sebai
Le volcanisme de la province triasique : critères pétrologiques et géochimiques.

En matériaux

- 1-Zeddoum Chafia 28/03 DT : Mme N.Belhaneche

Etude de la migration spécifique des constituants des emballages plastiques à base de P.V.C dans différents milieux simulateurs d'aliments.

Abonnements - diffusion

Dans le cadre de la diffusion de ses résultats de recherche, l'E.N.P produit depuis 1986, une revue scientifique intitulée « Algerian Journal Of Technology » (AJOT).

Plusieurs formules d'abonnement à cette revue sont disponibles :

- 1- **Abonnement Annuel** (2 numéros d'une série – Frais d'envoi inclus-)

Algérie : 1000 DA.

Etranger : 40 Euro.

- 2- **Collection Complète** de la revue depuis 1986 (Volume 1 à 14 des trois séries) (Voir Appel aux sponsors)
Compte tenu des disponibilités)

Algérie : 10.000 DA.

Etranger : 400 Euro.

- 3- **Abonnement de soutien** à la revue avec des commandes en 3 exemplaires ou plus.

- 4- **Echanges** avec d'autres établissements et centres de recherche conformément à la circulaire N° 17/50 du 13/05/1998 du secrétaire Général du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique.

Pour vous abonner à l'AJOT , il vous suffit de remplir le bon de commande ci-joint accompagné d'un chèque libellé.

- Au nom de la société Algérienne de Technologie (SAT) société savante à but non lucratif (Agrément N° 38 du 14 juin 1995 (MICREA) conformément à la loi 90/91).

Compte BADR : Hacem Badi 635.200.000.586/78

Adresser vos commandes à Monsieur – C - Larbes – Responsable de la diffusion et des abonnements, en précisant la nature de celle -ci (Abonnement annuel, de soutien, d'échange etc...) accompagnée des modalités de règlement correspondantes ainsi que l'adresse à laquelle doit se faire l'envoi.

e-mail : Enp_ajot@yahoo.fr

Je désire souscrire un abonnement annuel à l'Algerian Journal Of Technology

NOM :
ADRESSE :
.....

Formule d'abonnement retenue* : A S C E

Signature

*- Rayer la mention inutile

A Annuel

S Soutien

C Collection complète

E Echange

APPEL AUX SPONSORS

La revue AJOT existe depuis 1986, avec l'ambition de la sortie d'un volume par an, à raison d'un numéro par semestre. Les différentes filières technologiques sont regroupées sous trois série en l'occurrence :

Série A : Pour la Mécanique et couvre le Génie Civil, la Mécanique, l'Energétique, l'Hydraulique, les Mines, le Génie des Matériaux, ...

Série B : Pour l'Electronique, l'Automatique, le Génie Electrique, l'Informatique,...

Série C : Pour le Génie Chimique, le Génie de l'environnement, le Génie industriel, le génie des Procédés,...

Afin de pouvoir améliorer la qualité de la revue AJOT dans sa présentation, dans son contenu et dans sa diffusion la plus large possible, d'autres ressources de financement que la ligne budgétaire accordée à l'ENP à cette effet lui sont nécessaires.

Pour cette raison, la revue AJOT fait appel aux sponsors éventuels intéressés. Le sponsoring peut se faire soit directement par des dons (50 000.00 DA minimum) soit par abonnement de 50 exemplaires d'un numéro au minimum.

Les sponsors, s'ils le demandent, leur sigle commerciale figurera en bonne place dans la revue.

