

Étude et modélisation du comportement des émaux lors du matriçage finition des aubes en alliage de titane

François Frascati

▶ To cite this version:

François Frascati. Étude et modélisation du comportement des émaux lors du matriçage finition des aubes en alliage de titane. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003. Français. NNT: 2003ENMP1116. tel-00443623

HAL Id: tel-00443623 https://pastel.hal.science/tel-00443623

Submitted on 31 Dec 2009 $\,$

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ÉCOLE DES MINES DE PARIS

N• attribué par la bibliothèque

THÈSE

Présentée et soutenue publiquement par

François FRASCATI

le 6 mars 2003

en vue de l'obtention du grade de **DOCTEUR** en

SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

ÉTUDE ET MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES ÉMAUX LORS DU MATRIÇAGE FINITION DES AUBES EN ALLIAGE DE TITANE

Directeur de thèse : Eric FELDER

Jury

MM.	G. BERANGER	 Président
MM.	J. C. BOYER	 Rapporteur
MM.	M. FILLON	 Rapporteur
MM.	E. FELDER	 Examinateur
M ^{elle}	A. VENARD	 Examinatrice

Remerciements

Je remercie Monsieur Benoît Legaît, directeur de l'École des Mines de Paris, de m'avoir permis d'effectuer ma thèse au sein de son école.

Je remercie Monsieur Jean-loup CHENOT de m'avoir accueilli dans son laboratoire du CEMEF à Sophia-Antipolis.

Je souhaite remercier conjointement mes deux responsables de thèse :

- Agathe Venard, qui m'a beaucoup apporté, beaucoup appris, pour ses compétences et son suivi rigoureux
- Eric Felder qui a toujours été présent, disponible et d'une importance capitale dans la conduite de ce projet.

Je tiens à remercier toutes les personnes qui sont intervenus dans ma thèse, de près ou de loin, que ce soit à l'école des mines ou à Snecma et qui ont rendu possible (et dans de bonnes conditions) ce travail de recherche :

- Yvette Gatin, Lionel Valery, Pascal Vignolles, Dominique Magnaudeix, Patrick Force, Claude Plazanet, Alain Ferrier, Michel Burtaire, Stéphane Vitrac, Lionel Calmejane, Gilles Ballan (et ses compagnons), Jean-Marc Lettry (et ses compagnons), Daniel Mallet (et ses compagnons), Lionel Guet (et ses compagnons), Cécile Martin, Jean Fautrès, Jaques Suard, Ryphal Miassounda... côté Snecma.
- Patrick Coels, Marie-Françoise, Sylvie Michel, Sylvie Bertrand, Viviane Narvaez, Geneviève Anseeuw, Pierre Montmitonnet, Mernard Bonasse (c'est la combine à Nanard...), Suzanne Jacomet, Michel-Yves Perrin (le nain breton), Gilbert Fiorrucci, Evelyne Darque-Ceretti, Marc, Eric, Jo (Demis Roussos)... côté ENSMP.

Je présente mes excuses à tous ceux que j'ai oublié involontairement de citer, mais ils figurent dans mon cœur pour leur gentillesse et leur apport.

Je remercie à présent tous mes amis, pour leur apport vital au cours de ces trois ans : la bonne humeur et la fête nécessaires pour passer le cap douloureux de la thèse.

- ASP, le gros : Un gros breton alcoolique et nul au tennis, mais je l'aime, il sait écouter les âmes en peine, gros nounours au cœur tendre, c'est mon pote.
- LA Bellan : Une jolie fille sympa amoureuse d'un gros breton alcoolique et nul au tennis (elle recherche une prothèse du genou... faites passer ce message...), elle sait écouter les âmes en peine, c'est ma pote.
- Manu : Le plus mauvais joueur que j'ai jamais rencontré, que ce soit au billard, au tennis de table, aux fléchettes, au Babyfoot, à la pétanque... (je cite : « ça m'énerve ça bordel »... c'est un ... de porc), il est soupe-au-lait mais à le cœur sur la main, c'est mon pote.
- Mouloud : un français très mat de peau qui a mal tourné... il bosse dans l'informatique ! Paix ait son âme, compagnon de fête dans mon adolescence, c'est mon pote.
- Bubu (bu) : Ex-futur-présente compagne... elle a du mérite, elle m'a supporté pendant 7 ans, elle en a perdu ses cheveux... des perruques existent, elle les refuse (elle est fière et susceptible, elle est catalane), c'est ma pote.
- Tom et Carole : Un jeune chef de projet comme on les aime (je cite : « salut François, ça va ? oui alors attends, j'ai un double appel... oui non ne raccroche pas, je reviens dans 5 minutes... »), il a épousé un boulet sans... ils sont beaux, bravo et merci... ce sont deux potes qui travaillent trop (aidez-les).

- Nano ou le nazillon ou judas : un être froid et fourbe, ne jamais le laisser avec ses amies pendant qu'on a le dos tourné, a le cœur sur la main, réfugié politique en suisse bretonne puis en suisse normande, c'est mon pote.
- Roland l'élégant : Il est très âgé, très sympa, toujours impeccable, je lui dois un tétanos à cause de sa maison de m...., il recherche aussi une prothèse du genou (aidez-le), c'est mon pote.
- Mottu : Célèbre jeu télévisé consistant à épeler des mots. C'est une fille, elle est blonde, elle m'a achevé quand j'étais au plus bas : merci, c'est ma pote.
- Bibi : Mon frère de lait, susceptible et presque corse, c'est mon pote.
- Les tarlouzes du rugby : Nico (mini-coatch ou mon pire cauchemar ou « arrache »), Fred (Disneyland-paris ou bouba), Jean-ma (Jésus), JC (grod ou Géant vert ou super judas), Tom (snoopy, responsable d'un match nul contre Alcatel), Guillaume, Alex, la bûche, Romain, Julien, Thierry et tous les autres, je leur dois une multitude de contusions (côtes, jambes, bras...), la connaissance d'un sport merveilleux, des luxations multiples des vertèbres et une triple fracture de l'arcade zygomatique droite : merci les gars !
- Les gouines du foot : Manue (défilé de string 24H/24H : bureau E24), Isa, Valoche, Estelle (l'air vif et intelligent du veau qui tète), bu... c'est mes potes.
- Cécile, Abel, Christelle, Doriane, Abla, Nadège, Alexandra, Céline, Ginès, Michaela, Polo (pas la voiture ni les bonbons), Ben...

Je remercie bien évidemment ma famille (P'pa, M'ma, Phiphi le tékoss, sa tendre, F2 et Manue) pour leur confiance, leur amour et leur générosité. Après de graves problèmes de santé dans ma jeunesse et mon adolescence, ils ont su redonner de la confiance à l'intérieur de moi. Je suis docteur, c'est grâce à eux : MERCI !

SOMMAIRE DÉTAILLÉ

SOMMAIRE DÉTAILLÉ

GEOBSAIRE	1
NOMENCLATURE	2
INTRODUCTION	5
I.1 LE CONTEXTE INDUSTRIEL	6
I.2 LA FABRICATION D'UNE AUBE DE TURBOREACTE	U R 7
I.2.1 LES AUBES DE SOUFFLANTESI.2.2 LA FABRICATION DES AUBES DE SOUFFLANTE	7 8
I.3 LE PROCEDE DE MATRIÇAGE FINITION	8
I.4 OBJECTIFS ET PRESENTATION DU TRAVAIL REAL	ISE 10
CHAPITRE 1 : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE	11
CHAPITRE 1 : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE 1.1 LES ALLIAGES DE TITANE – LE TA6V	<u> 11</u> 13
CHAPITRE 1 : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE 1.1 LES ALLIAGES DE TITANE – LE TA6V 1.1 LES ALLIAGES DE TITANE – LE TA6V 1.1.1 Composition et microstructure du titane et ses alli 1.1.1 Presentation du titane non allie 1.1.2 Les elements d'addition du titane 1.1.2 Les elements d'addition du titane 1.1.3 Les differents types d'alliage de titane et le TA6V 1.1.2 Caracteristiques mecaniques et rheologiques du TA 1.1.2 Les caracteristiques mecaniques 1.1.2 Les caracteristiques mecaniques 1.1.2 Les caracteristiques mecaniques 1.1.3 Proprietes thermo-physiques du TA6V 1.1.4 Reactivite chimique – Adhesion – oxydation 1.1.4.1 Reactivite chimique et oxydation du TA6V 1.1.4.2 Adhesion	11 AGES 13 13 14 .6V 15 16 18 19 19 23 24

Snecma Moteurs

37



36

1.2.1.2	L'ETAT VITREUX ET LA TRANSITION VITREUSE	24
1.2.2	CLASSIFICATION DES VERRES ET DE LEURS CONSTITUANTS	25
1.2.2.1	CLASSIFICATION DES VERRES	25
1.2.2.2	CLASSIFICATION DES OXYDES METALLIQUES	26
1.2.2.3	Proprietes thermomecaniques des verres d'oxydes et influence des cons	TITUANTS
		26
1.2.3	MOYENS D'ETUDE ET DE CARACTERISATION DES VERRES	27
1.2.3.1	Techniques de mesure de viscosite	27
1.2.3.2	DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE TRANSITION VITREUSE	31
1.2.4	EFFETS DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DE LA TEMPERATURE SUR LA	
VISCOS	ITE	32
1.2.4.1	Definitions	32
1.2.4.2	LA RELATION VISCOSITE-TEMPERATURE	33
1.2.4.3	LA RELATION COMPOSITION-VISCOSITE	33
1.2.4.4	Modele de Feng	35

1.3 MODELISATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX D'INTERFACE

1.3.1 **REGIME DE LUBRIFICATION PAR FILM MINCE OU FILM EPAIS** 36 1.3.1.1 LE REGIME HYDRODYNAMIQUE (OU PAR FILM EPAIS) 36 1.3.1.2 Le regime limite ou de film mince 36 1.3.1.3 37 Le regime mixte 1.3.2 CHOIX D'UNE LOI DE FROTTEMENT EMAIL/MATRICE 37 37 1.3.2.1 FROTTEMENT ENTRE CORPS SOLIDES 1.3.2.2 Les lois locales de frottement 38 40 1.3.2.3 Mesure du coefficient de frottement en forgeage 1.3.3 **DEFORMATION ET ECOULEMENT DE L'EMAIL : ÉQUATION DE REYNOLDS** 41 APPLICATION DE L'EQUATION DE REYNOLDS AUX PROCEDES DE MISE EN FORME 44 1.3.4 1.3.5 ÉQUATIONS THERMIQUES D'INTERFACE 46

CHAPITRE 2 : ÉTUDE DU COMPORTEMENT DE L'ÉMAILSNECMA MOTEURS DANS LE PROCÉDÉ INDUSTRIEL49

2.1 D	EFINITION DE L'ETAT STANDARD DE L'EMAIL	49
2.1.1	PRINCIPE DE L'ETUDE	49
2.1.2	RESULTATS	49
2.1.2.1	Remarques a la reception	49
2.1.2.2	Morphologie apres depot	51
2.1.2.3	Évolution de morphologie en cours de chauffe	52
2.1.2.4	Determination des proprietes thermophysiques a chaud	54
2.1.2.5	Morphologie du produit apres chauffe et refroidissement	57
2.1.2.6	Role de protection chimique	59
2.1.3	DISCUSSION	61
2.2 C D'AU	OMPORTEMENT DE L'EMAIL PENDANT LE MATRIÇA BES	AGE FINITION 62

2.2.1	CONDITIONS DE MATRIÇAGE	62
2.2.1.1	Principe de l'etude	62
2.2.1.2	Mesures de rugosite	63
2.2.1.3	Mesure de temperature de l'outil inferieur et des pieces	64
2.2.2	MESURE DES EPAISSEURS DE REVETEMENT APRES DEPOT	66
2.2.3	MESURE DES EPAISSEURS RESIDUELLES D'EMAIL ET OBSERVATION DES DE	FAUTS 67





2.3 ESSAIS DE SIMULATION « SOUCOUPE »		70
2.3.1	ESSAIS PRELIMINAIRES	70
2.3.1.1	Geometrie et objectif des essais	70
2.3.1.2	PARAMETRES PRIS EN COMPTE, RESULTATS	71
2.3.2	PLAN D'EXPERIENCE	75
2.3.3	RESULTATS	76
2.3.4	DISCUSSION	77
2.4 É	TUDE DES DEFAUTS	77
2.4.1	Morphologie du defaut	78
2.4.2	ANALYSE EDX	79
2.4.3	CARACTERISATION ET LOCALISATION	82
2.4.4	INTERPRETATION ET HYPOTHESES DE FORMATION	84
2.5 C	ONCLUSIONS DE L'ETUDE SUR SITE INDUSTRIEL	85
<u>CHA</u>	PITRE 3 : ÉTUDE DE LA RHÉOLOGIE DES FILMS	<u>D'ÉMAIL</u> 86
3.1 P	RINCIPE DE L'ETUDE	87
3.2 D FRAG	ETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE TRANSITION GILE	DUCTILE- 88

.2.1	PRINCIPE EXPERIMENTAL	88
.2.2	PRESENTATION DES EMAUX ETUDIES	89
.2.3	RESULTATS	90
.2.4	DISCUSSION	91

3.3 DETERMINATION DE LA VISCOSITE POUR DIFFERENTES TEMPERATURES

3.3.1	Premiere geometrie	93
3.3.2	DEUXIEME GEOMETRIE	97
3.3.3	TROISIEME GEOMETRIE	100
3.3.4	Mesure de la viscosite de divers lots de l'email 4	103
3.3.5	RECALAGE DE L'ESSAI DE COMPRESSION ISOTHERME	104
3.3.6	MODELE ISOTHERME ET SIMULATION NUMERIQUE	110
3.3.6.1	Modele isotherme	110
3.3.6.2	Simulation numerique du piegeage	113

3.4 SYNTHESE : DETERMINATION DES LOIS DE COMPORTEMENT DES DIFFERENTS EMAUX 119

3.4.1	L'EMAIL SNECMA : LOI DE COMPORTEMENT	120
3.4.2	Émail de calage, autres emaux utilises par Snecma	123



92



3.5 DISCUSSION

125

CHAPITRE 4 : ÉTUDE DU FROTTEMENT ET DUCOMPOTEMENT DE L'ÉMAILLORS DU MATRIÇAGE127

4.1 ÉTUDE EXPERIMENTALE DE LA STABILITE DU FILM D'EMAIL ET DU FROTTEMENT PAR DES ESSAIS D'ECRASEMENT ANISOTHERME 128

4.1.1	APPROCHE EXPERIMENTALE	128
4.1.2	ESSAIS PRELIMINAIRES, PREMIERS RESULTATS	129
4.1.3	ÉTUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMETRES TRIBOLOGIQUES	131
4.1.3.1	Controle de la presse a differentes temperatures d'outils	132
4.1.3.2	EFFORT DE MATRIÇAGE	133
4.1.3.3	B REPARTITION FINALE DE L'EMAIL	135
4.1.3.4	4 DISCUSSION	139
4.1.4	INTERPRETATION DES ESSAIS PAR SIMULATION NUMERIQUE	140
4.1.4.1	HYPOTHESES DE SIMULATION	140
4.1.4.2	PARAMETRES FIGES ET PARAMETRES EVOLUTIFS	142
4.1.4.3	3 INTERACTION ENTRE CONDITIONS DE CONTACT ET FROTTEMENT	144
4.2 C	CONCLUSIONS : DONNEES PHYSIQUES PERMETTANT L'AN	NALYSE
NUM	ERIQUE DU COMPORTEMENT DE L'EMAIL	147
4.2.1	CONTRAINTE NORMALE	148
4.2.2	TEMPERATURE DE SURFACE	149
4.2.3	Synthese	149
4.3 M	IODELISATION DU COMPORTEMENT DE L'EMAIL EN REC	GIME
ANIS	OTHERME	153
4.3.1	PRINCIPE DES MODELES	153
4.3.1.1	PREMIER MODELE : EVOLUTION « STABLE » DU FILM D'EMAIL	153
4.3.1.2	2. Deuxieme modele	155
4.3.2	ALGORITHME ET APPLICATION DU MODELE	159
4.3.2.1	Schema et algorithme	159
4.3.3	RESULTATS	161
4.4 D	DISCUSSION	161
<u>CON</u>	CLUSIONS ET PERSPECTIVES	163
<u>RÉF</u>	ÉRENCES	166
<u>ANN</u>	EXE 1	169
A 1 1	INFLUENCE CUD LES EFEODTS	170
A-1.1 A-2.2	INFLUENCE SUR LES EFFORTS EFFET SUR LES EPAISSEURS RESIDUELLES	170
A NINI		170
AININ		1/8





ANNEXE 3		186
DE 200°C		182
A-2.3 CONFRONTATION	EFFORT NUMERIQUE/EXPERIEN	CE A UNE TEMPERATURE D'OUTIL
DE 250°C		180
A-2.2 CONFRONTATION	EFFORT NUMERIQUE/EXPERIEN	CE A UNE TEMPERATURE D'OUTIL
DE 300°C		179
A-2.1 CONFRONTATION	EFFORT NUMERIQUE/EXPERIEN	CE A UNE TEMPERATURE D'OUTIL

A-3.1	RÉSUMÉ DU PROJET	187
A-3.2	CONTEXTE DE L'ÉTUDE	187
A-3.3	ÉVOLUTION DU PROJET	189





GLOSSAIRE

Glossaire



Termes techniques utilisés pour décrire une aube fan.

<u>Matriçage</u> : Procédé de mise en forme à chaud utilisant la déformation plastique du métal. La pièce en se déformant épouse la forme contenue en creux dans les outils.

<u>Lubrifiant :</u> Produit graphité projeté sur les outils de matriçage pour réduire le frottement à l'interface outil/pièce.

<u>Émail</u>: Revêtement constitué d'éclats de verres (mélanges d'oxydes métalliques), d'eau et d'agents organiques, déposé sur les pièces avant chauffe et matriçage.





NOMENCLATURE

Nomenclature

- a : Diffusivité (m².s⁻¹)
- b : Effusivité $(J.m^2.s^{1/2}.K)$
- $C : couple \ (N/m)$
- c : Phase cristalline
- C_p : Chaleur spécifique (J/kg.K)
- Div : Divergence
- E : Module d'Young (Gpa)
- F ou f : Force (N, kN ou gf)
- g : Pesanteur $(m/s^{\acute{e}})$
- Grad : Gradient
- H : Hauteur (m ou mm)
- h : Épaisseur (m, mm ou µm)
- h_t : Coefficient de transfert thermique entre deux matériaux (W.m⁻².K⁻¹)
- K : Consistance (Mpa)
- k : Conductivité thermique (W/m.K)
- K_t : Conductivité thermique d'un matériau (W/m.K)
- L : Largeur (m ou mm)
- 1 : Phase liquide
- Log : Logarithme décimal
- N : Force normale (N ou kN)





p : Pression (pa ou MPa)

q : Débit (m^3/s)

- R ou r : rayon (mm)
- R_a : Rugosité moyenne (µm)
- R_c : Rugosité composite (µm)
- R_e: Rayon extérieur (m ou mm)
- R_i : Rayon intérieur (m ou mm)
- R_t : Rugosité totale (μm)
- T : température (°C ou K)
- t : Temps (s ou ms)
- T_0 : Température pour une viscosité infinie (°C)
- T_g : Température de transition vitreuse (°C)
- T_{β} : Transus Béta (°C)
- T_f : Température de fusion (°C)
- $T_{m\acute{e}tal}$: Température du métal (°C)
- T_{outil} : Température des outils (°C)
- T_S : Température de surface (°C)
- \overline{u} : Vitesse moyenne (m/s ou mm/s)
- u_m : Vitesse du métal (m/s)
- V : Vitesse (m/s ou mm/s)
- v : Phase vitreuse
- α : Coefficient de dilatation thermique (°C⁻¹)
- δ : Coefficient de sensibilité à la température
- $\overline{\varepsilon}$: Déformation moyenne





- $\dot{\overline{\varepsilon}}$: Vitesse de déformation moyenne (s⁻¹)
- η : Viscosité (Pa.s, poises=0,1 Pa.s, poiseuille=Pa.s)
- $\boldsymbol{\lambda}$: Coefficient de transfert thermique entre deux surfaces
- μ : Frottement de Coulomb
- ω : Vitesse de rotation (tr/s)
- Φ : Flux de chaleur (W.m⁻²)
- ρ : Masse volumique (kg/m³)
- σ : Contrainte d'écoulement (Mpa)
- τ : Contrainte tangentielle ou cission de frottement





INTRODUCTION

Introduction

I.1 LE CONTEXTE INDUSTRIEL	6
I.2 LA FABRICATION D'UNE AUBE DE TURBOREACTEUR	7
I.2.1 LES AUBES DE SOUFFLANTES I.2.2 LA FABRICATION DES AUBES DE SOUFFLANTE	7 8
I.3 LE PROCEDE DE MATRIÇAGE FINITION	8
I.4 OBJECTIFS ET PRESENTATION DU TRAVAIL REALISE	10





Dans ce chapitre nous présentons les étapes successives nécessaires pour obtenir les aubes de soufflante de turboréacteurs, puis de manière plus détaillée l'opération finale de matriçage finition qui sera l'objet de notre étude. Nous commencerons cependant par la présentation du contexte industriel et des défauts rencontrés sur les pièces.

I.1 Le contexte industriel

Les établissements de Snecma moteurs sont subdivisés en différents centres selon leurs activités. L'usine de Gennevilliers regroupe les unités de fonderie, de mécanique, l'unité intégrée de production forge (disques, carters...) et l'unité intégrée de production Fan (IUP Fan). Cette dernière unité produit (entre autres) les aubes de soufflante (appelées aubes Fans). Ces aubes peuvent présenter des défauts de surface. Leur gravité est plus ou moins importante et peut entraîner dans les cas extrêmes (rares) le rebut de la pièce. En règle générale, ces défauts ne concernent que 10 à 20 % de la production d'aubes fans. La figure suivante présente la morphologie des défauts observés. Il s'agit des défauts dits *lézards* pour la *Figure 1* et de type *peau d'orange* pour la *Figure 2*.



Figure 1 : Défaut de type Lézard



Figure 2 : Défauts de type lézard et de type peau d'orange





L'élimination de ces défauts nécessite de longues retouches manuelles par usinage, occasionnant ainsi un surcoût. L'objectif de nos travaux de recherche est donc de comprendre l'apparition des défauts de type lézard (le plus « néfaste » en production) et proposer des solutions pour éradiquer ce phénomène.

I.2 La fabrication d'une aube de turboréacteur

I.2.1 Les aubes de soufflantes

Un turboréacteur d'avion, civil ou militaire, est constitué d'une entrée d'air, de compresseurs, d'une chambre à combustion, de turbines et d'une tuyère (*Figure 3*). Ce que l'on appelle la soufflante est le premier étage du compresseur. C'est la partie dont le diamètre est le plus grand, et elle est composée d'un disque et de plusieurs aubes. Son rôle est d'aspirer l'air et de l'injecter à la fois dans le deuxième étage du compresseur (flux primaire) et autour du moteur (flux secondaire). Le flux primaire passe dans la chambre de combustion tandis que le flux secondaire est accéléré puis rejeté. Les conséquences du flux secondaire sont multiples :

- Augmentation du débit d'éjection à vitesse et températures réduites
- Augmentation du rendement du moteur
- Moteur plus économique
- Moteur moins bruyant



Aubes de soufflante

Figure 3 : Moteur CFM56-7 – Aubes de soufflantes





I.2.2 La fabrication des aubes de soufflante

Le matériau utilisé ici est l'alliage de titane TA6V qui présente un bon compromis entre la tenue à l'oxydation et les caractéristiques mécaniques jusqu'à des températures de l'ordre de 500° C. On part d'un lopin découpé dans une barre, que l'on déforme peu à peu afin d'obtenir la pièce finale. C'est un procédé multipasse, qui comprend plusieurs étapes de déformation à chaud, par refoulages (entre (a) et (b)), et matriçages (de b à d) et qui se termine par la découpe de la bavure (*Figure 4*). Le matriçage finition (d) est ainsi la dernière étape de la gamme de forgeage (sans tenir compte de la découpe de la bavure (e)) et la plus critique puisque devant fournir une pièce aux cotes les plus proches possible des cotes finales.



Figure 4 : Gamme de forgeage d'une aube Fan

Entre chacune de ces opérations de mise en forme, interviennent les opérations de traitement de surface, telles qu'un décapage au bain de sel, à l'acide, un meulage éventuel et le dépôt d'un revêtement (émail). Comme nous nous intéressons particulièrement au matriçage finition (d) nous allons maintenant détailler le procédé Snecma Moteurs à partir de ce stade.

I.3 Le procédé de matriçage finition

L'ébauche est tout d'abord revêtue « à froid » d'émail, un mélange de particules de verres (oxydes métalliques) et de liants organiques : La Figure 5 présente le procédé de dépôt utilisé. Le produit (ou émail) est reçu à l'état fluide, il est mélangé et dilué avec de l'eau déminéralisée jusqu'à obtenir un mélange de viscosité donnée (viscosité contrôlée par un test d'écoulement à travers une coupe Ford). Le produit est ensuite versé dans une cuve qui est mise sous pression afin de faciliter son écoulement dans la canalisation. Les ébauches passent dans une étuve, et en ressortent avec une température avoisinant 100°C. Lorsque les pièces entrent dans la cabine de dépôt,





l'opérateur fait tourner le disque (en bout de canalisation) et génère un champ électrostatique. Ce champ électrostatique guide les gouttelettes d'émail vers les pièces. La température des pièces favorise l'évaporation de l'eau du produit. En sortie de cabine, l'émail est sec et adhère parfaitement à la pièce, sous forme d'un film solide d'épaisseur de l'ordre 100 μ m.



Figure 5 : Procédé de dépôt électrostatique.

Les pièces ainsi revêtues sont entreposées dans l'allée des forges, en attendant d'être matricées. Rappelons que le matriçage est un procédé de mise en forme, qui consiste à déformer plastiquement un métal préchauffé par rapprochement de deux outils (matrices) qui comportent en creux la forme finale de la pièce. Le procédé de matriçage finition des aubes se décompose en plusieurs étapes. Les pièces sont tout d'abord placées dans un four (dont la température est de l'ordre de 940°C) à l'aide d'un automate, et sont maintenues à cette température durant un temps variant de 40 min à 90 min (selon la taille des pièces). Avant de matricer les pièces avec une presse 8000 tonnes (WEINGARTEN), un second automate dépose sur les matrices supérieure et inférieure (dont la température est très inférieure à celle des pièces, de l'ordre de 250°C) un lubrifiant graphité. Après matriçage, la bavure résultant de l'opération est découpée, on obtient ainsi la pièce qualifiée de « finition ».

Comme nous venons de le voir, ce procédé fait appel à deux corps très différents en nature et épaisseur pour lubrifier l'opération de matriçage. On pense communément que :

- le lubrifiant graphité produit une réduction du frottement
- l'émail protége la pièce en TA6V chimiquement (suppression de l'oxydation par l'air) thermiquement (réduction du refroidissement) et mécaniquement (absence de contacts directs avec les outils).

Les rôles réels de chacun seront étudiés au cours de notre travail.





I.4 Objectifs et présentation du travail réalisé

Les défauts de type « lézards » ont des formes apparemment associés à l'écoulement de l'émail lors de la frappe ; ils sont donc le plus souvent imputés à l'émail et plus précisément à une sur-épaisseur locale d'émail. En ce qui concerne la « peau d'orange », il s'agit de petits creux uniformément répartis sur la surface de la pièce. C'est dans le but de connaître les différents paramètres du procédé industriel associés à l'apparition des défauts de type lézard qu'a été entreprise cette thèse. Comme il s'agit d'un problème de lubrification par film épais, notre objectif est donc de relier la répartition d'épaisseur de l'émail sur l'aube à ses propriétés et aux conditions de matriçage. Nous allons donc étudier les caractéristiques physiques et rhéologiques de l'émail pour interpréter son comportement lors du matriçage finition tel qu'il est pratiqué dans l'IUP Fan.

Nous suivrons le plan suivant pour exposer nos travaux :

- Le premier chapitre est un point bibliographique sur les matériaux utilisés ainsi que sur le procédé lui-même. Nous voyons les propriétés mécaniques et thermo-mécaniques du TA6V, ainsi que les propriétés physicochimiques des verres, les principaux constituants de l'émail. Nous présentons ensuite les modèles de comportement des matériaux d'interface associés aux différents types de lubrification en mise en forme des métaux.
- Le deuxième chapitre est consacré à l'étude du comportement de l'émail dans le procédé industriel. Un des objectifs de cette démarche est de définir un *état standard de l'émail*, pour lequel le matriçage ne conduirait pas à la formation de défauts ; le second est de comprendre la formation des défauts. Nous étudions en premier lieu l'évolution des caractéristiques du produit en cours de chauffe. Nous avons ensuite analysé les diverses étapes du procédé ; nous nous sommes attachés à identifier leurs différents paramètres caractéristiques et le domaine de valeurs pour lesquelles les défauts n'apparaissent pas. Cette étude a porté soit directement sur le matriçage d'aubes, soit sur le matriçage d'éprouvettes de forme plus simple (*essais soucoupe*). Cette étude nous permet en fin de chapitre de proposer un mécanisme de formation du défaut dit « lézard ».
- Le troisième chapitre est consacré à développer une méthode expérimentale de détermination de la loi de viscosité $\eta(T)$ d'un verre à partir de deux expériences distinctes : les essais de compression isotherme à haute température et les essais d'indentation à moyenne température.
- Le dernier chapitre est consacré à des essais de compression anisothermes destinés à mesurer le frottement et étudier la stabilité du film d'émail. Nous verrons l'influence de certains paramètres sur l'effort de forgeage et sur la distribution finale de l'émail. Nous sommes ainsi amenés à proposer un canevas d'analyse théorique de l'écoulement de l'émail en matriçage propre à prévoir les conditions (thermique d'outillage, épaisseur, la loi de viscosité de l'émail...) minimisant les probabilités d'apparition du défaut de type lézard.





CHAPITRE 1

Analyse bibliographique

1.1 LES	ALLIAGES DE TITANE – LE TA6V	13
1.1.1 (COMPOSITION ET MICROSTRUCTURE DU TITANE ET SES ALLIAGES	13
1.1.1.1	PRESENTATION DU TITANE NON ALLIE	13
1.1.1.2	Les elements d'addition du titane	14
1.1.1.3	Les differents types d'alliage de titane et le TA6V	14
1.1.2 0	CARACTERISTIQUES MECANIQUES ET RHEOLOGIQUES DU TA6V	15
1.1.2.1	LES CARACTERISTIQUES MECANIQUES	15
1.1.2.2	LA RHEOLOGIE A CHAUD DU TAÕV	16
1.1.3 P	ROPRIETES THERMO-PHYSIQUES DU TA6V ET DE L'OUTIL	18
1.1.4 R	REACTIVITE CHIMIQUE – ADHESION – OXYDATION	19
1.1.4.1	REACTIVITE CHIMIQUE ET OXYDATION DU TA6V	19
1.1.4.2	Adhesion	23
<u>1.2 LES</u>	VERRES OU EMAUX	24
1) 1 Г	FEINITIONS ET GENERALITES	24
1.2.1 L	DEFINITIONS ET GENERALITES	24
1.2.1.1 1.2.1.2	DEFINITION D UN VERRE L'ETAT VITDEUX ET LA TRANSITION VITDEUSE	24
1.2.1.2	L EIAI VIIKEUX EI LA IKANSIIION VIIKEUSE	24
1.2.2 (CLASSIFICATION DES VERRES ET DE LEURS CONSTITUANTS	25
1.2.2.1 1.2.2.2	CLASSIFICATION DES VERRES	25
1.2.2.2 1.2.2.2	CLASSIFICATION DES OXIDES METALLIQUES D RODDIETES THERMOMECANIQUES DES VERDES D'OVVDES ET INELHEN	ZU CE DES
	FROPRIETES THERMOMECANIQUES DES VERRES D'OXIDES ET INFLUEN	CE DES
1 2 2	JANIS JANIS D'ETHDE ET DE CADACTEDISATION DES VEDDES	20
1.2.3 N	TECHNIQUES DE MESUDE DE VISCOSITE	27
1.2.3.1 1.2.2.2	DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE TRANSITION WITREUSE	21
1.2.3.2 1 7 A E	DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE TRANSITION VITREUSE	51
	FFEIS DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DE LA TEMPERATURE SUP	(LA 22
		34
1.2.4.1 1.2.4.2	DEFINITIONS I A DELATION VISCOSITE TEMPERATURE	32
1.2.4.2	LA RELATION VISCOSITE-TEMPERATURE	22
1.2.4.5	LA RELATION COMPOSITION-VISCOSITE	25
1.2.4.4	MODELE DE FENG	33
13 MO	DELISATION DIL COMPORTEMENT DES MATERIAUX	
D'INTE	RFACE	36
1.3.1 R	REGIME DE LUBRIFICATION PAR FILM MINCE OU FILM EPAIS	36
1.3.1.1	Le regime hydrodynamique (ou par film epais)	36
1.3.1.2	Le regime limite ou de film mince	36
1.3.1.3	Le regime mixte	37
1.3.2 0	CHOIX D'UNE LOI DE FROTTEMENT EMAIL/MATRICE	37
1.3.2.1	FROTTEMENT ENTRE CORPS SOLIDES	37
1.3.2.2	Les lois locales de frottement	38
1.3.2.3	Mesure du coefficient de frottement en forgeage	40
1.3.3 N	IODELE D'ECOULEMENT DE L'EMAIL : ÉOUATION DE REYNOLDS	41




1.3.4	APPLICATION DE L'EQUATION DE REYNOLDS AUX PROCEDES DE MISE E	EN
FORME		44
1.3.5	ÉQUATIONS THERMIQUES D'INTERFACE	46





Dans ce chapitre nous présentons l'étude bibliographique effectuée. Nous en avons déduit entre autres choses les données disponibles pour effectuer la simulation numérique du matriçage. Nous débutons par une présentation des alliages de titane et en particulier l'alliage TA6V : ses principales caractéristiques rhéologiques et thermophysiques ; sa réactivité chimique. Nous définissons par la suite les verres, puis présentons les moyens d'étude classiques et l'effet de leur composition sur leur viscosité. Nous voyons en dernier lieu comment modéliser le comportement des matériaux à l'interface outil/pièce : les différents régimes de lubrification ; la modélisation du frottement ; les équations décrivant la déformation d'un film visqueux et deux applications de ces équations en rapport avec notre problème ; les équations thermiques d'interface.

1.1 Les alliages de titane – Le TA6V

1.1.1 Composition et microstructure du titane et ses alliages

Le titane, et plus précisément ses alliages, sont très utilisés dans l'industrie aéronautique. De ce fait, de nombreux travaux ont été effectués sur ces alliages. Nous nous basons sur quelques uns d'entre eux pour présenter ce matériau.

1.1.1.1 Présentation du titane non allié

Le titane non allié présente deux formes cristallines distinctes. En dessous de 882° C, la structure cristallographique du titane est hexagonale compacte, elle est appelée « phase α ». Lorsque la température dépasse cette valeur, la transformation allotropique du titane donne naissance à une phase cubique centrée, appelée la « phase β » (*Figure 1-1*). Cette transformation présente les caractéristiques d'une transformation martensitique, le changement de structure se fait par de petits glissements des atomes et non pas par germination-croissance. Il y a donc une très forte hérédité structurale [1].



Figure 1-1 : Cristallographie du titane [1]





La stabilisation préférentielle d'une phase par rapport à une autre se fait par addition d'éléments. La section suivante présente les principaux éléments d'addition ainsi que leur rôle respectif.

1.1.1.2 Les éléments d'addition du titane

Pour optimiser les propriétés des alliages de titane, on procède à l'addition d'éléments chimiques. Selon que ces éléments stabilisent préférentiellement une phase ou l'autre ou sont sans effet sur la structure, on les qualifie d'éléments alphagènes, bétagènes ou neutres. Le *Tableau 1-1* présente la classification de ces éléments d'après Audrerie [2]. Les éléments de faible rayon atomique s'insèrent dans le réseau, tandis que les autres éléments forment des solutions solides de substitution [2].

Caractère	Insertion	Substitution
ALPHAGENE	O, N, B, C	Al
	-	Mo, V, Nb, Ta
BETAGENE		
	H_2	Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag, Au, Si
NEUTRE		Sn, Zr, Hf, Ga

 Tableau 1-1 : Classification des éléments d'addition [2]

L'addition d'éléments conduit à l'obtention d'un domaine biphasé pour une température supérieure au transus β . Les éléments alphagènes augmentent la température de transition alpha/beta alors que les éléments bétagènes tendent à la faire diminuer.

1.1.1.3 Les différents types d'alliage de titane et le TA6V

Selon que l'on ajoute des éléments alphagènes ou bétagènes, on obtient à température ambiante des alliages différents de par leur structure et leurs propriétés. Donc selon leur structure, on peut classer les alliages de la manière suivante :

- Les alliages de type ALPHA :

Ils sont constitués en majorité de phase α , ils possèdent une bonne stabilité sous contrainte à chaud, montrent un faible allongement de fluage jusqu'à 650° C, présentent une bonne résistance à l'oxydation jusqu'aux alentours de 1100° C et ont une bonne soudabilité. Cependant, ils présentent une moins bonne ductilité que les alliages alpha-béta, ils nécessitent plus de puissance mécanique pour leur mise en forme et ont peu de réponse aux traitements thermiques.





- <u>Les alliages de type ALPHA-BETA :</u>

Ils se caractérisent par la présence des deux phases à température ambiante et possèdent des caractéristiques mécaniques élevées après traitement thermique : Une bonne ductilité, une bonne stabilité sous contrainte à chaud jusqu'à 500°C et une bonne résistance à l'oxydation aux alentours de cette température. Néanmoins, la ductilité de leurs joints soudés est moins bonne que celle des alliages de type alpha, leur trempabilité est limitée. La fin du laminage ou du forgeage de ces alliages se fait dans le domaine α - β .

- <u>Les alliages QUASI-BETA :</u>

On parle d'alliage quasi-béta plutôt que béta du fait que cette phase ne peut être retenue par trempe. Ils se caractérisent par la présence majoritaire de la phase béta à l'ambiante et possèdent une excellente ductilité et peuvent présenter une très haute résistance mécanique. Ils ont une bonne soudabilité et une trempabilité élevée. Mais ils présentent une mauvaise tenue à l'oxydation et au fluage et sont peu stables à chaud sous contrainte.

Le TA6V est un alliage de type ALPHA-BETA et il se compose de 6% d'aluminium, 4% de vanadium et 90% de titane. Ces données sont indicatives, puisqu'il est possible d'y ajouter d'autres éléments tels que du fer, du silicium, du carbone, de l'oxygène, du cuivre, etc [3]. Selon les auteurs, la température de transus β se situe entre 985°C et 995°C. Nous allons à présent nous nous restreindre à la présentation des propriétés du TA6V.

1.1.2 Caractéristiques mécaniques et rhéologiques du TA6V

Le TA6V est un alliage très utilisé dans le domaine de l'aéronautique, ce qui fait de lui un sujet d'étude très fréquent. Par conséquent, ses propriétés mécaniques, rhéologiques et thermophysiques sont bien connues.

1.1.2.1 Les caractéristiques mécaniques

A température ambiante, sa densité est de 4,44 g/cm^3 , son module d'Young est de 110 GPa, sa résistance à la traction est de 1 GPa et sa limite d'élasticité est de 0,9 GPa [1]. Les grandeurs mécaniques dépendent fortement de la température. La *Figure 1-2* présente, à titre d'exemple, la variation du module d'Young avec la température.







Figure 1-2 : Variation du module d'Young du TA6V avec la température [1]

1.1.2.2 La rhéologie à chaud du TA6V

La Figure 1-3 représente la variation de la contrainte d'écoulement plastique du TA6V en fonction de la déformation et de la température. A basse température, la contrainte d'écoulement est beaucoup plus importante qu'à haute température. On constate que, après une phase d'écrouissage initiale, la contrainte d'écoulement décroît aux déformations élevées du fait d'une restauration dynamique. Par ailleurs, la contrainte d'écoulement augmente avec la vitesse de déformation (Schmit [1], Voigtlander [4]). La contrainte d'écoulement du TA6V, dépend donc de la température, de la vitesse de déformation et de la déformation.



Figure 1-3 : Variation de la contrainte d'écoulement du TA6V en fonction de la température et de la déformation effective [1]

On peut déterminer la rhéologie des matériaux à l'aide de différents essais mécaniques comme la traction, la compression ou la torsion, dont les performances sont assez différentes (*Figure 1-4*).







Figure 1-4 : Caractéristiques des essais rhéologiques [5]

Il apparaît que le procédé expérimental le plus approprié pour déterminer la rhéologie du TA6V au cours du matriçage, où la déformation et la vitesse de déformation sont élevées($\epsilon >>1$, $\dot{\epsilon} >>1$ s⁻¹), est l'essai de torsion [5]. La loi que Gavrus propose, pour représenter les résultats obtenus par cet essai tient compte de la vitesse de déformation, de la déformation et de la température. La contrainte équivalente est sous la forme (**1-1**):

$$\overline{\sigma} = \sqrt{3} \mathbf{K} \left(\overline{\varepsilon}, T \right) \left(\sqrt{3 \overline{\varepsilon}} \right)^{m(\overline{\varepsilon}, T)}$$
(1-1)

On représente la consistance K à partir d'une loi de mélanges, où W représente l'adoucissement global de l'alliage (1-2):

$$\mathbf{K}(\overline{\varepsilon},T) = \mathbf{K}_{ecr}[1-W] + \mathbf{K}_{sat}W \qquad (1-2)$$

Dans le cas du TA6V, en raison d'une restauration dynamique, on a (1-3):

$$K_{ecr} = K_0 \sqrt{1 - exp(-n(\overline{\epsilon} + \overline{\epsilon}_0))} exp\left(\frac{\beta}{T}\right) et \quad W = 1 - exp(-r\overline{\epsilon})$$
(1-3)

Les coefficients n et r dépendent linéairement de la température (1-4) :

$$\mathbf{n} = \mathbf{n}_0 + \mathbf{n}_1 \mathbf{T} \tag{1-4}$$

 β , K₀ et ε_0 sont des coefficients numériques ajustés pour recaler les courbes expérimentales et théoriques. La figure suivante (*Figure 1-5*) compare la loi rhéologique identifiée aux résultats expérimentaux qui ont servi de base d'identification : l'accord est très satisfaisant.







Figure 1-5 : Rhéologie du TA6V : comparaison théorie-expérience [5]

Cette loi rhéologique est donc d'une grande qualité, mais il n'est pas aisé de l'introduire dans un fichier de données Forge2®. Nous utiliserons une loi simplifiée, ne tenant pas compte de l'influence de la déformation.

1.1.3 Propriétés thermo-physiques du TA6V et de l'outil

Pour effectuer la simulation de matriçage finition, procédé anisotherme, il est très important de connaître les caractéristiques thermiques du métal et des outils : conductivité thermique (Kt), chaleur massique (Cp)... Nous avons donc regroupé les données du TA6V (d'après Schmit [1] et Gavrus [5]) et celles de l'acier à outil : Z38CrMoV5.

Matériaux	Température de fusion	Transus β	Masse volumique (kg/m ³)	Module d'YOUNG	Module de cisaillement	Chaleur massique (J/kg.K)	Coefficient thermique de dilatation (°C ⁻¹)	Conductivité thermique (W/m.K)
TA6V	1670 (°C)	980- 990 (°C)	4430	111 (GPa)	43 (GPa)	540	8.6 10 ⁻⁶ à 20°C	67 à 20°C
Z38CD V5	-	-	7790	215.15	-	460	11.6-13.3 10 ⁻⁶	26.5- 29.3

Tableau 1-2 : Données thermo-physiques de l'alliage TA6V ([1] et [5]) et du Z38CDV5 [6]





1.1.4 Réactivité chimique – Adhésion – oxydation

Nous allons commencer cette section par l'étude de l'oxydation du TA6V, puis nous intéresserons au phénomène d'adhésion de verre sur cet alliage. Nous verrons ainsi que ces deux propriétés sont étroitement liées.

1.1.4.1 Réactivité chimique et oxydation du TA6V

Les paramètres qui influencent cette oxydation sont la température, le temps et la composition chimique de l'alliage [3]. L'influence des deux premiers paramètres est présentée sur la Figure 1-6.



Figure 1-6 : Influence de la température et du temps sur le gain de masse par oxydation du TA6V [3]

Cette étude correspond à un temps d'exposition très long, jusqu'à 100 h. Dans le cas qui nous concerne, le temps de maintien des pièces à haute température est de l'ordre d'une heure. Pour les températures de 650°C à 700°C, la loi qui régit l'oxydation est de forme logarithmique (gain de masse~logt) pendant les deux premières heures, tandis qu'à 750°C et 800°C la loi se situe entre une loi parabolique (gain de masse $\sim t^{1/2}$) et cubique (gain de masse $\sim t^{1/3}$) durant la première demi-heure. Duday [3] montre que l'oxydation se fait par diffusion d'atomes d'oxygène, de titane et d'aluminium à travers la couche d'oxyde. Une pellicule de TiO₂ recouvre tout d'abord le métal, puis une couche d'alumine se forme par germination, puis croît jusqu'à recouvrir la couche de TiO₂. Il se forme ensuite des couches constituées alternativement de TiO₂ et de Al₂O₃ (Figure 1-7). La présence de fissures entre les couches facilite la diffusion des éléments. Schmit [1] précise par ailleurs, que l'addition d'aluminium, de silicium et d'étain diminue la sensibilité à l'oxydation tandis que le vanadium a un rôle plutôt néfaste. Face à ce phénomène, Duday [3] propose des protections par implantation ionique ou par des revêtements à base d'oxydes [8].









Figure 1-7 : Mécanisme de croissance de la couche d'oxyde sur le TA6V [3]

Au cours de la chauffe de TA6V, l'oxydation n'est pas le seul phénomène que l'on peut observer. En effet, il se produit également une diffusion d'atomes d'oxygène et d'hydrogène dans l'alliage. Leur concentration dans le métal influence la proportion des deux phases, et donc les propriétés mécaniques du TA6V.

- Effet de l'oxygène [7] :

L'oxygène est toujours présent dans les alliages de titane, mais à des concentrations variées. La teneur en oxygène influence fortement la ductilité, la microstructure et la dureté. Les producteurs d'alliages de titane font des contrôles de la concentration de cet élément, car un excès d'oxygène fragilise le matériau. A.I. Kahveci et G.E. Welsch [7] ont étudié les propriétés à 20°C du TA6V contenant de l'oxygène dans différentes proportions : de 0,1 à 1 % en masse et refroidi par trempe depuis diverses températures.

Ils se sont tout d'abord intéressés à l'influence de la concentration en oxygène de l'alliage sur la proportion de phase béta mesurée après attaque chimique (réactif de Kroll). Ils ont ainsi montré qu'une augmentation de la concentration en oxygène provoque une diminution de la concentration en phase béta de l'alliage (*Figure 1-8*), et ce pour n'importe quelle température de trempe, mais l'effet est très marqué au-dessus de 800°C.





Figure 1-8 : Effet de la concentration en oxygène sur la proportion de phase béta dans l'alliage en fonction de la température de trempe [7].

Cette étude a aussi montré que la température de béta-transus dépend fortement de la concentration de l'alliage en oxygène (*Figure 1-9*).



Figure 1-9 : Variation de la température de béta-transus en fonction de la teneur de l'alliage en oxygène [7]

Les auteurs ont aussi montré une influence significative de la teneur en oxygène sur la dureté du métal (Figure 1-10).







Figure 1-10 : Variation de la dureté à 20°C du TA6V en fonction de sa teneur en oxygène (%) et de la température de trempe [7]

Ils ont ainsi montré que la concentration en oxygène de l'alliage de titane TA6V modifiait la microstructure, la dureté et la température de béta-transus. L'oxygène diffusant à partir de la surface augmente donc près de la surface la concentration en phase alpha et la dureté du métal.

- Effet de l'hydrogène [8]

L'absorption d'hydrogène est un phénomène nuisible pour tout métal. En effet, les travaux de Howard et al. [8] ont montré que l'hydrogène en phase gazeuse pouvait être absorbé en surface et réagissait avec le titane pour former des hydrures au sein de la phase alpha. Il s'ensuit une fragilisation du matériau. Différentes microstructures (aciculaire et équiaxe) ont été testées. La microstructure joue un rôle important dans la vitesse d'absorption ou d'adsorption de l'hydrogène, car la fissure est intergranulaire pour les microstructures aciculaires et transgranulaire pour les microstructures équiaxes et la fragilisation est donc plus importante. Si la vitesse de déformation est faible $(2,5.10^{-4} \text{ s}^{-1})$, la fragilisation du métal est facilitée par absorption d'hydrogène et diffusion dans la zone de déformation du métal en pointe de fissure ; en revanche, si elle est importante $(0,25 \text{ s}^{-1})$, la diffusion de l'hydrogène n'a pas le temps de se produire et le métal n'est pas fragilisé quelque soit la microstructure. De ce fait, pour les microstructures où la matrice est composée de phase béta, la fragilisation est plus importante.

Il apparaît ainsi que l'absorption d'oxygène ou d'hydrogène induit une fragilisation de l'alliage de titane TA6V, ce qui signifie une diminution des propriétés mécaniques de l'alliage. Néanmoins, l'absorption d'oxygène semble moins pénalisante et moins fragilisante que l'absorption d'hydrogène. Il est donc souhaitable de trouver un moyen de limiter ces phénomènes lors de la chauffe et du matriçage des pièces afin de préserver les propriétés mécaniques des pièces.





1.1.4.2 Adhésion

Falipou, et. al. [9] ont étudié l'adhésion à haute température des verres sur les solides. C'est un problème rencontré lors de la fabrication de récipients en verre et ils se sont intéressés au cas du TA6V. L'expérience (*Figure 1-11*) consiste à faire couler depuis un four des gouttes de verre (1150°C) entre deux tas plats, de surface verticale, que l'on rapproche d'abord, puis que l'on écarte; la température des tas peut varier entre 20°C et 900°C. Il y a adhésion si la force d'écartement des tas est non nulle. La température ainsi mesurée se situent pour le TA6V et les verres testés vers 700°C.