Pour Avoir d'autres informations, ou explications à ce sujet, contacter le responsable de la publicité et du sponsoring de la revue M.M. Bouabdallah, qui se chargera de les fournir avec plaisir, à l'adresse ci-dessous :

Ecole Nationale Polytechnique
B.P. N° 182, Hassan Badi El - Harrach, 16200, Alger, Algérie
Tel : 52 53 01/03 ou 52 14 94 Post 252-251
Fax : (213)(0) 21 52 29 73
e-mail : mbouabdallah@hotmail.com

RECOMMENDATION TO AUTHORS

The Algerian journal of technology (AJOT) magazine publishes original articles of researches fitting scientific and technologic dimension. Theory, design, applications and development are greatly taken in to account by type subjects dealt with by the issues A, B, and C for the contribution, they appear as following :

1. By articles presenting a meaningful and significant supply in research, development in application of concepts. (Less than 20 pages)
2. By technical notes and short correspondences commenting or correcting type earlier published articles (Not more than 10 pages)
3. By syntheses or monographs (Less than 20 pages)
4. By reports of conferences colloquy, symposium and seminars, gathered in a special issue of The AJOT.

The submission of the manuscript means that it has already been protected by a copyright, and not published, or submitted or accepted for publication elsewhere.

The manuscript must be written preferably in English. The AJOT does not accept the manuscripts written in Arabic or French unless they exceed 50% of their global content as competition regarded.

The whole manuscripts must be concise at great extent. The editor has the right to refuse the articles which exceed the needed number of pages. In case of acceptance the overstepping will be invoiced on the authors.

A. SUBMISSION PROCEDURE OF MANUSCRIPT

1. All manuscripts should be submitted in 5 complete copies, one of item must be original. This is to facilitate the work for the reading committee.
2. The authors whom their articles are accepted, if not done before, have to give a short biography (Less than 100 words) and two photographs of passport.
3. The manuscripts will be transmitted within 2 copies of the application for publication letter.

The address must be shown on the latter and if possible the phone-number and / or telex / fax, etc. . The director is to be informed about any change or alteration in due time.

B. COPYRIGHT

By its rule of procedure, the AJOT adjudges 50% of its authors' rights to compensate the supply of editors. So the application letter must include the signed convention Of authors' on this procedure.

C. PRESENTATION OF THE MANUSCRIPT

1. The manuscripts must be typewriter in double columns, on white paper of A4 (21.29.1 cm) and on one side only, with a 1.5 cm margin on both side. The magazine is off-printed recto-verso. The characters font are times-roman. The title in 14 pts, the authors names and address in 12 pts and the text in 10 pts.
2. What should be written in the first page
 - The title of the article (without symbols) well condensed.
 - Authors names (in limited number, avoid articles of more than three authors) which should be preceded by their names initials. A slash must mark the name of the authors who will be communicated of any correspondence related to the article.
 - The names and addresses of concerned laboratories.
 - The key words according to norms admitted by the information bank.
 - The summaries in three languages : Arabic, English, and French, in this order - 300 words in maximum for the original articles or synthesis 75 words for technical notes and correspondences. These summaries should not contain equations, references, or notes of acknowledgements.
 - The articles which are exclusively written in English should contain abstracts in Arabic and French.
3. An introduction that indicate the state of the subject and the contribution of the article will be supplied.
4. Indicate, eventually, the advantages, limitations and possible applications at the conclusions.
5. The references should be numbered between brackets []. They must, also, be placed at the end of the article. The references should precise in order the following :
 - The names of all the authors preceded by their last names initials.
 - The title at the article.
 - The abbreviation of the magazine's title. It is a book give the editor's name.
 - The numbers of inclusive pages (or Chapter) after the volume indication, the month and the year.
6. The equations must be numbered in the text in Arabic numbers (between parentheses). Avoid using simultaneous indexes.
7. The references in the text should appear numbered, put between brackets and placed after the name of one or two authors.
8. The list of references should be printed in double spaces at the of text, in the order they given in the text.
9. The nomenclature and the abbreviations must be represented in a glossary at the end of a text and after the list of references.
10. The International System (I.S) has to be used even if a particular practice needs the use of an other system of units. The equivalence in the International System must appear in brackets.
11. The impression of the black colour must be well contrasted (laser impression for example). Avoid computer printers that gives a difficult impression to reproduce.
12. The chosen characters of Times New Roman type must be neither too narrow nor too spindly. The letters and signs must have at least 2 mm of height. Avoid too much bold characters and symbols.
13. As for the titles of paragraphs, use capital letters or bold characters, but not underlined, the titles of alineas must be underlined.
14. All the titles of paragraphs or alineas start too the left margin of the page.
15. The width of columns must be 85 mm. The spacing between columns must be 5 mm. The text should be written in Times New Roman 10 pts. The space between the lines must be 4 mm.