Figure 1-11 : Procédé expérimental pour l'étude de l'adhésion verre/TA6V [9]

Pour des substrats de rugosité et de conductivité thermique connues, ils ont ainsi testé différentes compositions de verres de mêmes constituants (oxydes de Si, Na, Ca, Al, Mg) et de viscosité identique sur l'intervalle de température. En analysant le verre collé au TA6V, après qu'il y ait eu adhésion, ils ont constaté que le verre s'appauvrit en sodium (Na) et qu'une couche d'oxyde TiO₂ apparaît sur le substrat, entre le verre et le métal. Les auteurs pensent que cette fine couche d'oxyde est à l'origine du phénomène d'adhésion. Les observations ont été faites par la méthode XPS (X-ray Photoelectron-Spectroscopie) sur des coupes d'échantillon. Ils précisent que si la température du substrat est inférieure à la température d'adhésion, il n'y a pas d'échange d'éléments entre le substrat et le verre. La réaction chimique qui a lieu à haute température est :

 $Ti + 2Na_2O \implies TiO_2 + 4Na.$

Le phénomène d'adhésion entre le TA6V et le verre provient d'un couplage entre le comportement rhéologique du verre (qui se traduit par une surface de contact d'autant plus grande que la viscosité est plus faible), la réactivité chimique du titane au niveau de l'interface verre/TA6V et la faible stabilité température de l'oxyde de sodium à haute (du point de vue thermodynamique). Si la viscosité du verre est suffisamment basse, cela induit une aire de contact élevée et permet ainsi la réaction chimique à l'interface verre/métal responsable du phénomène d'adhésion. Il semble que le titane soit plus réactif à haute température que les aciers, ceci entraînant une température d'adhésion plus faible dans le cas du TA6V.





1.2 Les verres ou émaux

Nous allons, dans cette section, nous intéresser aux verres ou émaux. Nous présentons une classification des verres et de leurs constituants, puis un modèle permettant d'estimer à partir de leur composition leur propriété fondamentale pour la lubrification : la viscosité à chaud.

1.2.1 Définitions et généralités

Avant toutes choses, nous allons définir ce qu'est un verre et la transition vitreuse. En effet deux personnes peuvent parler d'un même matériau en utilisant des mots différents : verres, céramiques, émaux, etc.

1.2.1.1 Définition d'un verre

Zarzycki [10] cite plusieurs définitions qui sont soit trop restrictives soit trop vastes. Une « définition opérationnelle » considère les verres comme des solides obtenus par trempe, définition choisie par Schmit [1]. Une « définition structurale » considère les verres comme des solides non cristallins (ou amorphes). Sachant que des corps amorphes ne sont pas obligatoirement des verres (polymères) et que certains corps amorphes ne peuvent pas être obtenus par trempe d'un liquide, ces définitions ne sont pas satisfaisantes. Une dernière définition, plus précise, est alors proposée par Zarzycki [10] : « Le verre est un solide non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse ». On peut ainsi englober dans cette définition les émaux qui sont des mélanges d'oxydes, destinés à revêtir des métaux. Nous choisissons cette définition qui nous paraît la plus judicieuse et la plus précise.

1.2.1.2 L'état vitreux et la transition vitreuse

L'état vitreux peut être défini en comparant la structure d'un composé à l'état cristallin et la structure d'un verre tous deux à l'état solide. On voit sur la Figure 1-12 que le verre à l'état vitreux ne possède pas de structure ordonnée. C'est en outre un matériau métastable. De plus, si l'on compare les courbes de variation du volume massique (ou de l'enthalpie libre) en fonction de la température (Figure 1-13) on peut définir une température de transition vitreuse (Tg). En effet, si le liquide cristallise au cours du refroidissement, il y a une discontinuité de la courbe (volume en fonction de la température) à la température de fusion, puis évolution lente du volume. S'il n'y a pas cristallisation, la discontinuité disparaît, mais on observe une variation brusque de pente à une température de transition inférieure à la température de fusion. On peut également préciser que cette température correspond aussi à une viscosité du liquide qui atteint la valeur de 10¹² Pa.s. Toutefois, on parle plutôt de domaine de transition vitreuse, car selon la vitesse de refroidissement, on trouve des valeurs de température de transition différentes. Pour deux vitesses de refroidissement U_1 et U_2 avec $U_1 < U_2$ on obtiendra deux valeurs de T_g avec $T_{g1} < T_{g2}$.







Figure 1-12 : Comparaison de la structure d'un cristal (a) et d'un verre (b)



Figure 1-13 : Manifestation physique de la transition vitreuse (l : liquide, V : Verre et C : Cristal) [10]

1.2.2 Classification des verres et de leurs constituants

1.2.2.1 Classification des verres

Il existe rarement des substances à l'état vitreux dans la nature. Cependant, nous pouvons citer l'exemple des obsidiennes et des pechstein (colorées), résultant de l'activité volcanique. On peut également rencontrer des blocs de silice pure à l'état vitreux (désert de Libye) qui sont les conséquences d'impacts de projectiles (météorites). Hormis ces quelques exemples, les verres sont essentiellement des matériaux produits artificiellement. Il existe des verres d'oxydes, d'halogénures, de chalcogénures et enfin des verres métalliques.

Les verres à base d'oxydes peuvent avoir un ou plusieurs constituants tels que la silice (SiO_2) , l'oxyde de bore (B_2O_3) etc. Ces verres se composent, pour la plupart, d'un mélange d'oxydes. Ils sont intéressants, car on peut obtenir des verres aux caractéristiques souhaitées en ajustant la nature et la teneur des constituants (point sur lequel nous reviendrons plus loin).

Certains verres ne sont pas constitués d'oxydes. Les verres d'halogénures comme le fluorure de béryllium (BeF_2) , ont des propriétés optiques intéressantes.





Les verres de chalcogénures sont basés sur l'association d'éléments du VI^{eme} groupe (S, Se, Te...) à des éléments du V^{eme} groupe (Si, Ge...). Ils sont utilisés pour leurs propriétés optiques de transmission dans l'infrarouge et de communication électrique.

Les verres métalliques comme le $Mg_{65}Cu_{35}$ ou le $Zr_{50}Cu_{50}$ sont obtenus par trempe ultra rapide d'alliages liquides et ont longtemps été une curiosité scientifique. Ils possèdent des caractéristiques mécaniques intéressantes (ténacité élevée) et une bonne résistance à la corrosion.

Nous nous intéresserons dans cette étude, aux verres d'oxydes.

1.2.2.2 Classification des oxydes métalliques

Les verres d'oxydes sont constitués de plusieurs oxydes métalliques, qui ont un rôle déterminant sur la structure du verre, mais aussi sur ses propriétés physiques, mécaniques ou physico-chimiques. On parle notamment des oxydes dits formateurs de réseau, modificateurs et d'oxydes intermédiaires (*Tableau* 1-3). Il convient de fournir une explication sur cette terminologie. Un oxyde est appelé formateur s'il peut former seul un verre et un réseau vitreux. Un oxyde modificateur est appelé ainsi en raison de son action sur la structure du réseau : on dit qu'il dépolymérise le verre en « cassant » les liaisons Si-O-Si (pour l'exemple d'un verre à base de silice). Les oxydes intermédiaires tiennent leur nom du fait de leur participation au réseau du verre en tant que formateur ou en tant que modificateur selon leur teneur dans le verre d'oxyde ; ainsi, Al₂O₃ peut être formateur de réseau dans un verre de silice en participant au réseau, mais ne peut pas composer un verre à lui seul. Les verres d'oxydes sont le plus souvent des silicates et constituent la quasitotalité des verres utilisés industriellement.

Formateur (F)	Modificateur (M)	Intermédiaire (I)
SiO ₂	Li ₂ O	Al_2O_3
GeO_2	Na ₂ O	PbO
B_2O_3	K ₂ O	ZnO
P_2O_3	CaO	CdO
As_2O_3	BaO	TiO_2
As_2O_5	MgO	
V_2O_5		

Tableau 1-3 : Classification des principaux oxydes [10]

1.2.2.3 Propriétés thermomécaniques des verres d'oxydes et influence des constituants

Zarzycki [10] présente une loi de mélange permettant, pour une composition donnée, d'estimer les principales grandeurs physiques et mécaniques d'un verre d'oxyde (volume massique, module d'Young...). Le *Tableau 1-4* présente, pour les principaux oxydes, leurs propriétés individuelles utilisées dans la loi du type : $\mathbf{X} = \sum_i \mathbf{C}_i \mathbf{X}_i$ où \mathbf{C}_i est le pourcentage massique d'un élément et \mathbf{X}_i sa propriété individuelle.





Oxydes et Type	Volume massique	Coefficient thermique	Module d'Young	Chaleur massique	Conductivité thermique
	(m^3/kg)	de dilatation	(GPa)	(J/kg.K)	(W/m.K)
		(K ⁻¹)			
SiO ₂ (F)	$4.35 \ 10^{-6}$	$2.67 10^{-8}$	0.7	8	$12.85 \ 10^{-3}$
$B_2O_3(F)$	$5.26 \ 10^{-6}$	$0.33 \ 10^{-8}$	-	9.51	$6.66 \ 10^{-3}$
$P_2O_5(F)$	$3.92 \ 10^{-6}$	$6.67 10^{-8}$	-	7.96	-
Al_2O_3 (I)	$2.44 \ 10^{-6}$	16.67 10 ⁻⁸	1.8	8.68	$15.57 \ 10^{-3}$
TiO_2 (I)	-	13.67 10 ⁻⁸	-	-	-
CaO (M)	$3.03 \ 10^{-6}$	$16.67 10^{-8}$	0.7	7.96	$13.27 \ 10^{-3}$
MgO (M)	$2.63 \ 10^{-6}$	$0.33 \ 10^{-8}$	0.4	10.21	$24.79 \ 10^{-3}$
$K_2O(M)$	$3.57 \ 10^{-6}$	$28.33 \ 10^{-8}$	0.4	7.78	$2.44 \ 10^{-3}$
$Na_2O(M)$	$3.85 \ 10^{-6}$	33.3 10-8	0.61	11.2	-5.4 10-3
Max/Min	2.15	101	4.5	1.44	10.16

Tableau 1-4 : Coefficients de pondération pour le calcul des propriétés desverres à température ambiante [10]

Le rapport Max/min de chaque propriété individuelle nous permet de visualiser les grandeurs les plus influencées par l'incorporation de différents oxydes au réseau. On peut, en comparant ce tableau avec la classification des oxydes, mieux comprendre les modifications structurales qu'induit l'addition des différents oxydes. Le coefficient de dilatation thermique et la conductivité thermique sont les deux grandeurs qui traduisent de manière flagrante leur action sur le réseau. Cependant, on peut voir que l'alumine participe activement au réseau en observant sa forte influence au niveau du module d'Young. Pour les oxydes modificateurs, on constate en général qu'ils augmentent le coefficient de dilatation thermique et abaissent la conductivité thermique (K₂O et Na₂O) signifiant ainsi qu'ils modifient la structure du verre en « cassant » le réseau.

1.2.3 Moyens d'étude et de caractérisation des verres

Dans le contexte d'un procédé à grande déformation anisotherme, il faut être en mesure de déterminer la loi de comportement d'un verre. C'est pourquoi nous nous intéresserons dans cette section, aux techniques actuelles capables de mesurer la viscosité des verres et la température de transition vitreuse.

1.2.3.1 Techniques de mesure de viscosité

Points fixes

Dans l'industrie du verre, certains intervalles de viscosité ont une importance particulière, il est donc intéressant de considérer une série de niveaux de viscosité standardisée. Un verre donné est alors caractérisé au point de vue de son comportement visqueux par les températures qui correspondent à ces niveaux standard et qui portent le nom de points fixes (*Figure 1-14*).







Figure 1-14 : Position des points fixes et les différents domaines des opérations techniques [10]

Nous pouvons également nous rendre compte qu'à chaque domaine de viscosité est associée une opération technique. Dans notre cas, le domaine de viscosité idéal pour le matriçage finition est situé entre 10^2 et 10^4 Poises, puisque cela correspond aux procédés de coulée, moulage et étirage ([10] et [1]). Tous ces points fixes correspondent ainsi à des viscosités précises. Le *Tableau 1-5* précise les viscosités correspondant aux points fixes d'un verre ainsi que les équivalents anglo-saxons.





Désignation	Équivalent anglo-saxon	Vicosité en Pa.s
Température de fusion	Melting point	10
Température de travail	Working point	10^{3}
Température	Sink point	$10^{3.22}$
d'enfoncement		
Température	Flow point	10^{4}
d'écoulement		
Température de	Softening point	$10^{7.6}$
ramollissement	(Littleton's point)	
(point de Littleton)		
Température de	Dilatometric point	$\approx 10^{10.3}$
ramollissement		
dilatométrique		
Température de recuit	Annealing point	$\approx 10^{12}$
Température de	Transition point	de 10^{12} à $10^{12.6}$
transition	_	
Température de tension	Strain point	$10^{13.5}$

Tableau 1-5 : Définitions usuelles et termes anglo-saxons associés [10]

Nous pouvons préciser par ailleurs, que la viscosité d'un verre "solide" est de l'ordre de 10^{19} Pa.s. De prime abord, il semble que l'on puisse faire un amalgame entre la température de transition vitreuse et la température à laquelle le verre passe d'un comportement ductile (déformation sans rupture) à un comportement fragile (rupture pour de faibles déformations). En effet, T_g correspond à une réorganisation des atomes.

Nous allons à présent nous intéresser aux différentes méthodes de mesure de la viscosité.

- <u>Viscosimètre à chute de bille</u>

Le principe repose sur la formule de Stokes, qui fournit la force (f) à exercer sur une bille (de rayon r) pour la déplacer à la vitesse constante V dans un fluide de viscosité η (1-5).

$$f = 6\pi r \eta V \tag{1-5}$$

En pratique, on mesure le temps de chute t de la bille pour parcourir une distance donnée L dans le liquide sous l'effet de la différence entre le poids de la bille et la poussée d'Archimède. L'intervalle de viscosité accessible avec cette méthode est compris entre $1 et 10^6$ Pa.s

Il est aussi possible de ralentir ou d'inverser le sens du mouvement de la bille par le biais d'un système de contrepoids. Le dépouillement se fait alors à l'aide de la formule (1-6).





$$\eta = \frac{2}{9} \frac{\rho_s - \rho}{L} r^2 g t$$
 (1-6)

Où ρ_s et ρ sont respectivement les masses volumiques de la sphère et du fluide.

La Figure 1-15 présente une schématisation de ces deux types d'expérience.



Figure 1-15 : Schéma d'un viscosimètre à chute de bille avec (a) ou sans système de contrepoids (b)

- <u>Viscosimètre à rotation</u>

Le principe est de mesurer le couple s'exerçant sur un cylindre plongeant dans un fluide contenu dans un creuset animé d'un mouvement de rotation. La viscosité est calculée à l'aide de la formule (**1-7**):

$$\eta = C \frac{M}{\omega}$$
 (1-7)

Où M est le couple de torsion, ω la vitesse angulaire et C une constante dépendant de la géométrie de l'appareil. pour un cylindre de rayon r plongeant sur une longueur l dans un creuset de rayon R, on a (**1-8**):

$$C = \frac{1}{4\pi l} \left(\frac{1}{r^2} - \frac{1}{R^2} \right)$$
 (1-8)

La méthode est applicable entre 1 et 10^3 Pa.s. Il est cependant possible d'atteindre des viscosités de l'ordre de 10^7 en mesurant le temps Δt entre deux positions angulaires du cylindre écarté de sa position d'équilibre. La *Figure 1-16* présente le principe de cette expérience.



Figure 1-16 : Schéma du viscosimètre à rotation





<u>Autres techniques</u>

Il existe un grand nombre de dispositifs de mesure de la viscosité des matériaux vitreux, car la gamme des viscosités à mesurer est très étendue (au delà de 10^7 Pa.s, jusqu'à 10^{14}): viscosimètres à allongement de fibre, méthode de déformation d'une baguette soumise en son milieu à un poids, la dilatométrie ainsi que le viscosimètre à pénétration [11] conçu pour déterminer la température à laquelle la viscosité vaut $10^{3.22}$. Il existe également d'autres techniques de mesure de viscosité, qui sont cette fois plus adaptées aux polymères : rhéomètre capillaire et rhéomètre rotatifs [12].

Chacune de ces méthodes nécessite toutefois de disposer d'une grande quantité homogène (en volume) de produit à étudier (à l'état visqueux ou à l'état solide). Nous ne connaissons pas de méthode simple permettant de mesurer la viscosité d'un verre en film mince.

1.2.3.2 Détermination de la température de transition vitreuse

Dans la pratique, on détermine la température de transition vitreuse par dilatométrie, analyse thermique différentielle (ATD) ou par mesure de la conductivité électrique.

<u>Dilatométrie</u>

L'essai consiste à mesurer l'évolution avec la température de la longueur d'une éprouvette en verre. On fait ainsi apparaître deux domaines, à haute et basse température, où la longueur de l'éprouvette évolue de façon quasi-linéaire. En traçant les droites correspondantes, on détermine, par leur intersection, le point T_g .

- <u>Analyse thermique différentielle</u>

On fait varier linéairement en fonction du temps la température T d'une enceinte contenant un témoin inerte (ne subissant aucune transformation) et l'échantillon de verre ; on mesure la différence ΔT de température entre l'échantillon de verre et le témoin. La température de transition vitreuse correspond au point d'inflexion de la courbe $\Delta T = f(T)$ (Figure 1-17).



Figure 1-17 : Courbes obtenues par analyse thermique différentielle, détermination de T_g [10]





<u>Conductivité électrique</u>

La méthode consiste à étudier la résistance R d'un échantillon [10] en fonction de la température T. La courbe LogR = f(1/T) présente un coude qui permet de déterminer T_g.

1.2.4 Effets de la composition chimique et de la température sur la viscosité

On précise ici la relation entre la viscosité, la température et la composition chimique du verre.

1.2.4.1 Définitions

On dit qu'un oxyde allonge le verre, lorsqu'il augmente la plage de travail. En effet, en dépolymérisant le réseau, l'oxyde limite la variation de la viscosité pour une plage étendue de température [1]. C'est le cas des oxydes K_2O et MgO par exemple.

On appelle fondants les verres qui possèdent la particularité de baisser la température de ramollissement d'un mélange de verres en « digérant » les verres de température de fusion plus élevée [1], comme nous pouvons le voir sur les *Figure 1-18 et Figure 1-19*.



Figure 1-18 et Figure 1-19 : Action des verres fondants [1]

Ainsi, les verres à base d'oxyde de bore et de potassium (à basse température de fusion) « digèrent les verres » à base de silice et abaissent la température d'élaboration. Si on mélange deux verres mis sous forme de billes, par exemple un verre de silice à haut point de fusion (ou de ramollissement) et un autre à base de bore à bas point de fusion, le verre de bore va fondre en premier et « digérer » les billes de verre de silice. Il y a digestion du verre de silice et on trouve une température d'élaboration ou de fusion comprise entre celle du verre de bore et celle du verre de silice [1].





1.2.4.2 La relation viscosité-température

La viscosité est une propriété des fluides qui dépend de la température. On voit sur la *Figure 1-20* la variation de la viscosité de plusieurs verres en fonction de la température. On constate que cette variation est de type exponentielle. La loi de viscosité la plus usitée est celle de Vogel, Fulcher et Tamman (VFT) selon Schmit [1] et Zarzicki [10] qui est de la forme (**1-9**):

$$\log \eta = A + \frac{B}{T - T_0} \tag{1-9}$$

Cette loi permet de représenter la viscosité des verres comprise entre 1 et 10^{11} Pa.s pour une composition donnée. Pour représenter le domaine des hautes températures, T₀ est souvent prise égale à zéro, du fait de sa faible contribution, et on retombe ainsi sur la loi d'Arrhenius.



Figure 1-20 : Variation de la viscosité de différents verres avec la température [1]

1.2.4.3 La relation composition-viscosité

D'après les définitions des différents oxydes ainsi que le rôle qu'ils jouent dans le réseau du verre, on peut imaginer que l'addition de certains éléments entraîne une augmentation ou une diminution de la viscosité à une température donnée. Scholze [13] présente la variation de température nécessaire pour garder une viscosité constante en fonction du pourcentage de différents oxydes additionnels d'un verre de base silice et oxyde de sodium (SiO_2-Na_2O) . Le graphique suivant (*Figure 1-21*) montre que pour garder une viscosité constante lors de l'ajout de certains oxydes, il faut abaisser la température, ce qui signifie que l'ajout de ces oxydes entraîne une diminution de la viscosité. Notons que cette variation est beaucoup plus importante à haute température qu'à basse température. Par ailleurs, si on considère le cas de CaO, on peut voir que son addition entraîne une diminution de viscosité à haute température et une augmentation à basse température. On dit que le verre devient plus « court ». On peut voir sur cette même figure que l'influence de l'alumine est tout autre : elle augmente la viscosité à toutes températures, ce qui met en évidence sa participation active au réseau du verre.







Figure 1-21 : Variation de température nécessaire pour maintenir constante la viscosité d'un verre Na₂O-SiO₂ en fonction de l'ajout de certains oxydes [13]

Par ailleurs, Zarzycki [10] donne les valeurs de la température de fusion et de l'énergie de liaison de différents oxydes (Tableau 1-6). Il apparaît que la fusibilité de l'oxyde incorporé n'est pas corrélée avec la viscosité des verres. En effet, si on s'intéresse à nouveau au CaO, on peut voir que sa température de fusion est supérieure à celle de la silice, mais son addition provoque une baisse de viscosité. Il ne faut donc pas confondre oxydes modificateurs (et leur température de fusion individuelle) et verres fondants (et leur température de ramollissement de groupe d'oxydes). On s'aperçoit cependant que les oxydes de faibles forces de liaisons induisent une diminution de la viscosité (cas du CaO). Le fait que l'alumine ait quatre valeurs d'énergie de liaison, signifie que cet oxyde peut être soit formateur du réseau, soit modificateur selon la proportion d'alcalins dans le verre, entraînant respectivement une augmentation ou une diminution de la viscosité. Si dans le verre, il y a un nombre de mole d'oxydes d'alcalins (MgO, Na₂O, CaO et K₂O) supérieur à celui de l'alumine, alors elle participe activement au réseau et cet oxyde sera qualifié de formateur. S'il n'y a pas suffisamment d'oxydes alcalins, l'insertion de l'alumine ne sera pas facilitée et on parlera d'oxyde intermédiaire.





Oxydes	Température de fusion T _f (K)	Energie de liaison F _{X-O} (kcal/mole)	Coordinence Z
SiO ₂ (F)	1993	106	4
B_2O_3 (F)	723	119-89	3
P_2O_5 (F)	843	88-111	4
$Al_2O_3(I)$	-	53-67 (F) ou 79-101	4 (F) ou 6 (M)
		(M)	
TiO_2 (I)	2123	73	6
CaO (M)	2773	32	8
MgO (M)	2913	37	6
K ₂ O (M)	-	13	9
$Na_2O(M)$	-	20	6

Tableau 1-6 : Température de fusion et forces de liaison de différents oxydes[10].

1.2.4.4 Modèle de Feng

Feng [14] propose un modèle semi-empirique qui décrit l'effet de la composition du verre et de la température sur la viscosité. Ce modèle se base sur les énergies de liaison F_{X-O} des différents oxydes (calculées par SUN et rapportées dans le *Tableau 1-6* d'après Zarzycki) ainsi que sur le rôle tenu pas ces éléments dans le réseau. Pour chaque oxyde de formule X_nO_p où l'atome métallique X a la coordinence Z, on définit : $\Delta H_f = (nZ/2) F_{X-O}$. L'influence de chaque oxyde est caractérisée par la grandeur V (exprimée en kcal) qui dépend de son rôle dans le réseau et de son énergie de liaison [14] :

- Pour les oxydes formateurs, $V_f = 2\Delta H_{f,f}$.
- Pour les oxydes modificateurs, $V_m = \Delta H_{f,m} V_{net}$, où $V_{net} = \frac{\sum x_i \Delta H_{f,i}}{\sum x_i n_i Z_i}$ (où

 x_i est la fraction <u>molaire</u> de l'oxyde formateur i, $\Delta H_{f,i}$ est l'énergie de dissociation de l'oxyde i (calculé par la formule nF_iZ/2), n_i est le nombre défini par X_nO_m et Z_i le nombre de coordination de l'oxyde formateur i (donné dans le tableau ci-dessus).

- Pour les oxydes intermédiaires $V_i = \Delta H_{f,i}$.
- L'oxyde B_2O_3 a un comportement particulier : $V_{B2O3} = \Delta H_{f,B2O3} 2V_{net}$, le 2 provenant du fait qu'il y a deux atomes de bore dans l'oxyde.

Ensuite, il propose l'expression suivante de la loi de Vogel-Fulcher-Tamman (VFT) (T_0 est négligée, η en Poises) (1-10) :

$$\log \eta = -4,341 - 0,0047 V - \frac{23,451 V}{T}$$
(1-10)

 $V = \sum_{j} x_{j} V_{j}$ où x_{j} est la fraction molaire de chaque oxyde j.





Feng [10] a testé et ajusté ce modèle pour 320 verres, pour un domaine de température de 850°C à 1200°C. Schmit [1] précise que ce modèle est performant tant que la température est supérieure à 850°C.

Nous avons appliqué le modèle de Feng à un verre de composition : $70SiO_2$ -15Na₂O-15CaO. En comparant les résultats avec ceux présentés par Schmit [1] on constate un assez bon accord à haute température ($log_{10} \eta = 2,21$ pour 2,4 donné par Schmit à 950°C) mais un désaccord à basse température (650°C). Nous n'avons pas pu élucider l'origine de ce désaccord. Nous ne nous servirons donc de ce modèle qu'afin d'avoir un ordre de grandeur de la viscosité de notre produit à haute température.