D. CURVES, TABLES AND PHOTOS

1. The authors are asked to submit professional illustration of high quality. The AJOT has not the means to do it.
2. The original drawings should be done with black Chinese ink on white tracing paper. The figures scale must be 7 x 7 cm. It is not possible to insert the figures, tables and photos in the columns. The needed size is limited to 13 x 21 cm. The printing on photograph paper of the illustrations is also possible.
3. The whole subscriptions must be large enough to be legible after the printing.
4. The figures should not be overloaded by legends and text. Give only what is necessary.
5. The figures and tables (charts) must be presented in the text in the desired positions.
6. The numbering of figures and photographs is the same. The tables are numbered apart.
7. All figures and tables must have a title. Their numbering should be dealt with in the increasing order.

E. PRINTING ASIDE

Whenever possible, 30 copies without covers would be printed and given to the authors. In this case the corresponding costs will be paid off immediately after the acceptance of the manuscript according to the estimate of the printer.

F. MAILING OF ARTICLES

The articles and manuscripts comforts to the above recommendation (notes) should be sent to :

Mr. le Directeur de la rédaction de la revue AJOT
Ecole Nationale Polytechnique
B.P. No. 182, Hassan Badi El-Harrach, 16200 Alger, Algérie.
Tel : 52 53 01/03 ou 52 14 94 Poste : 252
Télex : 64.147 ENP/DZ
FAX : (213) 21.52.29.73.
e-mail: enp_ajot@yahoo.fr

CONTENTS/ SOMMAIRE

Avant propos		1
Génie Civil		
1	S.Lakehal, B.Tiliouine et B.Zeghlache « Dimensionnement optimal d'une fondation superficielle dans un contexte probabiliste »	3
2	M.S.Goual, A.Bali et M.Queneudec t'Kint « Influence de la température et de la teneur en humidité sur la conductivité thermique des béton argileux cellulaires ».	13
Mécanique		
3	S.Larbi et H.Belhaneche « Eléments d'analyse de la physique de la condensation en milieu poreux ». (1 ^{ère} Partie)	23
4	M.Oukacha, S.Larbi et H.Belhaneche « Eléments d'analyse de la physique de la condensation en milieu poreux ». (2 ^{ème} Partie)	36
5	S.Larbi, H.Belhaneche et S.A.Boubendir « analyse de la lubrification thermohydrodynamique des systèmes tournants ».	43
6	H.Ferdjani et J.P. Boehler « Homogenisation of Woven Fabric Composites » Part I : Homogenised Elastic Coefficients and Comparaison with Cross-Ply Laminates.	60
Matériaux		
7	M.T.Benaniba, N.Belhaneche-Bensemra «Application de l'huile de tournesol époxydée à la stabilisation thermique du polychlorure de vinyle »	79
8	K.Benrachedi, A.Mekarzia, M.Z.M. Bouregghda, N.Belhaneche-Bensemra et A. Namane «Caractérisation d'un charbon actif préparé à partir du marc de café ».	85
9	N.Belhaneche-Bensemra et C.Zeddami «Identification et caractérisation de quelques additifs du PVC destinés au conditionnement alimentaire ».	93
10	N.Belhaneche-Bensemra et C.Zeddami «Caractérisation de la migration spécifique de deux additifs du PVC sous l'influence de différents paramètres ».	105
11	D.Atek, N.Belhaneche-Bensemra et A.Hellal «Etude des interactions entre le PVC stabilisé à l'huile de tournesol époxydée et deux milieux simulateurs d'aliments »	116
Thésauria 2000/2001		123