1.3 Modélisation du comportement des matériaux d'interface

Nous allons à présent nous intéresser aux différents types de lubrification rencontrés en mise en forme des matériaux. Nous verrons par la suite les différentes méthodes permettant d'évaluer le coefficient de frottement à l'interface outil/pièce, ainsi que les lois décrivant ce phénomène.

1.3.1 Régime de lubrification par film mince ou film épais

Comme pour d'autres types de contacts (mécanismes...), il existe trois types de régime de lubrification en mise en forme des métaux, aux caractéristiques bien différentes : les régimes « hydrodynamique », « mixte » et « limite ».

1.3.1.1 Le régime hydrodynamique (ou par film épais)

Ce régime de lubrification se caractérise par une absence de contact direct entre l'outillage et la pièce, par de faibles valeurs du coefficient de frottement, une faible vitesse d'usure de l'outil et peu de détérioration de surface. On sait en revanche que ce régime de lubrification engendre une croissance de la rugosité de la pièce soit par glissement des plans atomiques soit par réarrangement des grains. La variation de rugosité dépend ainsi de la déformation, mais également de la taille des grains du matériau. Ce régime de lubrification hydrodynamique existe lorsque l'épaisseur moyenne du film lubrifiant est dix fois supérieure à la rugosité composite (R_c : (1-11)) des surfaces (rugosité de l'outillage : R_o et de la pièce : R_p).

$$R_{c} = \sqrt{R_{o}^{2} + R_{p}^{2}}$$
 (1-11)

1.3.1.2 Le régime limite ou de film mince

Dans ce régime, l'épaisseur de lubrifiant est insuffisante pour éviter le contact entre les outils et la pièce. Les lubrifiants utilisés agissent par leur réactivité chimique et sont formulés spécialement pour former des films minces dans le contact par réaction chimique. Il y a souvent des micro-soudures entre les outils et la pièce donnant naissance à une couche dite de





transfert. L'ampleur de ce phénomène de transfert dépend très fortement de la quantité de déformation. Le coefficient de frottement dans ce type de lubrification est important. On peut noter que les surfaces des pièces produites dans ces conditions de contact sont brillantes et lisses pour des outils polis. L'usure des outils est importante si les additifs ne sont pas suffisamment performants, le phénomène de grippage apparaît alors et il peut y avoir apparition de rayures ou autres types d'endommagement de surface, et ce de façon systématique sur toute la pièce.

1.3.1.3 Le régime mixte

Il s'agit d'un régime de lubrification intermédiaire entre le régime hydrodynamique et le régime limite. Il présente ainsi les caractéristiques de chacun des deux régimes. Les surfaces en contact peuvent être séparées en des zones où le film lubrifiant est épais (et donc sans contact) et en des zones où le régime est limite (contact quasi-direct entre l'outil et la pièce). Avec un tel régime de lubrification, le coefficient de frottement est significativement plus bas que dans le cas de lubrification en régime limite. L'usure des outils peut être conséquente si les additifs (lubrifiants) ne sont pas adaptés. Il y a souvent apparition de rayures et autres détériorations de surfaces sur la totalité de la pièce. Il s'agit d'un régime de lubrification qui présente un bon compromis entre les deux premiers régimes puisque présentant un relativement faible coefficient de frottement tout en donnant des pièces relativement brillantes et peu rugueuses du fait des contacts outil/pièce.

Comme nous le verrons plus en détail dans le chapitre suivant, l'épaisseur d'émail déposé sur les pièces est telle que le matriçage-finition des aubes s'apparente à une opération avec une lubrification par film épais. Néanmoins, le rôle du lubrifiant graphité consiste à assurer une lubrification du type film mince à l'interface émail-outil ce qui réduit le frottement. On se situe donc dans une configuration « hybride ».

1.3.2 Choix d'une loi de frottement émail/matrice

1.3.2.1 Frottement entre corps solides

Le frottement peut être défini comme la résistance au mouvement relatif de deux corps. Coulomb a donné une première description de ce phénomène en démontrant à l'aide d'expériences que, pour divers corps solides, il y a proportionnalité entre la force normale (N) et la force tangentielle nécessaire pour assurer le mouvement relatif (F); ceci définit un coefficient de frottement dit de Coulomb [1] et [15] (1-12) :

$$\mu = \frac{F}{N} \tag{1-12}$$

Le coefficient de frottement dépend à la fois des paramètres géométriques (forme et rugosité de surface), thermo-mécaniques (force normale, vitesse,





température), et physico-chimiques (nature des corps, lubrifiant, environnement (vide, atmosphère..)...). C'est un paramètre qui peut évoluer au cours d'un essai.

Un phénomène spécifique à la mise en forme est que cette grandeur influence l'écoulement de matière. Dans l'exemple, proposé à la *Figure 1-22* la remontée de matière dans la cavité centrale est d'autant plus marquée que le frottement dans les zones périphériques est plus élevé. Pour décrire de tels phénomènes, il importe de se situer à l'échelle de l'élément de contact, puisque la pression de contact et la vitesse de glissement sont a priori variables le long de l'interface et dépendant du frottement.



Figure 1-22 : Influence du frottement sur le remplissage d'une matrice [15]

1.3.2.2 Les lois locales de frottement

Le glissement d'un corps sur un autre à la vitesse relative ΔV en un point donné de l'interface ne peut intervenir qu'à partir d'une valeur critique de la contrainte tangentielle (cission) τ_c , indépendante de la vitesse. Nous avons alors le système suivant :

 $\begin{array}{ll} Si \ \tau < \tau_c & alors \ \Delta V{=}0 \\ Si \ \tau = \tau_c & alors \ \Delta V{\geq}0 \end{array}$

A partir de cette notion de seuil, plusieurs lois de frottement ont été proposées, prenant en compte de façon plus ou moins précise les différents phénomènes physiques intervenant lors du déplacement relatif des deux corps.

- Loi de Coulomb

Cette loi peut s'appliquer en simulation numérique et suppose que lors du glissement, la contrainte tangentielle τ ne dépend pas de l'intensité de la vitesse. On a alors la loi de Coulomb (1-13):

$$\tau = -\mu \sigma_N \frac{\Delta V}{\left\| \Delta V \right\|} \tag{1-13}$$

où σ_N est la contrainte normale de contact (opposée de la pression p de contact).

- Loi de Tresca





Le critère de plasticité implique que la cission appliquée à un matériau est inférieure à une valeur limite (1-14), on en déduit la formulation de la loi de frottement de Tresca (1-15) qui prend en compte la déformation plastique du matériau :

$$\tau_{\max} = \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \qquad (Crit\, ere \ de \ Von \ Mises) \qquad (1-14)$$

$$\tau = -m\tau_{\max} \frac{\Delta V}{\left\|\Delta V\right\|} \qquad \text{avec } 0 \le m \le 1$$
 (1-15)

Loi de Norton

Cette loi fait intervenir l'intensité de la vitesse de glissement existante entre les deux corps en mouvement (1-16) :

$$\tau = -\alpha \left\| \Delta V \right\|^p \frac{\Delta V}{\left\| \Delta V \right\|} \tag{1-16}$$

où α et p sont des coefficients de frottement.

- Loi de Coulomb limitée Tresca

Il est aussi possible de modifier la loi de Coulomb en introduisant un critère de seuil de plasticité. Si ce critère de plasticité est celui de Von Mises, la loi s'appelle alors la loi de Coulomb limitée Tresca, puisque nous retrouvons à pression de contact élevée la loi de Tresca. Cette formulation est très intéressante, puisqu'elle est prend en compte l'évolution de la surface de contact à l'échelle microscopique(1-17), tout en en faisant intervenir la contrainte d'écoulement du métal (1-18):

si
$$\mu \sigma_n < \overline{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$$
 alors $\tau = \mu \sigma_n$ (1-17)

$$s_i \ \mu \sigma_n \ge \overline{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad alors \ \tau = \overline{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$$
 (1-18)

Ces lois sont très usitées, mais ne prennent pas en compte l'aspect thermique du frottement souvent important (gradient thermique, réchauffement). En simulation du forgeage et du matriçage, la loi de Tresca est la plus utilisée, car elle prend en compte la contrainte d'écoulement du matériau.





1.3.2.3 Mesure du coefficient de frottement en forgeage

Comme nous l'avons vu, la valeur du coefficient de frottement conditionne le comportement du matériau et il est donc intéressant de l'estimer. De nombreuses études proposent des expériences destinées à ces mesures. Nous présentons les tests les plus fréquents et les plus fiables.

<u>Le test de l'anneau</u>

Dans ce test, le frottement va gérer la compétition entre deux écoulements possibles, l'un centripète (favorisé par de forts frottements) et l'autre centrifuge (favorisé par de faibles frottements) [15]. Il existe en fait des abaques regroupant les chemins de déformation de l'anneau (évolution du diamètre interne avec l'écrasement) pour diverses valeurs du coefficient de frottement (*Figure 1-23*) et ce pour une géométrie initiale classique.



Figure 1-23: Géométrie de l'anneau et Abaque donnant le coefficient de frottement en fonction des variations des paramètres géométriques

Cette méthode est fiable en régime isotherme, mais possède de fortes limitations. En effet les courbes à fort frottement ont tendance à se regrouper et il apparaît des bombés, ce qui entraîne une difficulté de mesure du rayon interne de l'anneau. Par ailleurs, la pression de contact et le taux de déformation, lors de ce test, peuvent être inférieurs à ceux du matriçage de produits très plats (cas des aubes, cf. ci-dessous), ce qui en fait un moyen de mesure mal adapté à notre cas.

La compression de cylindres

Si on écrase un cylindre très plat (rayon R>> hauteur h), les contraintes normales et la force seront très sensibles au frottement, ce qui en fait un moyen de le mesurer [15]. Une analyse simple montre en effet que la force de forgeage F d'un tel lopin, de contrainte d'écoulement σ_0 sous un frottement de Tresca de coefficient m, vaut :

$$F = \pi R^2 \overline{p} \quad avec \quad \overline{p} \approx \sigma_o \left(1 + \frac{2m}{3\sqrt{3}} \frac{R}{h} \right)$$
(1-19)





De même façon qu'au cours du test précédent, il y a apparition d'un bombé (Figure 1-24). Il existe des formules tenant compte de ce bombé et qui permettent ainsi de mesurer le frottement de façon précise. Cette méthode nécessite par contre de connaître la contrainte d'écoulement du matériau et donc d'être exécutée dans des conditions isothermes.



Figure 1-24 : Géométrie et principe du test de compression de cylindre [15]

Nous avons à présent plusieurs modèles permettant de prendre en compte le frottement lors de la simulation du matriçage. Les deux méthodes de mesure du frottement décrites précédemment ne semblent pas bien adaptées à notre problème, car les conditions de contact et thermiques semblent assez différentes : pression de contact trop faible ou absence de mise en contact progressive du métal et des outils. Nous reverrons ce point dans le cinquième chapitre où nous développons un autre essai de mesure du frottement.

1.3.3 Modèle d'écoulement de l'émail : Équation de Reynolds

La Figure 1-25 propose une schématisation d'un film s'écoulant entre deux corps animés d'un mouvement quelconque. La mise en équation de l'écoulement, après simplification, nous permettra de déterminer les déformations du film entre les deux corps en mouvement.





Le régime hydrodynamique (ou lubrification par film épais) peut être décrit par les équations de la mécanique des fluides : les équations de Navier-Stockes. Les termes d'inertie étant très souvent négligeables, elles se ramènent aux équations de Stockes qui relient les dérivées de la pression au sein du film à la viscosité du fluide et aux dérivées des vitesses des deux parois (1-20) :

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial \mathbf{x}} = \frac{\partial}{\partial \mathbf{x}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{x}}}{\partial \mathbf{x}} \right) + \frac{\partial}{\partial \mathbf{y}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{x}}}{\partial \mathbf{y}} \right) + \frac{\partial}{\partial \mathbf{z}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{x}}}{\partial \mathbf{z}} \right)$$

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial \mathbf{y}} = \frac{\partial}{\partial \mathbf{x}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{y}}}{\partial \mathbf{x}} \right) + \frac{\partial}{\partial \mathbf{y}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{y}}}{\partial \mathbf{y}} \right) + \frac{\partial}{\partial \mathbf{z}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{y}}}{\partial \mathbf{z}} \right)$$

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial \mathbf{z}} = \frac{\partial}{\partial \mathbf{x}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{z}}}{\partial \mathbf{x}} \right) + \frac{\partial}{\partial \mathbf{y}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{z}}}{\partial \mathbf{y}} \right) + \frac{\partial}{\partial \mathbf{z}} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{z}}}{\partial \mathbf{z}} \right)$$
(1-20)

L'utilisation de ces équations est relativement lourde; on préfère généralement appliquer des simplifications légitimes, qui reposent sur le fait que l'épaisseur h du film est petite devant ses autres dimensions et que son gradient a un module petit devant 1 : |gradh| << 1. On a ainsi les équations établies par Reynolds en 1886 [16]. Ces équations sont le plus souvent appliquées en supposant un régime isotherme.

Les hypothèses de la lubrification hydrodynamique sont au nombre de trois :

- <u>Première hypothèse</u>

On considère que V_z ainsi que ses dérivées sont petites devant V_x et V_y . Cela nous donne par conséquent (1-21):

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial \mathbf{z}} \approx \mathbf{0} \tag{1-21}$$





La pression est donc uniforme dans une colonne (z donné) du film.

- Deuxième hypothèse

Les dérivées de V_x et V_y par rapport à x et y sont faibles devant la dérivée de ces vitesses par rapport à z. Cela a pour conséquence (1-22) :

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial \mathbf{x}} = \frac{\partial}{\partial z} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{x}}}{\partial z} \right)$$

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial \mathbf{y}} = \frac{\partial}{\partial z} \left(\eta \frac{\partial \mathbf{v}_{\mathbf{y}}}{\partial z} \right)$$

$$\frac{\partial \mathbf{p}}{\partial z} = 0$$
(1-22)

<u>Troisième hypothèse (écoulement isotherme)</u>

On considère que la viscosité ne dépend pas de z, ce qui impose que la température évolue très peu dans l'épaisseur du film lubrifiant. Nous pouvons donc sortir la viscosité de la dérivée par rapport à z. On obtient alors (1-23)

$$\frac{\partial p(x,y)}{\partial x} = \eta(x,y) \frac{\partial^2 v_x(x,y,z)}{\partial z^2}$$
$$\frac{\partial p(x,y)}{\partial y} = \eta(x,y) \frac{\partial^2 v_y(x,y,z)}{\partial z^2}$$
(1-23)

- <u>Conditions aux limites</u>

On considère que le lubrifiant adhère parfaitement aux parois solides, ce qui fait que la vitesse du lubrifiant en z = h et 0 est respectivement égale à celle de l'outil supérieur et celle de la pièce. On peut ainsi, en intégrant deux fois les équations (1-23), trouver les expressions de V_x et V_y en fonction des dérivées de la pression.

- <u>Équation de la continuité</u>

Pour un lubrifiant de masse volumique ρ , la conservation de la masse s'écrit sous forme locale (1-24), puis par intégration à l'échelle de la colonne de lubrifiant (1-25) :

$$\frac{\partial \rho V_x}{\partial x} + \frac{\partial \rho V_y}{\partial y} + \frac{\partial \rho V_z}{\partial z} = \frac{\partial \rho}{\partial t}$$
(1-24)

$$-\frac{\partial}{\partial x} \begin{pmatrix} h(x,y) \\ \int \rho V_x(x,y,z) dz \\ 0 \end{pmatrix} - \frac{\partial}{\partial y} \begin{pmatrix} h(x,y) \\ \int \rho V_y(x,y,z) dz \\ 0 \end{pmatrix} - \frac{\partial(\rho h)}{\partial t} = 0$$
(1-25)

Nous considérons ici que la viscosité et la masse volumique sont indépendantes de z. En calculant le débit selon l'axe x et l'axe y, l'équation (1-25) s'écrit :





$$-\frac{\partial Q_x(x)}{\partial x} - \frac{\partial Q_y(x)}{\partial y} = \frac{\partial \rho h}{\partial t}$$
(1-26)

D'où l'équation que Reynolds a proposée en 1886 [16] (1-27) :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(-\left(V_{x,1} + V_{x,2} \right) \frac{\rho h}{2} + \frac{\rho h^3}{12\eta} \frac{\partial p}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(-\left(V_{y,1} + V_{y,2} \right) \frac{\rho h}{2} + \frac{\rho h^3}{12\eta} \frac{\partial p}{\partial y} \right) = \frac{\partial \rho h}{\partial t}$$
(1-27)

Cette équation a servi à analyser de nombreux problèmes tribologiques, que ce soit en mise en forme des matériaux ou dans les mécanismes lubrifiés (butées hydrostatiques ou hydrodynamiques, engrenages, roulements... [17]).

Nous allons à présent présenter deux applications de cette équation à la mise en forme des matériaux en rapport avec notre problème.

1.3.4 Application de l'équation de Reynolds aux procédés de mise en forme

Lors de la compression d'un lopin entre tas plats, l'expérience montre qu'il se produit un phénomène de piégeage de lubrifiant aux interfaces métal-outil. Wilson [18] a analysé le mécanisme de piégeage d'un lubrifiant newtonien pour une barre plane (longueur b grande devant sa largeur 2L ce qui implique un écoulement plan) constitué d'un métal rigide, parfaitement plastique. La *Figure 1-26* présente les étapes successives de formation de ce film lubrifiant.



Figure 1-26 : Phénomène de piégeage en compression isotherme entre tas plats [18]

L'écrasement du lubrifiant entre le métal rigide et le tas plat produit une élévation de pression au sein du fluide et entraîne la déformation plastique du métal au centre lorsque la pression y atteint la contrainte d'écoulement plastique. La déformation du film lubrifiant s'arrête alors dans la zone centrale. Progressivement, la zone plastique centrale du métal (où le lubrifiant ne s'écoule plus) s'étend vers la périphérie (où le métal est encore rigide) jusqu'à la mise en contact des tas avec le métal. Le lubrifiant se retrouve sous forme d'une poche piégée qui va s'étirer lors de l'écrasement





du métal, mais en laissant une zone périphérique non lubrifiée. L'équation de Reynolds en écoulement plan permet de déterminer l'épaisseur piégée selon le modèle de Wilson (**1-28**):

$$h(x) = \left(\frac{3\eta V L^2}{\sigma}\right)^{\frac{1}{3}} \left(1 - \left(\frac{x}{L}\right)^2\right)^{\frac{1}{3}}$$
(1-28)

Dans cette formule h(x) est l'épaisseur de lubrifiant piégée à la distance x du centre de la barre, V la vitesse des outils, L la demi-largeur de la barre, η la viscosité du lubrifiant et σ la contrainte d'écoulement (globale) du matériau à la température d'essai.

Par ailleurs, les opérations de forgeage qui nous intéressent produisent une mise en contact progressive du métal avec les outils ; le modèle précédent ne s'applique pas. Mais cette situation se rapproche de celle du cas du formage par expansion d'une tôle (épaisseur e) en emboutissage : le métal rentre progressivement en contact avec le poinçon (rayon R), et tout se passe comme si le métal entrait tangentiellement dans le contact avec la vitesse v entraînant avec lui le lubrifiant. La

Figure 1-27 présente la schématisation qu'en proposent Wilson et Wang [19] en déformation plane. Dans ce cas, la formule de l'épaisseur du film de lubrifiant, obtenue à partir de l'équation de Reynolds est (1-29):



Figure 1-27 : Phénomène de piégeage dans le cas de l'emboutissage [19]





1.3.5 Équations thermiques d'interface

Les origines des échanges thermiques entre un outil et la pièce mise en forme sont moins bien connues. Il s'agit notamment de la conduction avec l'outil, la convection (avec l'extérieur) mais aussi l'autoéchauffement du métal dû à sa déformation. La distribution de température T dans le métal pour une déformation plane (vitesse $v(v_x, v_z)$) suit la relation suivante (1-30) :

$$\rho C_{p} \left(\frac{\partial T}{\partial t} + v_{x} \frac{\partial T}{\partial x} + v_{z} \frac{\partial T}{\partial z} \right) = K_{t} \left(\frac{\partial^{2} T}{\partial x^{2}} + \frac{\partial^{2} T}{\partial z^{2}} \right) + \sigma_{0} \dot{\overline{\epsilon}}$$
(1-30)

où $\dot{\overline{\varepsilon}}$ est la vitesse de déformation généralisée. Noter que la distribution de température dans un film visqueux obéit à la même équation en remplaçant $\sigma_0 \dot{\overline{\varepsilon}}$ par $\eta(T)(\partial v_x/\partial z)^2$. On suppose souvent pour simplifier l'intégration de cette équation que la conductivité Kt, la masse volumique ρ et la chaleur spécifique Cp ne dépendent pas de la température. Une des difficultés pour la résolution numérique provient du fait que le procédé de matriçage finition est un procédé extrêmement rapide, ce qui rend impossible l'hypothèse de régime stationnaire qui simplifie grandement cette équation. L'expression du flux de chaleur est donnée par la loi de Fourier (1-31) :

$$\vec{\Phi} = -\lambda \operatorname{grad} T \tag{1-31}$$

En l'absence de mouvement relatif, le flux thermique est continu aux interfaces en vertu de la conservation de l'énergie. Pour compléter le jeu d'équations, on peut supposer également la continuité de la température entre les deux surfaces (T_s : température de surface):

Interface parfaite métal/outil :
$$T_S^{outil} = T_S^{métal}$$
 (1-32)

Cette hypothèse de contact parfait est généralement peu réaliste, car elle suppose l'absence de résistance thermique de contact. On introduit donc un coefficient de transfert thermique h_t entre l'outil et le lopin, qui est l'inverse d'une résistance thermique du contact. L'expression du flux de chaleur devient alors (1-33) :

$$\Phi = -h_t \Delta T_S \tag{1-33}$$

où ΔT_S la différence de température de surface entre les deux corps. Si nous prenons h_t infini, la résistance thermique de contact devient nulle, et nous retombons ainsi sur un contact "parfait".

Enfin, en présence de mouvements relatifs, le contact étant généralement de brève durée, on répartit l'énergie dissipée par frottement $\tau \Delta V$ entre l'outil et la pièce au prorata des effusivités thermiques $b = \sqrt{k\rho C}$ sous forme de flux supplémentaires [21] (1-34).





$$\phi_i = \frac{b_i}{b_1 + b_2} \tau \Delta V \tag{1-34}$$

Conclusions

Nous avons, au cours de ce chapitre, présenté les matériaux avec lesquels nous travaillons (les émaux et le TA6V) et réuni les principaux modèles nécessaires pour effectuer la simulation numérique de l'opération de matriçage de pièces en titane qui nous permettra d'analyser les conditions de travail du film d'émail aux interfaces. Nous avons aussi étudié les propriétés des verres les plus importantes (viscosité, transition vitreuse...) ainsi que différents moyens de les mesurer. Nous avons également présenté l'équation de Reynolds et la théorie du piégeage visqueux de Wilson qui nous serviront pour étudier la formation et la déformation du film durant l'opération de matriçage. Nous avons également évoqué brièvement l'équation de la chaleur et le principe de l'analyse des échanges thermiques à l'interface outil/pièce. Nous allons à présent nous intéresser à l'étude du comportement de l'émail dans le procédé industriel.




REFERENCES

- [1] **SCHMIT J.F., 1996**, "Élaboration et caractérisation de verres lubrifiants haute température pour le matriçage d'alliages de titane", Thèse, Université de Montpellier II, (1996).
- [2] AUDRERIE P., 1993, "Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de Titane", Thèse Ecole des Mines de Paris, Juin 1993.
- [3] **DUDAY D., 1998**, "Protection de l'alliage de Titane TA6V contre l'oxydation", Thèse Université de La Rochelle, Janvier 1998.
- [4] **VOIGTLANDER O. et. Al., 1983**, "Matriçage de précision isotherme d'aubes de compresseurs de turboréacteurs pour l'aéronautique en alliages de Titane", 11^{ème} Congrès international de l'estampage de Cologne, Juin 1983, p 375-402.
- [5] GAVRUS A., 1996, "Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse", Thèse Ecole des Mines de Paris, Octobre 1996.
- [6] **LAURENT M.**, **VUILLERMOZ P.L.**, **1994**, "Conductivité thermique dans les solides", Techniques de l'ingénieur, Article R2850, Volume RAB, 1994.
- [7] **KAHVECI A.I. and WELSCH G.E.**, "Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy", Scripta Metallurgica, 1986, vol. 20, p 1287 1290.
- [8] **HOWARD G. N. et al.**, "Environmental hydrogen embrittlement of an alpha-beta alloy : effect of microstructure" Metallurgical Transaction, 02/1972, vol. 3, p 469 475
- [9] FALIPOU M. et. al., "Sticking temperature investigations of glass/metal contacts Determination of influencing parameters", Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. 70 (1997) N°5, p 137-145.
- [10] **ZARZYCKI J., 1982**, "Les verres et l'état vitreux", Edition MASSON, 1982.
- [11] **HELARY, 2002**, "measurement on glasses and glass pastes", Travaux ENSMP-CEMEF, Thèse, Article en cours, 2002.
- [12] WOLF C., DUPUIS D., 1994, "Viscosité", Techniques de l'ingénieur, Art. R2350, Vol. RAB, 1994.





- [13] SCHOLZE H., 1980, "Le verre Nature, structure et propriétés", deuxième édition, Institut du verre, Paris, 1980.
- [14] **FENG X. et. Al., 1990**, "A model for the viscosity of multicomponent glass melts", », Ceramic transaction nuclear management III, vol 9, p457-468, 1990.
- [15] TRIBOLOGIE, 2000, "Lois de frottement et mesure du frottement, P37", », extrait du cours : "Tribologie de la mise en forme", P. Montmitonnet, Novembre 2000.
- [16] **REYNOLDS, 1886**, "On the théorie of lubrification and its application to Mr. Beauchamp Tower's experiments", Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., 1886, vol. 177, p 1.
- [17] FRENE J., NICOLAS D., 1998, "Lubrification hydrodynamique", Cours de Tribologie, Laboratoire de Mécanique du solide, Poitiers, 1998.
- [18] WILSON W. R. D., 1974, "An isoviscous model for the hydrodynamic lubrification of plane strain forging processes with flat dies", J. Lub. Techn. (Trans. ASME), 95-4 (1974), p 539.
- [19] WILSON W. R. D., WANG, 1984, "Hydrodynamic lubrification in single strech forming processes", J. Trib. (Trans. ASME), 106 (1984), p 7-77.
- [20] TRIBOLOGIE, 2000 "Thermique du contact", extrait du cours : "
 [20] Tribologie de la mise en forme ", section F, E. Felder, Novembre 2000.
- [21] **FELDER E., 2001**, "*Effet thermique de la mise en forme*", Techniques de l'ingénieur, Art. M3012, Vol. MC, 2001.
- [22] FRASCATI F., 2000, "Etude et caractérisation du procédé de matriçage finition", rapport d'activité, chapitre II, CEMEF-ENSMP, Février 2000.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [23] Note intérieure, 2002, "Caractéristiques thermophysiques de l'alliage TA6V et de l'émail de lubrification utilisé lors du forgeage des aubes fans", référence YKO, 2002, 00719, Villaroche, 2002.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [24] **RHÉOLOGIE, 1999** "Indentation : dureté d'un matériau", extrait du cours : " Rhéologie des solides", section 5, Pierre Montmitonnet, Décembre 1999.
- [25] MIASSOUNDA R., 2000, "Étude et caractérisation d'un défaut de fabrication du type « lézard » sur des aubes fan", rapport de stage,





1^{ère} Année de formation d'Ingénieur Maître, IUP-GSI, Juillet 2002. CONFIDENTIEL SNECMA





CHAPITRE 2

Chapitre 2 Étude du comportement de l'émail Snecma Moteurs dans le procédé industriel

<u>2.1 D</u>	EFINITION DE L'ETAT STANDARD DE L'EMAIL	49
211	DDINCIDE DE L'ETUDE	10
2.1.1 2 1 2	DESHITATS	49
2.1.2 2.1.2	RESULTATS 1 REMARCHES A LA RECEDITION	
2.1.2.1	2 MODDHOLOCIE ADDES DEDOT	49 51
2.1.2.1	$\frac{2}{2} \qquad \text{MORFHOLOGIE AFRES DEFOI}$	52
2.1.2	A DETERMINATION DES DECOURS DE CHAUFFE	54
2.1.2.	5 MORPHOLOGIE DU PRODUIT APRES CHAUFEE ET REEROIDISSEMENT	57
2.1.2.	6 ROLE DE PROTECTION CHIMIQUE	59
2.1.2	DISCUSSION	61
<u>2.2 C</u> D'AU	<u>OMPORTEMENT DE L'EMAIL PENDANT LE MATRIÇAGE FINITI BES 62</u>	<u>ON</u>
2 2 1	CONDITIONS DE MATRICACE	67
2.2.1	CONDITIONS DE MAIRIÇAGE 1 Drincipe de l'etude	62
2.2.1.1	I FRINCIPE DE L'ETUDE 2 MESURES DE RUCOSITE	63
2.2.1.1	2 MESURES DE RUGUSIIE 3 Mesube de tempedatude de l'autil incedieud et des dieces	64
2.2.1.	MESURE DE LEMFERATORE DE L'OUTIL INFERIEUR ET DES FIECES MESURE DES EDAISSEURS DE DEVETEMENT ADDES DEDOT	66
2.2.2	MESURE DES EFAISSEURS DE REVETEMENT AFRES DEFOT MESURE DES EDAISSEURS DE SEDUETTES D'EMAIT ET ORGEDVATION DE	5 UU
2.2.3 DFFAI	ITS	5 67
DEFAC		07
2.3 E	SSAIS DE SIMULATION « SOUCOUPE »	70
2.3.1	ESSAIS PRELIMINAIRES	70
2.3.1.	1 GEOMETRIE ET OBJECTIF DES ESSAIS	70
2.3.1.2	2 PARAMETRES PRIS EN COMPTE, RESULTATS	71
2.3.2	PLAN D'EXPERIENCE	76
2.3.3	RESULTATS	76
2.3.4	DISCUSSION	77
<u>2.4 É</u>	TUDE DES DEFAUTS	78
2.4.1	MORPHOLOGIE DU DEFAUT	78
2.4.2	ANALYSE EDX	79
2.4.3	CARACTERISATION ET LOCALISATION	82
2.4.4	INTERPRETATION ET HYPOTHESES DE FORMATION	84
25 C	ONCLUSIONS DE L'ETUDE SUR SITE INDUSTRIEI	85





Dans ce deuxième chapitre, nous nous proposons de synthétiser les études menées sur le site industriel de Gennevilliers. Nous débutons par une étude des caractéristiques de l'émail utilisé (que nous appellerons émail1), à tous les stades du procédé de matriçage finition et utilisons à cet effet différentes techniques. Nous menons par la suite une étude du procédé et du comportement de l'émail grâce à un suivi de pièces de production. Nous précisons ainsi les paramètres variables du procédé ainsi que la localisation des défauts. Nous présentons ensuite des essais de simulation dits « soucoupe » réalisés sur presse industrielle dans le but d'étudier l'influence de divers paramètres opératoires sur le comportement de l'émail en matriçage et de déterminer les paramètres responsables de l'apparition et de l'intensité des défauts. Cette étude et l'examen final des défauts nous amènent à proposer un mécanisme responsable de l'apparition des défauts sur les pièces.

2.1 Définition de l'état standard de l'émail

Dans cette section, nous nous préoccupons de définir l'état de l'émail à chaque stade du procédé de matriçage finition. Le but est de connaître le produit et d'estimer l'importance de chacune de ses propriétés.

2.1.1 Principe de l'étude

Nous avions pour objectif de définir différents tests pouvant caractériser le produit, et d'estimer la variation des propriétés ainsi mesurées. Il est bon de rappeler au préalable qu'il s'agit d'un produit industriel constitué principalement de composés organiques et d'oxydes métalliques. Des analyses chimiques effectuées par Snecma ont fourni une estimation de la teneur en oxydes. Mais la nature et la concentration des produits organiques ne nous sont pas connues. Nous avons donc pris le problème à la base, en étudiant l'émail dès sa réception afin de connaître les éventuelles variations de propriétés du produit. Nous avons ensuite étudié son état après dépôt, à l'aide d'observations au microscope électronique à balayage (MEB). Nous avons par la suite étudié son comportement en cours de chauffe et déterminé l'évolution de ses caractéristiques thermo-physiques avec la température. Nous avons enfin fait diverses observations dans le but d'apprécier l'effet de la cuisson sur l'émail.

2.1.2 Résultats

2.1.2.1 Remarques à la réception

Le produit, à la réception, est un fluide très consistant. Les instructions de travail au poste de revêtement imposent de diluer le produit avec de l'eau déminéralisée. La caractéristique connue du produit sont la teneur en eau rajoutée nécessaire pour obtenir une fluidité donnée (pour ne pas obstruer la canalisation d'alimentation de la cabine de dépôt électrostatique).

Il apparaît que la quantité d'eau qu'il est nécessaire d'ajouter au produit pur pour satisfaire aux instructions de travail n'est pas la même selon les lots,





mais nous n'avons pas mis en évidence de lien direct avec l'apparition des défauts. Des analyses chimiques du produit, effectuées sur des échantillons prélevés dans les pots, ont montré que les oxydes métalliques principaux sont la silice, l'alumine et l'oxyde de bore. Les analyses effectuées durant ces dix dernières années, sur différents lots, montrent une variation de composition. Le Tableau 2-1 présente la plage de concentration des oxydes qui constituent le produit. Nous avons divisé les concentrations massiques par la valeur maximale de silice observée. Les variations les plus importantes concernent la silice, au détriment des autres oxydes formateurs (alumine et oxyde de bore) ainsi que des oxydes modificateurs.

oxyde	Plage de concentration massique (/conc. max)	Variation maximale en %
SiO ₂	0,536 à 1	32,33
Al_2O_3	0,821 à 0,964	6,95
TiO ₂	7,1 10 ⁻⁴ à 2,85 10 ⁻³	61,9
Fe_2O_3	$1,07 \ 10^{-3}$ à $1,07 \ 10^{-2}$	83,3
CaO	0,125 à 0,168	17,42
MgO	7,14 10^{-3} à 2,14 10^{-2}	40,8
K ₂ O	0,178 à 0,25	12,66
Na ₂ O	0,286 à 0,339	9
B_2O_3	0,839 à 0,946	4,69
P_2O_5	7,14 10^{-4} à 2,14 10^{-3}	81,81

Tableau 2-1 : Plage de concentration des différents oxydes et variation maximale observée

D'après l'étude bibliographique, nous savons que la composition chimique d'un verre influence très fortement son comportement rhéologique. En utilisant le modèle de Feng [14], décrit dans le premier chapitre, nous avons observé une élévation de viscosité de 13% à 700°C et de 21% à 940°C entre les deux compositions extrêmes en terme de concentration de silice (Figure 2-1). Il semble donc impératif de stabiliser la composition de l'émail et de vérifier le produit régulièrement.









Figure 2-1: Effet de la température et de la composition chimique sur la rhéologie de l'émail Snecma selon le modèle de Feng

2.1.2.2 Morphologie après dépôt

Nous allons à présent nous intéresser à l'état du revêtement après dépôt sur les pièces de production. Après un dépôt de carbone en surface, pour éviter les phénomènes de charge sur notre produit (non conducteur), nous avons pu observer l'émail au microscope électronique à balayage (MEB).



Figure 2-2 et Figure 2-3 : Observation MEB du dépôt d'émail cru à différents grossissements (5100 et 56400 respectivement)

On s'aperçoit ainsi que l'émail se présente sous une forme pulvérulente, et qu'il est en fait constitué d'une multitude de billes agglomérées dont la taille varie de la dizaine à la centaine de microns (*Figure 2-2*). La couche est donc tout à fait irrégulière. L'émail se caractérise également par la présence de porosités de surface (ou débouchantes) dont le diamètre varie de la dizaine à la centaine de microns. Il est évident que la porosité ne se résume pas à une





porosité de surface, mais correspond à une porosité en volume. La Figure 2-3, montre que les billes sont composées d'éclats de verres ou de paillettes, dont la taille varie du dixième de micron à la dizaine de microns. Nous avons pu constater, à plus forts grossissements, la présence de corps organiques qui assurent la cohésion du produit après dépôt. Il s'agit vraisemblablement de liants et plastifiants [1].

2.1.2.3 Évolution de morphologie en cours de chauffe

Notre MEB environnemental est équipé d'une platine chauffante. Ce dispositif permet d'élever la température de l'échantillon à plus de 1000°C in situ, permettant de les observer à différents stades de la montée en température, au cours du maintien et pendant le refroidissement. L'appareil, ne peut accepter toutefois que des échantillons de dimensions inférieures à 5 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur. Pour des tailles aussi petites d'échantillons, nous ne pouvons pas effectuer de dépôt de façon classique. Nous avons donc collé les échantillons sur des pièces de production que nous avons fait revêtir.

Le principe est de porter l'échantillon revêtu à la température désirée dans l'enceinte du MEB. Ces expériences ont été effectuées sous atmosphère contrôlée (hélium et hydrogène). Nous avons effectué les paliers de température suivants :

- <u>Palier à 200°C pendant 15 minutes :</u> pour évacuer l'eau contenue dans le dépôt
- <u>Palier à 600°C pendant 15 minutes :</u> pour éliminer les agents organiques
- <u>Palier à 800°C pendant 5 minutes :</u> précautions pour la sauvegarde de l'instrumentation du MEB (canon à électron)
- <u>Palier à 940°C pendant 45 minutes :</u> pour visualiser la capacité de l'émail à former un corps homogène
- <u>Descente jusqu'à l'ambiante en 30 minutes :</u> observation de l'état du revêtement cuit après refroidissement

Nous avons pris des photographies de l'émail en une zone précise durant toutes ces phases (*Figure 2-4*).







Figure 2-4 : Traitement thermique de l'échantillon, prises de vues

Nous avons pris soin de repérer la position de l'échantillon, afin d'être sûr de rester dans la zone d'étude durant la chauffe. Par précaution, les images étaient prises après quelques minutes de maintien à la température décidée hormis lors du maintien à 940°C. En effet, tout dégazage du revêtement en cours de chauffe aurait pu contaminer le canon à électrons.

Nous n'avons constaté aucun effet apparent du maintien à 200° C (*Figure* 2-5), par contre, à 600° C, nous avons observé un "ramollissement" du verre se traduisant par un émoussement des arêtes d'éclats de verre (*Figure* 2-6). Le grossissement étant insuffisant sur les figures, nous n'observons qu'une modification des conglomérats d'éclats de verre, paraissant s'arrondir.



Figure 2-5 et Figure 2-6 : Clichés de l'émail à 200°C et à 600°C respectivement





Nous avons effectué un dernier préchauffage à 800° C par simple précaution. Nous avons par la suite atteint une température de 940° C. On observe durant les 25 premières minutes(*Figure 2-7* et *Figure 2-8*) un lissage progressif de la surface du produit.



Figure 2-7 et Figure 2-8 : Morphologie après 10 minutes et après 25 minutes de maintien à 940°C

Ensuite, l'état de surface du verre n'évolue plus durant toute la fin du temps de maintien ou lors du refroidissement. On voit ainsi que la surface de l'émail cuit à 940°C reste irrégulière, comprenant encore quelques porosités débouchantes. Ces observations sont intéressantes puisque nous pouvons dire que la morphologie observée après refroidissement correspond à celle observée à haute température.

2.1.2.4 Détermination des propriétés thermophysiques à chaud

Les laboratoires du site de Snecma Moteurs Villaroche ont effectué une mesure de la densité, de la chaleur massique et de la diffusivité thermique de l'émail [23].

<u>La densité</u>

Nous nous sommes intéressés à cette caractéristique du dépôt dans le but de pouvoir estimer la perte d'épaisseur du produit en cours de cuisson. Les mesures ont été effectuées par prélèvement d'émail cru sur des pièces revêtues, compactage sous forme d'échantillon cylindrique (diamètre 5,1 mm; hauteur 17 mm environ), puis cuisson à 1000°C. La densité avant et après cuisson est déduite d'une pesée et de la mesure des dimensions de l'échantillon avant et après cuisson (première série). La masse des échantillons a varié en cours de cuisson, ce qui nous a permis d'estimer la perte au feu du produit ou la proportion de produit qui disparaît en cours de chauffe. Nous avons trouvé une perte au feu allant de 17 à 20 %.

Nous avons également préparé un échantillon d'émail massif et cuit, à partir du produit brut (fournisseur) par préchauffage à une température inférieure à 1000°C pour effectuer une deuxième série de mesure. Il s'agit donc de valeurs indicatives, qui ne correspondent pas forcément aux densités de l'émail cru ou cuit sous forme de film. A titre indicatif la densité du verre massif





correspondant aux compositions mesurées peut être estimée à 3,88 selon les données du tableau 2-4. Le produit cru a une densité très faible 0,795, valeur qui s'explique par sa porosité et la présence des produits organiques.

La densité du produit cuit dépend de la façon de préparer les échantillons, mais reste toujours nettement inférieure à la valeur de 3,88 (*Tableau 2-2*) : cette différence est vraisemblablement due à la présence d'une porosité résiduelle et des produits de décomposition des composants organiques. Au total, lors de la cuisson, la densité est multipliée par un facteur de l'ordre de 2 - 2,4. Ces variations de densité sont très importantes car elles vont nous permettre d'estimer la perte d'épaisseur du dépôt sur les pièces lors de la cuisson. Nous pouvons prédire alors que l'épaisseur mesurée après dépôt diminuera d'un facteur allant de 2 à 2,4 lors de la cuisson.

	Après dépôt	Après cuisson		
		Première série	Deuxième série	
Densité	0.795	1.45	1.9	
Incertitude	± 0.067	± 0.03	± 0.05	

Tableau 2-2 : Mesure de densité d'échantillons massifs d'émail cuit et cru

- La chaleur massique (C_p)

Les mesures sont effectuées sur un calorimètre différentiel SETARAM HTC. La méthode utilisée est la méthode étagée avec une vitesse de montée en température de 3°C/minute et des paliers de maintien de 30 minutes tous les 50°C. Les essais sont réalisés sous balayage d'hélium. Pour ces essais, la matière première est à nouveau du revêtement cru (en poudre) prélevé sur les pièces de production. La *Figure 2-9* présente les résultats obtenus : nous avons simplement divisé les valeurs expérimentales par la valeur maximale.



Figure 2-9 : Evolution de la chaleur massique apparente d'échantillons massifs de revêtement cru et cuit avec la température





Dans un premier temps, les mesures brutes montrent trois pics endothermiques à 100°C, 280°C et 380°C qui peuvent être associés à l'élimination successive d'eau, puis des agents organiques. Ensuite la chaleur massique apparente de l'émail augmente avec la température jusqu'à une valeur maximale atteinte à 800°C. Les valeurs sont proches de celles des verres [10] sauf peut-être au niveau du pic à 800°C. À partir du pic de 380°C, il est donc probable que les valeurs soient celles du verre seul. La courbe nous permet donc d'estimer de façon grossière la température de transition vitreuse : Elle se situe entre 460 à 575 °C. En ce qui concerne le dernier pic observé à 800°C, Zarzycki [10] l'attribue à un artéfact dû au dispositif expérimental et au fluage du verre lors de son ramollissement.

A titre de comparaison, nous présentons la courbe attendue pour un verre « pur » [10] construite à partir de la *Figure 2-10* relative à des mesures sur divers verres : selon les verres, des pics peuvent apparaître en début ou en fin du changement de pente induit par la transition vitreuse. Dans le cas de notre émail cru, un pic important apparaît en fin de montée en température, témoignant ainsi d'un fluage très important entre 800° C et 1000° C, qui est peut être induit par la perte de porosité du produit. Des mesures effectuées sur un produit cuit montrent en effet un comportement assez différent : la chaleur massique est relativement constante de 100° C jusqu'à 477° C, augmente entre 475 et 575° C ; ce qui confirme que dans cette plage se situe probablement la transition vitreuse, puis stagne à nouveau. On se rend alors compte que la chaleur massique de l'émail (Snecma Moteurs) cuit n'évolue que très peu avec la température.



Figure 2-10 : Courbes typiques de variation de chaleur massique avec la température [10].

<u>Diffusivité et conductivité thermique</u>

Les mesures de diffusivité ont été réalisées sur un diffusimètre SOPRA 1500 par méthode flash-laser. Les échantillons étaient composés d'un substrat de TA6V revêtu d'un film d'émail (épaisseur de 300 à 500 μ m après cuisson). Les échantillons ont été précuits entre 900 et 1000°C comme dans le procédé Snecma. Les échantillons étaient ensuite placés sous vide primaire et exposés à des paliers de température espacés de 100°C de 18°C à 1018°C. La conductivité thermique de l'émail k est déduite des mesures de diffusivité





thermique(a), de la densité (ρ) et de la chaleur masique (C_p) à l'aide de la formule (**2.1**), et ce, pour chaque température d'essai.

$$k = \rho C_p a \tag{2.1}$$

Nous obtenons les résultats suivants (Figure 2-11).



Figure 2-11 : Mesures de conductivité thermique du film de l'émail Snecma cuit en fonction de la température

Nous avons estimé la conductivité thermique de l'émail à 20°C à l'aide des données du tableau 2-4. Nous constatons que la valeur expérimentale est proche de celle estimée à partir de la teneur en oxydes métalliques. L'influence des agents organiques sur la conductivité thermique de l'émail cuit se révèle donc faible.

2.1.2.5 Morphologie du produit après chauffe et refroidissement

Nous avons cherché à caractériser le produit après chauffe et refroidissement et à définir un critère de qualité. Comme nous l'avons vu précédemment, la morphologie de l'émail n'évolue pas au cours du refroidissement, laissant ainsi apparentes les porosités débouchantes. La rugosité de l'émail après cuisson et refroidissement pourrait donc être un paramètre représentatif de sa qualité. Des mesures de rugosité ont alors été effectuées ainsi que des observations au MEB.

- <u>Mesures de rugosité</u>

Nous avons revêtu des échantillons cylindriques en TA6V bruts d'usinage (hauteur : 21,6 mm et rayon 7,5 mm) puis nous les avons précuits à 940°C pendant 30 min. Les mesures de rugosité ont été réalisées sur la surface plane des échantillons à l'aide d'un rugosimètre à palpeur mécanique. Nous avons effectué ces mesures sur des surfaces de 16 mm², sur 8 échantillons et avec quatre lots d'émail différents. Sur les quatre lots étudiés, un lot (lot 4) a donné lieu à des défauts de type lézard sur pièces lors du matriçage finition. Les résultats sont regroupés dans le *Tableau 2-3*.





Lot 1		Lo	Dt 2 Lot 3		Lot 3 Lot 4		t 4
Ra moy	Rt moy	Ra moy	Rt moy	Ra moy	Rt moy	Ra moy	Rt moy
13,6328	99,4285	6,56857	46,8	6,22933	47,64	14,5714	96,1857

Tableau 2-3 : Rugosités moyennes (Ra en μm) et maximales (Rt en μm) pour 4 lots d'émail cuit (épaisseur de dépôt de 150 μm)

Deux lots d'émail donnent des rugosités moyennes et totales très importantes (lot 1 et lot 4) tandis que les autres lots présentent une rugosité après refroidissement nettement plus faible. Nous considérons donc que les « bonnes » rugosités doivent être inférieures à 7 μ m pour la rugosité moyenne et inférieures à 50 μ m pour les rugosités maximales. En effet, le lot ayant entraîné des défauts sur pièces est le lot 4. Mais le cas du lot 1 n'ayant pas entraîné de défauts malgré une très forte rugosité montre que ce paramètre n'est pas caractéristique de l'apparition du défaut Une analyse chimique de ces lots n'a pas montré de différences significatives de compositions chimique ou de perte au feu (perte au feu variant de 12 à 15 %). L'origine de ces différences de rugosités, qui peut traduire une forte porosité résiduelle de l'émail cuit, reste indéterminée. D'autres facteurs sont visiblement en cause dans l'apparition des défauts puisque cette condition n'est ni nécessaire, ni suffisante.

- <u>Observations MEB</u>

Nous avons effectué une observation en coupe des échantillons, ainsi qu'en surface. La couche d'émail, pour les échantillons observés, est irrégulière et présente une multitude de fissures longitudinales et allongées dont la largeur varie de 1 à 5 μ m (*Figure 2-12*). Nous avons également observé des bulles dans l'épaisseur d'émail dont le diamètre varie entre une dizaine et plusieurs dizaines de microns (*Figure 2-13*).



Figure 2-12 et Figure 2-13 : Présence de fissures et de bulles dans l'épaisseur d'émail (lot 1)

Comme nous l'avons précisé dans le chapitre introductif, l'émail doit protéger mécaniquement les outils d'un contact éventuel et isoler chimiquement les pièces (de l'oxygène et de l'hydrogène). Nous avons donc étudié l'influence de l'épaisseur d'émail et de l'environnement sur la





profondeur de contamination en oxygène du TA6V ou la concentration d'hydrogène de l'alliage.

2.1.2.6 Rôle de protection chimique

Selon l'étude bibliographique, une augmentation de la teneur en oxygène dans l'alliage de TA6V se traduit par une augmentation de la proportion de phase alpha dans le métal, donc de sa dureté et de ses propriétés mécaniques. L'hydrogène induit en revanche une fragilisation de l'alliage ([7] et [8]). Nous avons donc réalisé différents essais à 20°C sur des pièces revêtues avec différentes épaisseurs d'émail, et chauffées, puis refroidies sous air ou sous vide, afin d'en vérifier l'impact sur la contamination par l'oxygène ou l'hydrogène. Le cycle thermique pour les six échantillons était :

- 30°C/min jusqu'à 935°C
- 1°C/min de 935°C jusqu'à 940°C
- Un palier de 45 min à 940°C
- Refroidissement jusqu'à 300°C four éteint

La nature des échantillons et les conditions expérimentales sont exposées dans le Tableau 2-4.

N° échantillon	Épaisseur d'émail cru	Environnement lors du traitement thermique
1	Pas d'émail	
2	50 µm	Vide
3	150 µm	
4	Pas d'émail	
5	50 µm	Air
6	150 µm	

Tableau 2-	4 :	Nature	des	échantillons	testés	à	$20^{\circ}C$
------------	-----	--------	-----	--------------	--------	---	---------------

- <u>Contamination par l'oxygène</u>

Nous avons effectué des mesures de microdureté en des points espacés de $25 \,\mu\text{m}$ de la surface libre vers le cœur de l'échantillon. La variation de microdureté nous donne ainsi la profondeur de contamination par l'oxygène. La force appliquée est de 200 gf, et est maintenue pendant 15 secondes. Nous avons pris soin d'espacer les empreintes afin de ne pas engendrer de perturbations (distance entre les empreintes minimale de 3 fois le diamètre de l'empreinte) [24].

Après mesure, nous avons comparé les courbes de dureté pour déterminer la profondeur de contamination en oxygène ainsi que le rôle protecteur de l'émail. La *Figure 2-14* présente les résultats obtenus.







Figure 2-14 : Courbes de micro-dureté du TA6V de la surface libre jusqu'au cœuret détermination de la profondeur de contamination

L'absence d'émail n'a pas eu les mêmes conséquences pour les traitements sous vide et à l'air. Sous vide, il n'y a pas eu de contamination, tandis que sous air, il y a eu oxydation sur un dixième de millimètre puis contamination de l'alliage sur deux dixièmes de millimètre. En revanche, pour les échantillons revêtus, nous n'observons pas de différences significatives entre les courbes obtenues sous vide et à l'air. L'émail empêche donc toute diffusion significative de l'oxygène de l'atmosphère à la surface du TA6V. Par contre, on observe une diffusion d'oxygène de l'émail dans le TA6V sur une profondeur de l'ordre de 150 µm. Nous pouvons ainsi conclure que l'émail isole bien la pièce de l'air et la protège très efficacement de l'oxydation, mais produit une légère contamination superficielle de l'alliage. Nous avons par la suite essayé de simplifier cette méthode. L'idée était de corréler la profondeur de contamination avec la profondeur de métal dans laquelle la phase alpha était seule présente. Il s'avère que la profondeur ainsi déterminée, par simple observation au microscope (après polissage et attaque au réactif de Kroll), sous-estime la profondeur déterminée par la première

- <u>Contamination par l'hydrogène</u>

méthode et n'est donc pas une méthode à retenir.

Pour cette étude, nous avons utilisé la « méthode de l'onglet ». Cela consiste à prélever un peu de métal, et à quantifier l'hydrogène dissous dans l'alliage avec un appareillage spécial (Juwe HMAT 2500). Le tableau suivant fournit les teneurs mesurées (Tableau 2-5). On constate que pour le traitement sous air, la contamination par hydrogène semble indépendante de l'épaisseur d'émail. Sous vide, la contamination est nettement plus faible en absence





Teneur en Hydrogène	Épaisseur d'émail	Environnement
2-11 ± 6 ppm	Pas d'émail	
19-24 ± 6 ppm	50 µm	Vide
20-27 ± 6 ppm	150 µm	
37-41 ± 6 ppm	Pas d'émail	
27-36 ± 6 ppm	50 µm	Air
38-45 ± 6 ppm	150 µm	

d'émail, mais augmente en présence d'émail, tout en restant inférieure à celle induite par le traitement sous air.

Tableau 2-5 : Résultats du test de l'onglet

Nous pouvons alors conclure que l'émail ne protège absolument pas le TA6V de la contamination par l'hydrogène et en outre comme dans le cas de l'oxygène peut constituer un léger apport supplémentaire du fait de la présence d'agents organiques.

2.1.3 Discussion

Nous avons donc défini quelques tests à chaque étape du procédé nous permettant de caractériser un émail. Nous en retirons une meilleure connaissance de notre produit et quelques informations intéressantes sur ses états successifs au cours du procédé. Le produit cru se caractérise par une très faible densité, caractéristique de sa porosité et de la présence des composés organiques. Nous avons montré que la chauffe s'accompagne d'une évolution marquée du produit, avec notamment une forte augmentation de sa densité (facteur 2 à 2,4) et qu'un maintien à la température finale de chauffe est nécessaire pour obtenir l'état de surface final de l'émail, mais ne permet pas de supprimer totalement les porosités du revêtement : l'émail cuit présente une forte rugosité et renferme des fissures et des bulles de gaz dans son épaisseur. Le produit cuit a néanmoins des caractéristiques thermophysiques (k, C) comparables à celles du verre contenant les mêmes proportions d'oxydes métalliques. L'influence des résidus de décomposition des composants organiques semble donc faible, si l'on excepte la densité finale. Nous avons situé sa plage de transition vitreuse entre 475 et 575°C.

Malgré des différences marquées en terme de rugosité moyenne et maximale entre différents lots après chauffe et refroidissement, il n'apparaît pas que la rugosité soit à l'origine de l'apparition des défauts de type lézard. Nous verrons, dans le prochain chapitre, l'influence du lot sur les mesures de viscosité à chaud. Il apparaît que l'émail protège les pièces du phénomène d'oxydation (phénomène néfaste) mais ne les protège pas de la contamination par l'oxygène, car il produit un apport d'oxygène et d'hydrogène. Enfin, une dernière observation faite par les chefs d'équipe permet de montrer le rôle d'écran mécanique de l'émail : les zones sans émail d'une pièce (du fait du dispositif d'accrochage des pièces en cabine de dépôt) produisent une usure importante des matrices.



2.2 Comportement de l'émail pendant le matriçage finition

d'aubes

Nous allons, dans cette section, présenter la procédure définie pour étudier le comportement du revêtement dans le procédé de matriçage finition. Nous présentons par la suite les mesures d'épaisseur de revêtement après dépôt et après matriçage. Nous terminons par une synthèse des observations effectuées.

2.2.1 Conditions de matriçage

Le matriçage finition des aubes en TA6V comporte plusieurs phases. La première est le dépôt d'un revêtement d'émail sur les ébauches. Par la suite, ces ébauches sont chauffées à 940°C pendant un temps allant de 30 à 90 min. Pour finir, les pièces sont matricées sous une presse de 8000 tonnes à une vitesse d'écrasement de l'ordre de 500 mm/s : la durée du forgeage est donc très brève, de l'ordre de 0,05s. Afin de mieux appréhender la lubrification de ce procédé, nous avons effectué un suivi de pièces de production.

2.2.1.1 Principe de l'étude

L'idée est de réunir le maximum d'informations sur les pièces avant dépôt (rugosité du métal), après dépôt (mesure de l'épaisseur de revêtement) ainsi que pendant et après frappe (température des outils, de la pièce et épaisseur restante sur les pièces). En sortie de presse, nous nous intéressons donc à deux aspects :

- Apparition de défauts de type lézard sur les pièces

- Épaisseur finale du revêtement après forgeage

Les mesures effectuées au stade final du procédé de matriçage finition doivent nous permettre de comprendre ou de déterminer les paramètres influençant l'apparition des défauts et le déplacement de l'émail induit par les fortes déformations du métal.

Nous avons donc effectué un relevé de rugosité sur les ébauches en 9 points par face avant dépôt en utilisant un rugosimètre portable. Nous avons mesuré l'épaisseur de revêtement sur les pièces en 25 points de chaque face des pièces, à l'aide d'un isoscope (principe des courants de Foucault). Le nombre de points est supérieur à celui défini dans les instructions de travail du poste de dépôt afin d'avoir une représentation plus détaillée de la répartition de revêtement sur les pièces. Nous avons divisé les deux faces des pièces en 25 zones de mesure, comme le montre la *Figure 2-15*.







Figure 2-15 : Position des points de mesure des épaisseurs d'émail avant et après forgeage (le côté extrados est en contact avec la matrice inférieure)

Pour la mesure de la température de la matrice inférieure, nous nous sommes servis d'une caméra infrarouge dont la plage de mesure s'étend de 20 à 700°C. Cette plage de variation explique les courbes écrêtées que nous présentons par la suite. La température des pièces, avant et après frappe, a, quant à elle, été déterminée à l'aide d'un pyromètre à visée laser.

2.2.1.2 Mesures de rugosité

D'après l'étude bibliographique, la rugosité du métal que l'on met en forme et celle de l'outillage conditionne le mode de lubrification [15]. Les outils sont polis lors de leur première mise en service, et sont retouchés dès qu'il y a des problèmes de géométrie au niveau des pièces ou lorsque se produit une usure prononcée des outillages (arrachement de matière). Les outils utilisés au cours de cette étude étaient en cours de campagne, mais nous considérons que leur rugosité est restée très faible. Nous avons effectué des mesures de rugosité sur plusieurs séries d'ébauches et différentes références avant le dépôt de revêtement dans le sens de déplacement du métal (partant du maître couple vers le bord d'attaque ou de fuite) ainsi que dans le sens perpendiculaire. Nous avons privilégié les mesures dans la zone оù apparaissent classiquement les défauts. La Figure 2-16 présente les résultats obtenus. Nous pouvons observer que la rugosité moyenne varie entre 1 et 3 µm sur toute la surface des ébauches, hormis pour la zone pied de pale, extrados où la rugosité peut atteindre 5 µm. Sur les pièces étudiées, les variations d'une pièce à l'autre sont minimes (30 % en pied de pale extrados et 20 % sur le reste de la pale). En ce qui concerne les mesures en pied de pale extrados, il est important de stipuler que cette zone est souvent sujette à des usinages manuels, qui sont à l'origine des fortes rugosités sur quelques pièces. Nous considèrerons désormais qu'une rugosité "normale" se situe





entre 1 et 2 μ m, une rugosité faible est inférieure à 1 μ m et une rugosité forte est supérieure à 2 μ m.



Figure 2-16 : Rugosité moyenne en différents points de l'ébauche

2.2.1.3 Mesure de température de l'outil inférieur et des pièces

- <u>Température de l'outil inférieur</u>

Nous avons effectué des relevés de température de la matrice inférieure durant les campagnes de matriçage finition. Ces acquisitions thermiques avaient deux buts principaux :

- Améliorer notre connaissance du procédé.
- Essayer de corréler l'apparition des défauts avec ce paramètre

En effet, la rhéologie de l'émail est fortement dépendante de la température des pièces et des outils. La température de l'outil peut donc influencer le déplacement du revêtement au cours de l'opération de matriçage. De plus, l'outil inférieur est en contact avec la pièce pendant quelques secondes, lors de la phase d'attente. Sa température conditionne ainsi la cinétique de refroidissement de la pièce en attente.

Nous avons effectué des acquisitions thermiques pour un grand nombre de pièces, de deux références. Nous avons noté une bonne répétitivité des mesures. La *Figure 2-17* présente les résultats types de variation de la température de la matrice inférieure durant une fournée de 11 pièces. Nous distinguons bien les moments où le graphite est déposé, causant alors une chute de la température superficielle, ainsi que les moments de réception pièce (pic de température).







Figure 2-17 : Variation de température de l'outil inférieur (côté extrados des pièces) pendant une série de matriçages

La température de l'outil inférieur, au moment de la réception des pièces, fluctue de quelques degrés en cours de la série des 11 matriçages. A noter que la lubrification des outils est effectuée avec un mélange graphite/eau qui est à température ambiante. Afin de bien lubrifier le matriçage, il est nécessaire de faire 2 passages doubles avec le robot de dépôt de graphite, ce qui refroidit quatre fois le point mesuré. Nous avons mesuré des températures de l'ordre de 200°C en fin de fournée. Il nous reste cependant à étudier si la température de l'outil inférieur a une incidence directe sur l'apparition ou non de défauts et/ou l'évolution de la répartition de l'émail autour de la pièce au cours de sa déformation.

- <u>Température des pièces</u>

Les température des pièces avant et après frappe ont été mesurées à l'aide d'un pyromètre optique. La *Figure 2-18* présente les températures de la surface supérieure des pièces (intrados) en milieu de pale, au niveau du maître couple, ainsi que la température de la bavure en pied de pale. Les températures présentées, comme dans le cas des mesures sur l'outil inférieur, sont des température d'extrême surface. La température au cœur de la pièce est certainement plus élevée, mais l'écart est probablement plus important après frappe (température liée à la déformation, au frottement et aux transferts par conduction vers les outils) qu'avant frappe (température liée au transfert par rayonnement principalement).







Figure 2-18 : Variation de température de la surface supérieure des pièces (côté intrados) avant et après frappe

La température superficielle des pièces avant frappe est très stable sur les deux séries et se situe aux alentours de 870°C à 10°C près. L'ébauche perd donc en surface environ 70°C entre la sortie du four et le début du matricage. En revanche, après frappe la température superficielle des pièces en dehors de la bavure est inférieure et moins stable, variant de 800 à 855°C. Il faut être prudent en ce qui concerne la valeur minimale de 800°C. En effet, la mesure étant effectuée dès l'ouverture du bâti, il se peut que cette température ne corresponde pas à la réalité, mais à une erreur de mesure. Fait assez peu surprenant, la déformation plastique élevée qui donne lieu à la formation de la bavure entraîne une augmentation importante de la température [21]. Cette augmentation de température locale (au niveau du cordon de bavure) peut entraîner un comportement différent de l'émail en fin de forgeage. En effet, si température superficielle augmente, la viscosité de l'émail chute 1a considérablement, ce qui peut induire une instabilité de l'écoulement de l'émail.

2.2.2 Mesure des épaisseurs de revêtement après dépôt

Le but de ces mesures est d'essayer de corréler la répartition initiale d'émail avec la répartition finale (que nous verrons plus loin) ou l'apparition des défauts. Nous avons effectué de nombreuses mesures, sur différentes références de pièces, de l'épaisseur du dépôt de revêtement. L'incertitude des mesures est de l'ordre de 15 μ m pour une épaisseur initiale de l'ordre de 100 μ m. D'une série à l'autre, on observe en moyenne les mêmes résultats. On remarque en premier lieu, sur la *Figure 2-19*, que la méthode de dépôt induit de fortes hétérogénéités d'épaisseur du revêtement [22]. Les pics que nous pouvons observer au niveau du bord d'attaque (BA) et de fuite (BF) témoignent d'un effet de bord important, dû au procédé de dépôt (champ





électrostatique). En effet, les zones aux bords de la pièce sont plus revêtues que les zones situées au niveau du maître couple (au centre).



Figure 2-19 : Répartition initiale du revêtement (moyenne sur une série)

Il semble que du côté extrados, les effets de bord en pied de pale soient plus importants, car l'épaisseur minimale observée sur les deux séries est supérieure à l'instruction de travail (une centaine de microns). Nous pouvons également noter que les répartitions d'émail sont très différentes du côté extrados et du côté intrados. Nous avons ainsi, en pied de pale, des épaisseurs supérieures côté extrados à celles du côté intrados. Cette différence a tendance à diminuer lorsque l'on se déplace vers le haut de pale. Il semble que la façon d'introduire la pièce dans la cabine de dépôt (bord d'attaque ou bord de fuite exposé en premier) influence les répartitions observées. En effet, le temps d'exposition de ces zones dans la cabine est plus important que les autres.

2.2.3 Mesure des épaisseurs résiduelles d'émail et observation des défauts

<u>Mesure d'épaisseur résiduelle</u>

Nous avons effectué des mesures analogues à celles réalisées après dépôt. Ces mesures ont été effectuées avec l'isoscope; elles ont été validées par comparaison avec des mesures effectuées par découpe d'échantillons, enrobage et observation métallographique. On peut estimer l'incertitude à ± 5 µm pour une épaisseur de 30 µm. Nous avons conservé les 25 points de mesure par face, que nous avons répartis de façon homogène sur la hauteur et la largeur de la pièce en sortie de matriçage finition. La variation de hauteur de la pièce est négligeable, ce qui nous permet de conserver les mêmes lignes







de mesure, en redistribuant les points sur la largeur de la pièce. La Figure 2-20 montre les courbes de répartition obtenues.

Figure 2-20 : Répartition finale d'émail sur les pièces

Nous remarquons sur cette figure, que l'épaisseur après frappe est approximativement égale à l'épaisseur déposée, au facteur de réduction près dû à la cuisson : en moyenne, il n'y a donc pas de redistribution marquée d'émail autour de la pièce. Toutefois, les épaisseurs résiduelles mesurées sont plus importantes au niveau du maître couple et diminuent lorsque l'on se rapproche des bords d'attaque ou de fuite. Par ailleurs, l'épaisseur mesurée en pied de pale est nettement plus importante que sur le reste de la pièce, et sa répartition sur la largeur est inversée : le maximum est situé plutôt en bord de pale. Nous pouvons aussi observer une diminution de l'épaisseur lorsque nous nous déplaçons vers le haut de pale. L'épaisseur est restée, en pied de pale, plus importante, mais l'écart entre l'extrados et l'intrados a fortement diminué.

Le pied de pale ne s'étirant absolument pas (puisqu'il est bloqué par les outils inférieurs et supérieurs), la matière ne s'y déplace que dans la direction perpendiculaire au maître couple, tandis qu'en haut de pale, la matière se directions conjointement (perpendiculairement déplace dans deux et parallèlement au maître couple). Nous pouvons raisonnablement penser qu'en pied de pale nous nous trouvons dans un cas de déformation plane. Le déplacement de matière est donc probablement à l'origine des cartographies d'épaisseur de revêtement observées en sortie de presse, et notamment à l'origine de la diminution globale d'épaisseur observée lorsque l'on se déplace du pied de pale vers le haut de pale. Par ailleurs, les bords d'attaque et de fuite sont sujets à de plus grands écrasements que la zone du maître



couple, ce qui entraîne une réduction des épaisseurs sur les points extérieurs de la pièce.

- Observation des défauts (deux références)

Lors d'une première étude, sur 100 pièces observées, 20 pièces comportaient le défaut. Ces défauts (de type lézard) se situaient en pied de pale du côté extrados (entre les deux premières zones de mesure, du côté de l'outil inférieur). Du fait du caractère imprévisible de l'apparition du défaut et de la grande quantité de mesures, nous avons choisi de suivre une pièce sur cinq. Nous avons donc effectué un relevé des différents paramètres qui semblent importants : température de la matrice inférieure, épaisseur initiale de dépôt, rugosité des pièces. Les défauts de type lézard sont des incrustations de verre dans le titane, ce qui amène à penser qu'une surépaisseur d'émail entraîne ce type de défaut. Il faut noter que la zone d'apparition du défaut (extrados- pied de pale) correspond bien à la zone de plus forte épaisseur du dépôt (figure 3-17). Cependant, nous n'avons pas trouvé de défaut sur des pièces globalement trop revêtues dans cette zone (plus de 200 µm de revêtement cru), mais sur des pièces dont l'épaisseur, plus faible, correspondait aux instructions de travail. Nous n'avons pas décelé par ailleurs la moindre correspondance entre les autres paramètres mesurés (et leur variation) et l'apparition des défauts de type lézard, mais il faut noter que les températures d'outil mesurées sont celles du côté intrados, opposé au côté du défaut.

Une nouvelle étude, réalisée dans le cadre d'un stage à Snecma Moteurs [25], sur une pièce différente, a montré que la température de l'outil côté défaut pouvait avoir une incidence. En effet, on mesure toujours la température de l'outil inférieur, mais qui correspond, cette fois, au côté de la pièce (intrados) où apparaît le défaut qui est situé en haut de pale (*Tableau 2-6*). Il apparaît ainsi que cette température conditionne bien l'apparition des défauts. En effet, si la température de l'outil est supérieure à 220°C, les défauts apparaissent sur les pièces (avec une exception, mais qui peut s'expliquer par le fait que l'épaisseur d'émail est plus faible) alors qu'en dessous de cette valeur, les pièces ne présentent pas de défauts malgré des épaisseurs d'émail importantes.

Epaisseur d'émail cru dans la zone du défaut (côté intrados)	T° outil inférieur (côté intrados)	Défaut lézard
234 µm	211,3 °C	non
204 µm	216,8 °C	non
205,6 µm	220,2 °C	oui
222,4 µm	221 °C	oui
-	221,5	oui
-	224,8	oui
232 µm	228,6 °C	oui
192 µm	229,5°C	non
_	229,6	oui

Tableau 2-6 : Corrélation température outil/épaisseur d'émail/défaut





Cette étude du procédé matriçage finition des aubes Fans en TA6V nous a permis de déterminer les paramètres importants du procédé. L'épaisseur d'émail (paramètre intuitif) ne semble pas le paramètre déterminant à lui tout seul puisque nous avons montré que le défaut n'apparaît pour de fortes épaisseurs d'émail (200-230µm) que pour une température d'outil supérieure à 220°C. En revanche, la rugosité du métal ou la température des pièces avant et après frappe semblent avoir peu d'influence sur l'apparition des défauts de type Lézard. Néanmoins, l'étude sur pièces s'avérant difficile et coûteuse, nous avons réalisé des essais sur des éprouvettes de forme plus simple sur une presse industrielle de moindre capacité, pour notamment étudier plus commodément l'influence d'autres paramètres.

2.3 Essais de simulation « soucoupe »

Une pré-étude effectuée par un stagiaire a montré qu'il était possible de reproduire les défauts de type lézard en forgeant une éprouvette en forme de soucoupe. Cela signifie que le matriçage entre tas plats de cette éprouvette présente des similitudes avec le matriçage finition d'aubes, du moins au niveau du comportement de l'émail. Nous commençons par présenter la géométrie de l'éprouvette, les essais préliminaires effectués ainsi que le plan d'expérience réalisé dans le but de déterminer l'origine de l'apparition des défauts. Nous terminons par une présentation des résultats ainsi qu'une discussion.

2.3.1 Essais préliminaires

2.3.1.1 Géométrie et objectif des essais

La Figure 2-21 présente la géométrie de l'éprouvette utilisée. Il s'agit d'une éprouvette axisymétrique, dont l'épaisseur est maximale, égale à 12 mm, sur un disque central de 10 mm et décroît linéairement vers le bord où elle vaut 4 mm à 46,5 mm de l'axe. Au-delà, elle comporte une bavure de 1 mm d'épaisseur et de 20 mm de largeur. L'écrasement s'effectue entre outils plats, produisant ainsi une mise en contact progressive du métal avec les outils comme dans le cas des aubes ; l'écrasement (course de l'outil) est au plus égal à 10 mm et ne concerne donc pas directement la bavure.



Figure 2-21 : Géométrie de l'éprouvette technologique

L'objectif de ces essais préliminaires est d'identifier les paramètres susceptibles de provoquer l'apparition des défauts sur les pièces et d'observer l'évolution de la répartition de l'émail en cours d'écrasement de l'éprouvette par l'intermédiaire d'essais interrompus.





2.3.1.2 Paramètres pris en compte, résultats

Nous avons ainsi fait varier la rugosité des pièces, l'épaisseur du revêtement, la quantité de lubrifiant graphité, la course de l'outil ainsi que la présence ou non de la bavure. Pour obtenir différentes rugosités, nous avons tonnelé (Ra<1) ou sablé (Ra>2) les pièces pour abaisser ou élever la rugosité classiquement observée (1 < Ra < 2). La quantité de lubrifiant déposée sur les outils était réglée par le nombre de passages du robot de lubrification. La hauteur d'écrasement des pièces a été déterminé par interposition de cales entre les tas supérieur et inférieur. Nous avons également étudié deux cas, le cas sans bavure et le cas avec bavure découpée régulièrement (8 découpes radiales). Le tableau suivant (*Tableau 2-7*) présente les différents paramètres ainsi que leurs différents niveaux lors de l'étude préliminaire. La température des outils n'a pas été délibérément modifiée et se situait aux alentours de 200° C. Les vitesses d'écrasement sont comparables à celles pratiquées lors du matriçage d'aubes, de l'ordre de 500 mm/s.

Paramètre	Rugosité du métal	Épaisseur d'émail (µm)	Quantité de graphite	Réduction de hauteur	Bavure
Nombre de niveaux	3	3	3	6	2
Modalité	Ra < 1 μm 1 < Ra < 2 Ra > 2 μm	50 100 150	Nulle 2 passages 4 passages	2 mm 4 mm 6 mm 8 mm 10 mm	- 8 découpes radiales - Sans bavure

Tableau 2-7 : paramètres des essais préliminaires

Nous allons tout d'abord nous intéresser aux effets de ces paramètres sur l'apparition des défauts, puis sur la distribution finale de l'émail. Chaque essai a été doublé, soit au total 2x25=50 essais : l'essai standard correspond à la rugosité moyenne, 100 µm de dépôt, 2 passages de lubrifiant, 10 mm d'écrasement et une bavure découpée. On a généralement fait varier chaque paramètre séparément à partir de la condition standard.





- <u>Position et amplitudes des défauts de type lézard</u>



Figure 2-22 : Emplacement des défauts sur la soucoupe avec bavure découpée

Ces pièces sont munies d'une bavure. Nous avions effectué 8 découpes radiales de cette bavure, afin de limiter son effet sur l'écoulement du métal. Néanmoins, on constate que les défauts de lézard apparaissent de façon préférentielle, en vis à vis de ces bavures, comme le montre la *Figure 2-22*, à une distance de l'ordre de 40 mm du bord de l'éprouvette. Mais il faut noter que pour les mêmes conditions de matriçage, l'éprouvette sans bavure comporte des défauts de lézards sur tout son pourtour à une distance de l'axe comparable : la bavure concentre les défauts de lézards, mais n'est pas en elle-même le facteur déterminant son apparition. En effet, lors de ces essais, seule l'épaisseur d'émail paraît déterminante pour l'apparition des défauts : dès que l'épaisseur dépasse 150 μ m, les défauts apparaissent de façon systématique tant sur la face supérieure que sur la face inférieure.

Ces conclusions sont en accord avec les examens sur pièce industrielle, puisque le seul facteur supplémentaire mis en évidence précédemment est la température des outils qui n'a pas été modifiée lors de ces essais. Nous avons toutefois remarqué que, pour une épaisseur d'émail de 150 μ m, une quantité de lubrifiant graphité importante couplée à une forte rugosité de l'ébauche avait tendance à diminuer la gravité des défauts. L'absence de lubrifiant sur les outils entraîne une qualité de surface des pièces très médiocre, avec des déchirures du métal entre les bavures. Nous ne pouvons cependant pas parler de défaut de type lézard.

- <u>Effets sur la distribution finale de l'émail</u>

Les mesures d'épaisseur ont été effectuées avec l'isoscope au centre de la pièce (point 1), et selon 4 rayons espacés de 90° à mi-rayon (points 2 à 5) et à la périphérie (points 6 à 9), avant et après matriçage (*Figure 2-23*).







Figure 2-23 : Localisation des points de mesure sur les éprouvettes (dessus et dessous)

L'épaisseur initiale, après dépôt sur les éprouvettes, est fortement asymétrique, du fait du procédé de dépôt. En revanche, après frappe, les distributions deviennent axisymétriques pour les épaisseurs initiales de 50 et 100 μ m. L'épaisseur initiale de l'émail influe directement sur la stabilité de l'émail : lorsque l'épaisseur dépasse 150 μ m, la distribution d'émail devient fluctuante et n'est plus axisymétrique.



Figure 2-24 et Figure 2-25 : Effet de l'épaisseur initiale sur la répartition finale pour un écrasement de 10 mm (points 2 à 5 à mi-rayon, points 6 à 9 au bord)

Nous pouvons remarquer que les épaisseurs au centre et à mi-rayon, pour les éprouvettes revêtues de 50 et 100 μ m, sont très voisines, mais elles diffèrent au bord de l'éprouvette. Il semble qu'il y ait une épaisseur maximale de piégeage au centre et à mi-rayon, et que l'excédent soit évacué sur les bords de l'éprouvette. En effet, on retrouve globalement plus d'émail à la périphérie de la pièce pour une épaisseur initiale de 100 μ m que pour une épaisseur initiale de 50 μ m. De plus l'observation macroscopique des éprouvettes révèle la présence de mélange émail/graphite en dehors du contact (à la base de la bavure) ce qui tend à renforcer l'hypothèse de l'évacuation de l'excès d'émail en cours de matriçage. Nous pouvons également noter, sur ces graphiques, la bonne correspondance entre le dessus et le dessous de l'éprouvette pour des épaisseurs de 50 et 100 μ m, ce qui tend à montrer que les effets thermiques dus à l'attente sur les outils sont négligeables .

La quantité de graphite seule ne semble conditionner que la qualité de surface de la pièce. En revanche, si nous considérons les essais réalisés dans les mêmes conditions (écrasement de 10 mm, bavure découpée) mais avec des épaisseurs de 150 μ m et une rugosité importante du métal, nous voyons une influence plus significative de la quantité de graphite (*Figure 2-25* et *Figure 2-26*): l'épaisseur de revêtement est plus forte que dans le cas





standard avec 100 μ m d'épaisseur initiale, mais la forte rugosité et la forte quantité de lubrifiant homogénéisent l'épaisseur à un rayon donné. Ces deux conditions de lubrification testées ont entraîné l'apparition de défauts de type lézard. Cependant, dans le cas où la rugosité et la lubrification sont plus importantes (4 passages de lubrifiant), les défauts sont moins prononcés (80 μ m de profondeur au lieu de 200 μ m, et 1 mm de largeur au lieu de 2mm). On remarque par ailleurs que la distribution d'émail obtenue dans le cas de 4 passages de lubrifiant est à peu près axisymétrique et proche de celle des conditions standards. La bonne lubrification et la forte rugosité ont limité l'instabilité du film d'émail due à sa forte épaisseur.



Figure 2-26 et Figure 2-27 : Effet de la quantité de graphite sur l'épaisseur finale d'émail après un écrasement de 10 mm pour une épaisseur initiale d'émail de 150 µm et une forte rugosité du métal (au-dessus et au-dessous respectivement)

Les essais interrompus ont pour but de connaître l'évolution des distributions d'émail avec l'écrasement. Il faut noter que le rayon de la zone de contact évolue avec l'écrasement : les points de mesure au centre de l'éprouvette sont donc à l'intérieur de la zone de contact pour tous les écrasements, les points à mi-rayon sont inclus dans la zone de contact à partir d'un écrasement de 6 mm alors que les points périphériques n'y sont compris que pour des écrasements de 8 mm (*Figure 2-28*). La partie jaune du graphique symbolise la zone de contact pour des éprouvettes.







Figure 2-28 : Zones de mesure et variation de la largeur de contact

Les épaisseurs pour des écrasements de 2 et 4 mm diffèrent complètement de celles obtenues pour des écrasements de 6, 8 et 10 mm : De 2 à 4 mm, seul le point central est en contact et l'épaisseur d'émail évolue peu. À 6 mm d'écrasement, les 5 points centraux de mesure (un premier au centre de la pièce et quatre à mi-rayon) sont en contact et l'épaisseur d'émail décroît de façon à peu près uniforme. Pour un écrasement de 8 mm, tous les points de mesure sont en contact et l'épaisseur d'émail est uniforme au niveau de la partie centrale où sa valeur est plus faible qu'à la périphérie. Les observations macroscopiques suggèrent une évacuation de l'émail vers la périphérie (*Figure 2-29* et *Figure 2-30*), puisqu'il apparaît des amas de mélange émail-graphite à la base des bavures. L'étirement de surface du métal est certainement un autre facteur à l'origine de cette diminution d'épaisseur, notamment à la périphérie où l'épaisseur tend à décroître avant la mise en contact pour l'écrasement de 8 mm.



Figure 2-29 et Figure 2-30 : Évolution des épaisseurs d'émail en fonction de l'écrasement des pièces

Nous avons ainsi mieux compris la redistribution de l'émail en cours de déformation des éprouvettes et l'effet des différents paramètres. Le défaut est induit de manière reproductible par une épaisseur initiale excessive d'émail,





mais la présence simultanée d'une forte rugosité d'ébauche et une lubrification abondante atténue les défauts.

2.3.2 Plan d'expérience

Les premiers essais étaient préliminaires, ils nous ont permis de voir que les paramètres étudiés étaient influents sur l'apparition des défauts. Par la suite, nous avons réalisé un plan d'expérience avec les paramètres les plus influents ainsi que ceux observés en cours de suivi de pièce (température des outils et nature du lubrifiant graphité). L'avantage d'un plan d'expérience est de pouvoir estimer l'effet de la variation isolée ou concomitante (interactions) de plusieurs paramètres sur l'apparition des défauts ou la distribution finale de l'émail. Cela nous intéresse vivement puisque nous avons vu qu'une forte rugosité couplée avec une grande quantité de lubrifiant, pour des épaisseurs d'émail de l'ordre de 150 μ m, diminue la gravité des défauts. Les paramètres pris en compte sont :

- L'épaisseur initiale de revêtement (4 niveaux : 50, 100, 150 et 200 μm)
- La nature du lubrifiant (le précédent, le lubrifiant A et un nouveau lubrifiant utilisé en matriçage, le lubrifiant B) (2 niveaux)
- La température des outils (2 niveaux : 200 et 250 °C)
- La rugosité du métal (2 niveaux : brutes et sablées)
- La quantité de lubrifiant (2 niveaux : normal et beaucoup)

Les épaisseurs de revêtement étudiées sont de 50, 100, 150 et 200 μ m, mais ont été réalisées avec une autre machine de dépôt. Les deux lubrifiants sont sensés avoir la même composition, et ne diffèrent que par leur conditionnement et leur préparation.

Nous avons choisi d'ajouter la température des outils comme paramètre puisque nous avons vu leur importance lors du suivi de pièces de production. Les températures visées pour les outils inférieurs et supérieurs étaient sensiblement identiques à celles observées en matriçage finition d'aubes : 200 et 250° C; on les imposait grâce au système de chauffage des outils et elles étaient contrôlées par lunette pyrométrique. La rugosité et l'épaisseur d'émail sont modifiés de manière analogue aux essais précédents. Au total : 2x32=64 essais ont été réalisés.

2.3.3 Résultats

Certains résultats se dégagent nettement. Nous n'avons observé de défauts que pour les épaisseurs de revêtement maximales, mais contrairement à l'étude préliminaire pour laquelle une épaisseur de 150 μ m était suffisante pour provoquer l'apparition des défauts, le défaut n'apparaît que pour 200 μ m (sauf pour un essai avec une épaisseur initiale de 150 μ m).

Il semble aussi que le lubrifiant B soit plus performant que le lubrifiant A. En effet, un essai sur deux, dans des conditions d'essais voisines avec le lubrifiant B n'a pas donné de défaut, alors que l'utilisation du lubrifiant A produit le défaut de manière quasi-systématique.

Par contre, on ne peut tirer de conclusions nettes en ce qui concerne la température des outils sur les résultats bruts.





Les résultats de ce plan d'expérience, ont été dépouillés de façon à obtenir un modèle prédictif de l'apparition des défauts, selon deux méthodes : la régression linéaire (logiciel PLEX) et une analyse discriminante. La première méthode nous donne des résultats non valides du fait d'un terme résiduel trop important, supérieur à la limite admise de 20 %. Cela signifie donc que nous n'avons pas pris en compte des paramètres importants lors de cette campagne. Nous avons donc opté pour l'analyse discriminante. Nous n'entrerons pas dans les détails de l'analyse puisque celle-ci a été confiée aux spécialistes de Snecma Moteurs (S. Tourbier et C. Macheret). Il semble que, si l'on excepte le cas de l'épaisseur de revêtement, des variations assez limitées des paramètres opératoires aient un effet significatif sur la gravité du défaut, et en second lieu que le défaut soit induit par l'effet d'une variation concomitante de deux paramètres au moins.

Nous retrouvons donc en premier lieu l'influence sur l'apparition des défauts de l'épaisseur de revêtement (dont néanmoins la valeur critique a évolué par rapport à la première campagne), puis l'interaction lubrifiant/température de matrice inférieure, la température de matrice supérieure, l'interaction rugosité/ température de matrice inférieure, l'interaction épaisseur de revêtement/rugosité...

2.3.4 Discussion

Les différentes campagnes d'essais nous ont conduit toujours à la même conclusion : l'épaisseur du revêtement doit être inférieure à une certaine valeur pour ne pas déclencher l'apparition des défauts. En revanche, le plan d'expérience soulève le fait que le défaut est produit par l'action simultanée de plusieurs autres paramètres. Le suivi de pièces de production nous avait permis par contre de dégager nettement l'influence de la température d'outil dans la zone du défaut. Une autre différence entre les essais soucoupes et les aubes est que systématiquement (ou presque) les soucoupes ayant une surépaisseur d'émail présentent le défaut avec le même lubrifiant A. Par ailleurs, tous les paramètres responsables n'ont sans doute pas été identifiés, comme le suggère l'échec du logiciel Plex. Il peut s'agir de propriétés du revêtement (densité initiale, porosités résiduelles après cuisson, capacité au dégazage pendant la cuisson...) ou d'autres paramètres caractérisant la qualité du film lubrifiant...

Nous avons remarqué que l'évolution de l'épaisseur du film durant les essais soucoupes est peu marquée pendant les 6 premiers millimètres d'écrasement. La redistribution s'effectue surtout dans les derniers stades du matriçage, entre 6 et 10 mm d'écrasement. Les origines de la redistribution de l'émail lors du matriçage seront étudiées dans le prochain chapitre ; nous avons abordé les deux principales : évacuation d'un excès d'émail hors du contact ; diminution d'épaisseur induite par l'étirement de la surface du métal. Nous avons aussi noté qu'une augmentation conjointe de la rugosité du métal et du nombre de passages du robot de lubrification pouvait diminuer la gravité des défauts. En outre, le lubrifiant B pourrait atténuer la probabilité d'apparition du défaut de lézard.

L'essai « soucoupe » fournit donc des résultats intéressants, mais il importe de poursuivre son étude pour mieux dégager ses possibilités et limites. Le modèle de prédiction des défauts obtenu par analyse discriminante est encore





à valider, par des essais complémentaires : certains paramètres significatifs n'ont peut être pas été identifiés et le degré exact de similitude (mécanique, thermique...) entre l'éprouvette soucoupe et les aubes reste encore à déterminer. En effet, du fait de sa faible masse et sa petite taille, nous pouvons penser que le refroidissement de la soucoupe est plus marqué. Par ailleurs, la présence des bavures influence la localisation des défauts, mais n'est pas directement à l'origine de sa formation. Il faut noter que l'interruption du lézard sur les éprouvettes munies de bavure correspond à une déchirure du métal entre deux bavures, où le métal s'est visiblement moins déplacé dans le sens radial.

2.4 Étude des défauts

Nous avons mené, sur des pièces de production et les « soucoupes », une large étude des défauts de type lézard. Nous avons étudié plus précisément leur position sur les différentes pièces ainsi que leur morphologie. Le but est ainsi d'essayer de formuler quelques hypothèses quant à leur apparition.

2.4.1 Morphologie du défaut

Nous avons effectué un prélèvement manuel sur ces défauts afin d'en faire une observation et une analyse. Lors du prélèvement, nous avons constaté que le défaut de type lézard n'est pas compact mais plutôt poreux et creux, et qu'il se compose d'une bulle limitée par une couche de verre. Il s'avère que cette poche est effectivement très fragile, et se casse aisément. Il s'agit d'un défaut ressemblant à du laitier fondu que nous pouvons observer sur les cordons de soudure. La figure suivante (*Figure 2-31*) propose une schématisation du défaut de type lézard.



Figure 2-31 : Schématisation du défaut

Pour en faire une observation en microscopie électronique à balayage, il a suffit de coller les débris sur un porte échantillon en aluminium, à l'aide d'un adhésif carboné. Nous n'avons pas fait de dépôt de carbone puisqu'il s'agit d'un mélange graphité. La conduction étant assurée, les phénomènes de charge du verre sont ainsi réduits. Les débris prélevés, proviennent en fait principalement de la pellicule supérieure du défaut (en contact avec l'outil).

Par ailleurs, lors de l'observation en coupe de la couche d'émail résiduelle après matriçage, nous avons constaté que le film d'émail est continu, et ne comporte aucune bulle de gaz dans son épaisseur. L'observation de ces débris de lézard, nous a montré en revanche que le film d'émail limitant la poche de




gaz (ou le défaut) comporte de nombreuses bulles de gaz. La figure suivante présente les bulles observées (Figure 2-32).



Figure 2-32 : Bulles de gaz dans le film d'émail limitant le défaut

Nous avons aussi constaté, lors d'une observation de dessus, qu'ils étaient composés de feuillets entremêlés. La figure suivante montre le type de structure observée (Figure 2-33).



Figure 2-33 : Constitution en feuillets des débris

La couche d'émail, au niveau des défauts est donc constituée de feuillets, mais aussi de bulles de gaz dans son épaisseur. Cette structure en feuillet suggère que l'éjection de l'émail se fait en plusieurs étapes. Nous allons à présent nous intéresser à la composition chimique de ces débris prélevés sur un défaut de type lézard.

2.4.2 Analyse EDX

L'analyse EDX de ces débris nous a permis de retrouver les principaux oxydes constituant l'émail hormis l'oxyde de bore dont la masse atomique est trop faible pour que les mesures soient fiables. Nous avons effectué d'autres observations en mode électron-rétrodiffusés afin de mettre en évidence des différences marquées de masse atomique. Nous pensions notamment





rencontrer des traces d'éléments métalliques provenant de la pièce en TA6V ou des outils en Z38CDV5.

Nous avons tout d'abord constaté que la surface de l'émail est sur certaines plages nue, sur d'autres revêtues de graphite. On peut également noter que la morphologie en feuillets de la couche d'émail prélevée sur le défaut est plus facilement observable, comme en témoigne la figure suivante (*Figure 2-34*).



Figure 2-34 : Observation en électrons rétrodiffusés

Nous avons analysé les deux types de zones observées par la méthode EDX. Nous avons ainsi pu confirmer que les zones claires correspondent à des zones dépourvues de graphite (ou presque) tandis que les zones foncées correspondent à des zones exclusivement constituées de carbone ou graphite. Les figures suivantes précisent les zones de mesure (*Figure 2-35*) et les résultats semi-quantitatifs obtenus par analyse EDX (*Figure 2-36* et *Figure 2-37*).



Figure 2-35 : Zones de mesure EDX







Figure 2-36 et Figure 2-37 : Résultats semi-quantitatifs de deux zones (1 et 2 respectivement)

Les essais soucoupes avaient montré lors de la pré-étude que le graphite diminue fortement le frottement entre l'outil et la pièce. Nous avons cependant vu que la pellicule de graphite peut être interrompue au niveau des défauts. Nous pouvons supposer que l'écoulement de l'émail vers l'extérieur du contact s'en retrouve ainsi perturbé par une augmentation sensible du frottement, ce qui peut expliquer l'accumulation d'émail donnant naissance au lézard. Ce fait est confirmé par les épaisseurs mesurées « derrière » le défaut, qui sont moins importantes que lorsque le défaut n'apparaît pas.

Nous avons également trouvé des traces d'éléments métalliques en surface des débris analysés, révélées par des points blancs, témoignant d'une forte masse atomique (*Figure 2-38*) en observation par électrons rétrodiffusés. L'analyse a montré qu'il s'agit de fer et de plomb. Les résultats semi-quantitatifs ont montré que le plomb est sous forme de trace alors que le fer est nettement plus présent.



Figure 2-38 : Présence d'éléments métalliques





Les débris comportant du fer proviennent vraisemblablement des matrices utilisées qui sont en Z38CDV5 ($0,34 \le C \le 0,42$; $0,4 \le V \le 0,5$; $0,8 \le Si \le 1,2$; $4,8 \le Cr \le 5,5$; $1,2 \le Mo \le 1,5$; et la balance en fer). Une autre origine peut être le lubrifiant lui même puisque la méthode pour le broyer en fines particules de graphite consiste en un passage dans un tonneau en acier avec des galets en fer (selon le fournisseur). L'analyse EDX montre bien les raies primaires et secondaires des deux éléments (*Figure 2-39* et *Figure 2-40*).



Figure 2-39 et Figure 2-40 : Spectres obtenus par analyse EDX sur des débris métalliques.

Nous nous sommes par la suite préoccupés de la caractérisation de ces défauts de type lézard, et de leur localisation sur les pièces.

2.4.3 Caractérisation et localisation

La caractérisation et la localisation des défauts sur les éprouvettes, devra nous permettre de déterminer précisément leur zone d'apparition. Cela ciblera ainsi les zones à étudier lors de la simulation numérique de l'opération de matriçage entre tas plats de ces éprouvettes.

Afin de caractériser les défauts, nous avons défini quatre paramètres. Il s'agit notamment de son épaisseur, sa longueur polaire, sa largeur radiale et sa distance au bord de l'éprouvette (*Figure 2-41*).







Figure 2-41 : Méthode de localisation et caractérisation d'un défaut

Lors des essais soucoupes, nous avons constaté une grande stabilité de la position du défaut. La distance au bord mesurée varie de 20 à 50 mm pour chacun d'eux : le corps du lézard se trouve en moyenne entre 20 et 30 mm du bord, tandis qu'une petite partie du défaut peut aller plus près du centre de la pièce, comme le montre la *Figure 2-42*.



Figure 2-42 : Détails morphologiques d'un lézard





Les différentes conditions d'essai ne font pas varier ces valeurs de façon significative. Nous avons par ailleurs constaté qu'il existait une relation entre l'épaisseur du défaut (qui correspond à sa gravité) et sa largeur. En effet plus la largeur du défaut augmente (de 1 mm à une dizaine de millimètres), plus le défaut est profond (une centaine de microns à plusieurs centaines de microns). En revanche, nous avons constaté une forte variation de la longueur du défaut. Elle varie de façon conséquente sur une même pièce ou dans les mêmes conditions d'essai.

Avec ces séries d'observations des défauts en production, nous sommes en mesure de faire quelques hypothèses quant aux origines du défaut de type lézard.

2.4.4 Interprétation et hypothèses de formation

En synthétisant les observations, nous pouvons souligner plusieurs faits intéressants. Nous avons d'abord constaté en surface des défauts prélevés que la couche d'émail pouvait être dénuée de graphite. Ensuite le surplus d'émail déposé sur les pièces est évacué à l'extérieur du contact. Par ailleurs, le lubrifiant graphité diminue le frottement de l'émail sur les outils. Si le frottement augmente par suite d'une avarie du film lubrifiant, le surplus d'émail ne peut plus être évacué et se retrouve donc emprisonné puis incrusté dans le métal. D'autre part, nous savons que le produit après cuisson est très poreux, et comporte de nombreuses bulles dans son épaisseur. Or, nous n'avons jamais constaté de bulles dans l'épaisseur d'émail résiduel observé sur les pièces. Ces bulles sont donc évacuées vers l'extérieur du contact.

Le fait de travailler en régime anisotherme, induit que le film d'émail est constitué de deux parties ; l'une quasi-solide et fragile au contact des outils, l'autre fluide au contact de la pièce. La première ne se déplace donc pas de manière significative tandis que l'autre est éjectée du fait d'un gradient de pression entre le centre du contact et l'extérieur, point sur lequel nous reviendrons dans le chapitre 4. L'éjection d'émail s'accompagne ainsi d'un entraînement des bulles vers l'extérieur du contact. Après éjection d'une certaine quantité d'émail fluide, l'épaisseur semi-solide à la limite du contact se brise. La répétition de ce cycle éjection-rupture expliquerait la structure en feuillets du défaut (*Figure 2-43*). Une dégradation de la pellicule de graphite bloquerait l'évacuation de ces feuillets et conduirait à la formation du défaut.



Figure 2-43 : Schématisation du comportement de l'émail

Une température d'outil trop élevée (qui diminue la viscosité de l'émail) et/ou une épaisseur d'émail plus forte favoriserait le phénomène d'éjection, une forte porosité favorisant la rupture de la croûte froide d'émail. Le lubrifiant jouerait un rôle complexe, mais primordial : il conditionne le





frottement et par là même le gradient de pression de contact qui produit l'éjection de l'émail ; sa défaillance bloque le processus d'évacuation des débris et produit la formation des amas de feuillets. Cette hypothèse nous amène à estimer l'épaisseur d'émail devenue solide. En considérant que la variation de température à travers la couche d'émail (de 100 μ m) est linéaire et varie de 200°C (côté outil) à 940°C (côté pièce), nous trouvons une épaisseur semi-solide de l'ordre de 50 μ m. Il s'agit bien évidemment d'une valeur maximale, ne tenant compte ni de l'auto-échauffement dans le contact, ni d'un profil de température parabolique. Cela nous donne cependant une idée sur la proportion d'émail susceptible de se déplacer (de l'ordre de 50 %). Ces observations sur le site industriel nous donc ont permis de mieux cerner le problème et nous amène à en faire une discussion.

2.5 Conclusions de l'étude sur site industriel

Nous avons suivi l'évolution de l'émail, depuis son état initial de livraison jusqu'à son état final sur les aubes ou les soucoupes, sous forme de film ou de défauts. Il apparaît que le dépôt du film sur les pièces à froid est un processus complexe, produisant un film poreux, rugueux et d'épaisseur non uniforme ; la simple cuisson produit une transformation marquée tant au niveau de sa composition chimique que de son épaisseur, tout en laissant une porosité et une rugosité très variables. Son évolution au cours du matriçage et le risque d'apparition de défauts dépendent naturellement de ses propriétés, en premier lieu de son épaisseur, de l'évolution de sa viscosité avec la température, de sa porosité, mais aussi d'autres facteurs difficiles à maîtriser comme la température des outils, les performances du lubrifiant, la rugosité du métal... L'influence des paramètres sur l'apparition des défauts n'a pas pu toujours être démontrée clairement et de manière convergente sur les aubes ou sur les soucoupes, car l'apparition du défaut doit être attribuée à une conjugaison de facteurs, plutôt qu'à un facteur unique. Cette étude nous a permis de proposer un modèle prédictif d'apparition des défauts qui met bien en relief cette conjugaison de facteurs ; le phénomène majeur étant l'écoulement vers le bord du contact de la partie fluide de l'émail.

L'analyse de l'écoulement de l'émail à l'interface métal-outil nécessite de connaître l'évolution de sa viscosité avec la température. Nous allons donc, au cours du prochain chapitre, développer deux essais mécaniques nous permettant de déterminer la rhéologie d'un film d'émail. Nous exposerons par ailleurs l'essai mis en place pour étudier la lubrification du matriçage finition.





REFERENCES

- [1] **SCHMIT J.F., 1996**, "Élaboration et caractérisation de verres lubrifiants haute température pour le matriçage d'alliages de titane", Thèse, Université de Montpellier II, (1996).
- [2] AUDRERIE P., 1993, "Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de Titane", Thèse Ecole des Mines de Paris, Juin 1993.
- [3] **DUDAY D., 1998**, "Protection de l'alliage de Titane TA6V contre l'oxydation", Thèse Université de La Rochelle, Janvier 1998.
- [4] **VOIGTLANDER O. et. Al., 1983**, "Matriçage de précision isotherme d'aubes de compresseurs de turboréacteurs pour l'aéronautique en alliages de Titane", 11^{ème} Congrès international de l'estampage de Cologne, Juin 1983, p 375-402.
- [5] GAVRUS A., 1996, "Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse", Thèse Ecole des Mines de Paris, Octobre 1996.
- [6] LAURENT M., VUILLERMOZ P.L., 1994, "Conductivité thermique dans les solides", Techniques de l'ingénieur, Article R2850, Volume RAB, 1994.
- [7] **KAHVECI A.I. and WELSCH G.E.**, "Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy", Scripta Metallurgica, 1986, vol. 20, p 1287 1290.
- [8] HOWARD G. N. et al., "Environmental hydrogen embrittlement of an alpha-beta alloy : effect of microstructure" Metallurgical Transaction, 02/1972, vol. 3, p 469 – 475
- [9] FALIPOU M. et. al., "Sticking temperature investigations of glass/metal contacts – Determination of influencing parameters", Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. 70 (1997) N°5, p 137-145.
- [10] **ZARZYCKI J., 1982**, "Les verres et l'état vitreux", Edition MASSON, 1982.
- [11] **HELARY, 2002**, "measurement on glasses and glass pastes", Travaux ENSMP-CEMEF, Thèse, Article en cours, 2002.
- [12] WOLF C., DUPUIS D., 1994, "Viscosité", Techniques de l'ingénieur, Art. R2350, Vol. RAB, 1994.
- [13] SCHOLZE H., 1980, "Le verre Nature, structure et propriétés", deuxième édition, Institut du verre, Paris, 1980.





- [14] **FENG X. et. Al., 1990**, "A model for the viscosity of multicomponent glass melts", », Ceramic transaction nuclear management III, vol 9, p457-468, 1990.
- [15] **TRIBOLOGIE, 2000**, "Lois de frottement et mesure du frottement, P37", », extrait du cours : "Tribologie de la mise en forme", P. Montmitonnet, Novembre 2000.
- [16] **REYNOLDS O., 1886**, "On the théorie of lubrification and its application to Mr. Beauchamp Tower's experiments", Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., 1886, vol. 177, p 1.
- [17] FRENE J., NICOLAS D., 1998, "Lubrification hydrodynamique", Cours de Tribologie, Laboratoire de Mécanique du solide, Poitiers, 1998.
- [18] WILSON W. R. D., 1974, "An isoviscous model for the hydrodynamic lubrification of plane strain forging processes with flat dies", J. Lub. Techn. (Trans. ASME), 95-4 (1974), p 539.
- [19] WILSON W. R. D., WANG, 1984, "Hydrodynamic lubrification in single strech forming processes", J. Trib. (Trans. ASME), 106 (1984), p 7-77.
- [20] TRIBOLOGIE, 2000 "Thermique du contact", extrait du cours : "
 [20] Tribologie de la mise en forme ", section F, E. Felder, Novembre 2000.
- [21] **FELDER E., 2001**, "*Effet thermique de la mise en forme*", Techniques de l'ingénieur, Art. M3012, Vol. MC, 2001.
- [22] FRASCATI F., 2000, "Etude et caractérisation du procédé de matriçage finition", rapport d'activité, chapitre II, CEMEF-ENSMP, Février 2000.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [23] Note intérieure, 2002, "Caractéristiques thermophysiques de l'alliage TA6V et de l'émail de lubrification utilisé lors du forgeage des aubes fans", référence YKO, 2002, 00719, Villaroche, 2002.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [24] **RHÉOLOGIE, 1999** "Indentation : dureté d'un matériau", extrait du cours : " Rhéologie des solides", section 5, Pierre Montmitonnet, Décembre 1999.
- [25] MIASSOUNDA R., 2000, "Étude et caractérisation d'un défaut de fabrication du type « lézard » sur des aubes fan", rapport de stage,





1^{ère} Année de formation d'Ingénieur Maître, IUP-GSI, Juillet 2002. CONFIDENTIEL SNECMA





CHAPITRE 3

Chapitre 3 Étude de la rhéologie des films d'émail

87 **3.1 PRINCIPE DE L'ETUDE 3.2 DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE TRANSITION DUCTILE-**FRAGILE 88 3.2.1 88 **PRINCIPE EXPERIMENTAL** 3.2.2 89 **PRESENTATION DES EMAUX ETUDIES** 3.2.3 90 RESULTATS 3.2.4 DISCUSSION 91 **3.3 DETERMINATION DE LA VISCOSITE POUR DIFFERENTES TEMPERATURES** 92 3.3.1 **PREMIERE GEOMETRIE** 93 3.3.2 97 **DEUXIEME GEOMETRIE** 3.3.3 **TROISIEME GEOMETRIE** 100 3.3.4 MESURE DE LA VISCOSITE DE DIVERS LOTS DE L'EMAIL 4 103 3.3.5 **RECALAGE DE L'ESSAI DE COMPRESSION ISOTHERME** 104 3.3.6 MODELE ISOTHERME ET SIMULATION NUMERIQUE 110 3.3.6.1 MODELE ISOTHERME 110 3.3.6.2 113 SIMULATION NUMERIQUE DU PIEGEAGE 3.4 SYNTHESE : DETERMINATION DES LOIS DE COMPORTEMENT DES DIFFERENTS EMAUX 119 3.4.1 L'EMAIL SNECMA : LOI DE COMPORTEMENT 120 3.4.2 ÉMAIL DE CALAGE, AUTRES EMAUX UTILISES PAR SNECMA 123 3.5 DISCUSSION 125



3.1 Principe de l'étude

Nous avons, au cours du chapitre précédent, étudié l'évolution du film d'émail à chaque stade du procédé de matriçage finition des aubes en TA6V. L'étude du procédé lui même a confirmé l'hypothèse de lubrification par film épais, produisant la formation de défaut par évacuation d'un excès d'émail vers la limite du contact. Pour modéliser son comportement mécanique lors de opération anisotherme de mise en forme. nous avons cette donc nécessairement besoin de la loi de variation de la viscosité de l'émail avec la température. En effet, la différence marquée de température du métal et des outils a pour conséquence qu'une partie de l'épaisseur d'émail est solide ou quasi-solide au contact de l'outillage tandis que l'autre partie au contact de la pièce reste fluide et est en mesure de s'écouler (Figure 3-1).



Figure 3-1 : Schématisation anisotherme de l'émail à l'interface outil/pièce

A l'origine, nous nous proposions de mesurer la viscosité de l'émail à l'aide d'essais d'indentation (avec une aiguille), effectués sur une éprouvette constituée du produit massif. L'impossibilité d'obtenir un produit massif non poreux et homogène nous a donc conduit à développer des essais de caractérisation directe du film d'émail. L'idée est donc de déterminer des couples de points viscosité-température dans une grande plage de température, puis de les raccorder à l'aide da la loi Vogel-Fulcher-Tamman. Le fait d'avoir des points expérimentaux très éloignés les uns des autres nous donnera une grande précision sur la loi ainsi définie. Il suffit donc de mettre en place des expériences isothermes, reproductibles et simples pour faire des mesures de viscosité à haute ou à basse température :

- À basse température, nous allons déterminer une température de transition fragile-ductile que nous comparerons aux points caractéristiques d'émaux étalons tels que la température de transition vitreuse (entre 10¹² et 10^{12,6} Pa.s) ou de ramollissement dilatométrique (10^{10,3} Pa.s) [10].
- À haute température, nous allons mesurer directement la viscosité du film par un processus de piégeage en compression.



3.2 Détermination de la température de transition ductile-

fragile

Nous allons tout d'abord présenter l'expérience, puis les différents verres étudiés, ainsi que les interprétations des résultats obtenus. Nous terminons par une discussion des hypothèses et des résultats.

3.2.1 Principe expérimental

Le principe est simple. Il s'agit ici de mettre en évidence une température à laquelle l'émail se fissure. Nous avons ainsi mis en place sur une machine de traction-compression Instron munie d'un four des essais d'*indentation à chaud sur du métal revêtu d'un film d'émail*. En effectuant des indentations à différentes températures, nous déterminons la température de transition ductile-fragile. L'échantillon indenté est cylindrique, de diamètre 44 mm et de hauteur 10 mm et se positionne sur l'outil inférieur. Les lopins sont préalablement revêtus de l'émail étudié et préchauffés à la température de cuisson de l'émail, à 940°C. Les lopins peuvent pivoter autour d'un axe excentré par rapport à celui de l'indenteur ce qui permet d'effectuer une série d'indentations sur le même lopin (*Figure 3-2*). L'indenteur est de type Brinell, en carbure de tungstène et à pointe hémisphérique, de rayon 1 mm. Nous imposons un effort constant de 10 kN, qui correspond en fait au poids de la traverse supérieure de la presse.



Figure 3-2 : Montage d'indentation à chaud

L'ensemble est dans un four; on mesure à l'aide de thermocouples les températures de l'échantillon, de la pointe de l'indenteur et de l'outil inférieur. Avant de réaliser chaque essai, nous attendions que les températures de l'échantillon et de la pointe de l'indenteur soient identiques. Après la fin des essais, les échantillons sont refroidis et les empreintes observées en microscopie optique en lumière rasante. Les figures suivantes présentent les types d'empreintes obtenues par cette méthode sur l'émail Snecma : formation d'une empreinte ductile aux plus hautes températures





(Figure 3-4), apparition de fissures radiales à plus basse température (Figures 3-5 et 3-6)



Figure 3-3 Email 4, Vue d'ensemble des empreintes





Figure 3-5 et Figure 3-6 : émail 4, empreintes à 557°C et 510°C respectivement

Plus la température chute, plus les fissures deviennent importantes témoignant de l'état solide du produit. Nous avons ainsi vu que la température de transition fragile-ductile de l'émail 4 se situe entre 607 °C et 557 °C. Cette fourchette de température étant trop large, nous avons reproduit les tests avec des intervalles de température plus étroits. Nous avons également testé la méthode sur différents émaux, que nous présentons dans la section suivante.

3.2.2 Présentation des émaux étudiés

Nous avons obtenu d'une personne de Saint-Gobain un verre (« émail 1 ») ainsi que la loi de variation de sa viscosité avec la température et ses températures de transition vitreuse et de ramollissement dilatométrique $(\eta=10^{10,3} \text{ Pa.s})$.

Snecma élabore certains de ses émaux en mélangeant en proportions variables deux poudres de verres de compositions chimiques très différentes. L'un





(« émail 2 ») a une composition à dominante anhydride borique, ce qui en fait un verre "mou" (faible viscosité) alors que l'autre (« émail 3 ») a une composition à dominante silice, ce qui en fait un verre "dur" (de viscosité élevée). Nous avons des informations sur ces deux émaux fournies par une ancienne étude les températures de transition vitreuse et de déformation (définie par l'institut du verre comme correspondant aux viscosités 10^{12} et 10^{10} Pa.s).

Ces trois verres nous permettront de tester nos mesures de viscosité et d'interpréter la température de transition ductile-fragile telle que nous l'avons déterminée. Les données concernant les deux poudres (émail 2 et émail 3) et le verre 1 de Saint Gobain sont résumées dans le (*Tableau 3-1*).

Température caractéristique	Émail 1 (Saint Gobain)	Émail 2 (dominante B ₂ O ₃)	Émail 3 (dominante SiO ₂)
transition vitreuse 10 ¹² Pa.s	Entre 545 et 560°C	462°C	622°C
ramollissement dilatométrique 10 ^{10.3} Pa.s	600°C	-	_
déformation 10 ¹⁰ Pa.s	_	499°C	659°C

Tableau 3-1 : Propriétés des trois émaux étudiés

Nous avons ainsi testé ces quatre (dont l'émail Snecma : émail 4) émaux différents avec la méthode expérimentale précédemment proposée.

3.2.3 Résultats

De la même manière que pour l'émail utilisé pour le matriçage finition, nous avons d'abord effectué ces essais avec des intervalles de température assez larges dans le but d'estimer cette température grossièrement. Nous avons ensuite restreint ces plages afin d'affiner l'estimation. Durant ces essais, nous avons testé des films d'émail 4 d'épaisseur 150 à 200 μ m avant cuisson ; pour les autres verres, nous les avons déposés sous forme de poudre de manière à obtenir par passage à 940°C un film continu de 1 mm d'épaisseur environ.

Pour les émaux 1,2 et 3, nous avons comparé les valeurs obtenues avec les données du tableau 4-1. Nous avons ainsi pu nous rendre compte que la température déterminée par le test d'indentation à chaud est voisine de la température de ramollissement dilatométrique pour l'émail 1. C'est un point très intéressant, puisque nous obtenons ainsi une valeur de la viscosité à associer à cette température de transition ductile-fragile, en l'occurrence : $10^{10.3}$ Pa.s, valeur proche de celle associée à la température de transition ductile-fragile est associée à une viscosité de 10^{10} Pa.s pour tous les émaux. La figure suivante (*Figure 3-7*) compare pour les différents verres les valeurs expérimentales de température de transition ductile-fragile aux températures de déformation ou de ramollissement dilatométrique.







Figure 3-7 : Comparaison des températures de transition ductile-fragile aux températures correspondant à une viscosité de 10^{10} Pa.s environ (émaux 1-3)

Nous pouvons remarquer que la température de transition fragile-ductile des émaux 2 et 3 se situe au-dessus de leur température de déformation (20 à $30 \,^{\circ}$ C d'écart). Ces écarts sont certainement dus aux incertitudes expérimentales, mais une partie s'explique par la différence de viscosité entre le point de déformation et le point de ramollissement dilatométrique (tableau 4-1).

3.2.4 Discussion

Tout d'abord, un problème persiste : Il existe un temps minimum de manipulation des outils entre deux essais en raison de la nécessité d'avoir une température homogène entre l'indenteur et l'échantillon et d'effectuer une rotation du porte échantillon. Cela nous a interdit de descendre en dessous de 15° C entre chaque essai. Nous avons cependant noté une bonne répétabilité des mesures (à 5 °C), en ce qui concerne les 4 émaux testés dans la phase finale des essais. Ensuite, il est à noter que pour l'émail 3, un échantillon sur deux n'a pas conservé sa couche d'émail en surface, et ceci peut être dû au fait que cet émail a un coefficient de dilatation thermique très inférieur à celui de l'alliage de titane (TA6V). Ce phénomène peut, dans une certaine mesure, induire une erreur de détermination de la température de transition ductile-fragile. En effet, nous ne pouvons pas savoir si les fissures apparaissent en cours de refroidissement ou au cours de l'indentation ; il est également possible, ce qui semble le plus probable, qu'elles apparaissent lors de l'indentation et s'étendent lors du refroidissement.

On peut en outre s'interroger sur le caractère « intrinsèque » de ces résultats et en particulier sur l'influence de l'état de surface de l'émail. Dans une première série d'essais, nous avions, pour l'émail 4, étudié les différents lots présentés dans le précédent chapitre (tableau 3-3) avec ce test en ne faisant





varier que par intervalles de 50°C la température. La Figure 3-8 fournit les résultats obtenus. Nous avons observé après les essais une contamination de la surface des échantillons des lots 1 et 2 par des particules de l'isolant du four utilisé ; néanmoins, on retrouve pour le lot 2 (« rugosité normale », mais pollué) une bonne reproductibilité et un résultat cohérent avec les résultats précédents effectués dans de meilleures conditions. Pour les lots 1 (« très rugueux », mais pollué) et 3 (« rugosité normale », non pollué), on observe une certaine dispersion, un essai donnant le même intervalle que le lot 2, l'autre un intervalle décalé de 50°C plus bas. La rugosité ou la pollution de surface ne semblent donc pas des facteurs déterminants ou en tout cas n'introduiraient qu'un décalage limité sur la température d'apparition des fissures : celles-ci sont en effet engendrées par des tensions ortho-radiales induites dans le film de verre par l'indentation du bicouche, la rugosité superficielle ne servant qu'à initier la formation des fissures .



Figure 3-8 : Résultats expérimentaux de température de transition ductilefragile du verre Snecma et différents lots

En conclusion, ces essais nous permettent d'estimer que la viscosité de l'émail 4 à 575° C est de l'ordre de 10^{10} Pa.s. Cette estimation semble très raisonnable, puisque les essais d'analyse thermique nous ont permis de situer sa transition vitreuse entre 475 et 575° C (cf. 2.1.2.4). En revanche, les premiers essais ne nous permettent pas de tirer de conclusions claires sur les différents lots de cet émail.

3.3 Détermination de la viscosité pour différentes températures

L'analyse bibliographique (1.3.4) nous a montré que l'épaisseur de lubrifiant piégée à l'interface métal-outil lors d'une opération de forgeage entre tas plats dépend de sa viscosité ([15] et [18]). Le principe est de mesurer





l'épaisseur piégée lors *d'essais de compression isotherme* à l'aide d'observations en microscopie optique et d'en déduire la viscosité du film d'émail à partir de l'expression théorique de cette épaisseur.

L'analyse de Wilson ([18] et [19]) concerne le cas de barres en déformation plane, configuration peu commode sur le plan expérimental. Nous avons donc choisi une configuration axisymétrique et avons établi la relation théorique correspondante. Sur le plan expérimental, nous n'imposons au métal que de faibles déformations (10%) pour permettre le piégeage de l'émail à l'interface outil/pièce, mais en limitant l'évolution ultérieure du film piégé. Toutefois, comme nous allons le voir, les difficultés rencontrées nous ont amenés à modifier l'essai et à remplacer le processus de piégeage aux deux interfaces métal-outil par un processus unique localisé entre deux blocs de métal.

3.3.1 Première géométrie

La géométrie choisie est un cylindre de diamètre initial D=15 mm et de hauteur initiale H=21,6 mm, soit un rapport H/D =1,44. Nous avons reproduit un essai de compression isotherme entre tas plats à l'aide d'une machine de traction-compression Instron munie d'un four. On dépose du revêtement sur les deux faces planes de l'éprouvette de la même manière que sur les pièces de production et on effectue la cuisson du dépôt. Nous avons préchauffé les lopins 30 minutes afin de diminuer le temps de chauffe au sein du montage expérimental. Un temps de maintien de 15 minutes devient ainsi suffisant pour homogénéiser la température du lopin. La vitesse de l'outil est V = 10 mm/s. Nous avons déposé du nitrure de bore sur les outils dans le but de limiter l'adhésion de l'émail sur les outils, ce qui nous amènerait à sousestimer l'épaisseur piégée. Cette façon de procéder pose divers problèmes : Le nitrure de bore étant contenu dans des aérosols et propulsé avec un gaz inflammable, nous étions obligés de couper le four régulièrement afin de déposer à froid une nouvelle couche du lubrifiant.

Par ailleurs, les phénomènes d'adhésion n'étaient pas totalement éliminés par la présence de ce lubrifiant nitruré.

Pour dépouiller ces tests, nous avons déposé une couche de pâte d'argent sur les faces de piégeage, enrobé les échantillons dans une résine, puis découpé ceux-ci selon un plan radial. Par observation au microscope optique de la tranche polie, nous avons mesuré les épaisseurs d'émail piégé. La viscosité η de l'émail se déduit de la valeur de l'épaisseur au centre h par la formule (3-1) qui est l'équivalent dans le cas axisymétrique de celle établie par Wilson.

$$\eta = \frac{2h^3\sigma}{3VR^2}$$
(3-1)

où σ est la contrainte d'écoulement du métal. Pour établir cette formule, il faut partir de l'équation de Reynolds. Son expression la plus générale est la suivante (3-2), valable dans tout système d'axes :

$$\operatorname{Div}_{S}\left(-\left(V_{1}+V_{2}\right)\frac{\rho h}{2}+\frac{\rho h^{3}}{12\eta}\operatorname{grad}_{S}(p)\right)=\frac{\partial \rho h}{\partial t}$$
(3-2)





DIV_s et GRAD_s sont la divergence et le gradient superficiels, et avec η la viscosité du lubrifiant, ρ sa masse volumique, les vecteurs vitesse respectifs de l'outil et du lopin : $\mathbf{V_1} = (\mathbf{U_1}, \mathbf{V_1}, \mathbf{W_1})$ et $\mathbf{V_2} = (\mathbf{U_2}, \mathbf{V_2}, \mathbf{W_2})$, h l'épaisseur du film et p la pression dans le film. Dans le cas de compression isotherme entre tas plats à la vitesse V (*Figure 3-9*), les vecteurs vitesse deviennent respectivement pour l'outil et le lopin : (0,0,-V/2) et (0,0,0).



Figure 3-9 : Schématisation du piégeage à l'interface métal-outil

Le terme V/2 provient du fait que nous symétrisons le problème en raison de la présence de deux films d'émail et nous supposons ainsi que chaque outil se rapproche du lopin à la vitesse V/2. Par ailleurs, nous considérons que la masse volumique de notre émail ne varie pas durant le processus de piégeage. Dans le cas axisymétrique, les dérivées selon les variables θ et z sont nulles. L'équation (3-2) donne (3-3) :

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left[r\frac{h^3}{12\eta}\frac{\partial p}{\partial r}\right] = -\frac{V}{2}$$
(3-3)

Après deux intégrations de la formule (3-3), nous trouvons une expression de p(r) contenant deux constantes d'intégration A et B (3-4):

$$p(r) = -\frac{3V\eta r^2}{2h^3} + \frac{12\eta A}{h^3}\ln r + B$$
 (3-4)

Afin de déterminer les constantes A et B de cette expression, il suffit d'appliquer les conditions aux limites. Nous avons, au centre du contact (r=0), p(0) valant au plus la contrainte d'écoulement du métal (pour initier le phénomène de piégeage) selon le modèle de Wilson et une pression nulle à l'extérieur du contact pour r=R. La constante A est donc nulle. En appliquant la deuxième condition aux limites, nous obtenons l'expression de B (3-5) :

$$B = \frac{3V\eta R^2}{2h^3}$$
(3-5)







D'où la formule finale (3-6) :

$$p(r) = \frac{-3\eta V}{2h^3} (r^2 - R^2)$$
 (3-6)

Pour rétablir la formule (3-1), il suffit d'égaler la pression en r=0 à la valeur de la contrainte d'écoulement du métal σ_0 . Il est impératif de connaître avec précision la contrainte d'écoulement du TA6V dans les conditions de températures et de déformation de l'essai. Pour cela, pour chaque essai, on la déduit de l'effort maximal de forgeage F (en fin d'essai) à l'aide de la formule de Polakovski (3-7) [26].

$$\sigma = \frac{FH_f}{\pi R^2 H}$$
(3-7)

où H_f est la hauteur finale du lopin (après 10 % d'écrasement). Cette formule revient à estimer la contrainte moyenne de contact en supposant le volume de métal invariant et que le cylindre reste un cylindre. Il faut noter que cette formule suppose un non-glissement de l'émail sur le métal et l'outil, condition qui n'est peut être pas réalisée côté outil du fait de la projection de nitrure de bore.

Nous avons réalisé les essais sur l'émail 4 dans une plage de température allant de 650° C à 950° C, en doublant les essais. Nous obtenons, après les essais, des épaisseurs piégées fortement perturbées et ne présentant pas de maximum net au centre. Nous présentons, à titre d'exemple, un profil d'épaisseur obtenu pour un essai réalisé à 750° C (*Figure 3-10*).



Figure 3-10 : Profil d'épaisseur de l'émail 4 piégée à 750°C aux interfaces lopin-outil





Il existe plusieurs explications possibles à ces perturbations. La première vient de l'efficacité plus ou moins grande du nitrure de bore. En effet, on a retrouvé certains échantillons collés à l'outil supérieur. Les phénomènes d'adhésion ont donc pu contribuer à arracher des parties de la couche d'émail piégée. Par ailleurs, le fait de comprimer un émail contenant de nombreuses bulles de gaz peut perturber le phénomène de piégeage.

Ce profil perturbé nous a amené à calculer la moyenne de l'épaisseur piégée (sur chacune des deux faces de chaque échantillon - les épaisseurs aux bords étant nulles, nous ne les avons pas prises en compte) et à l'interpréter avec la formule établie précédemment. La figure suivante présente la courbe viscosité-température ainsi obtenue ; à titre de comparaison, nous avons tracé la courbe donnée par le modèle de Feng. Les valeurs croissent quand la température diminue, sauf entre 750°C et 650°C : La valeur à 650°C est plus faible qu'à 750°C. En fait, il s'avère que pour ces deux températures, l'épaisseur d'émail initiale était insuffisante : Nous avons retrouvé, au centre, les épaisseurs initiales ; les valeurs reportées sous-estiment donc la viscosité réelle de l'émail.



Figure 3-11 : Résultats expérimentaux de mesure de viscosité avec la première géométrie

Nous constatons par ailleurs que le modèle de Feng donne, aux plus hautes températures, 850 et 900°C, des valeurs supérieures aux valeurs expérimentales. Comme nous l'avons déjà souligné au cours de l'analyse bibliographique, notre émail se situe en dehors des plages de validité du modèle. Nous ne pouvons donc pas nous baser sur la courbe théorique pour évaluer la validité de notre essai de compression isotherme. Nous avons toutefois effectué, à l'aide de cette première géométrie et en se montrant vigilant sur ces phénomènes d'adhésion, des essais sur différents lots d'émail et nous en présentons les résultats dans une prochaine section.

Du fait des problèmes rencontrés : adhésion de l'émail aux outils, incertitude sur le respect de la condition de non-glissement côté outil, travail délicat et long d'enrobage de l'éprouvette..., nous avons décidé de changer notre procédure d'essai.





3.3.2 Deuxième géométrie

Afin de supprimer les contacts émail/outil et ainsi éliminer les problèmes posés par l'utilisation de nitrure de bore, nous avons eu l'idée de comprimer notre film d'émail entre deux lopins de titane. Cette procédure présente en outre l'avantage de simplifier grandement le processus d'enrobage de l'échantillon après essai. Dans le but de centrer les deux échantillons, nous avons disposé un trou sur l'un et un téton sur l'autre. Chaque échantillon a le même rayon que précédemment et une hauteur moitié (Figure 3-12).



Figure 3-12 : Deuxième géométrie des tests de compression isotherme

L'écrasement d'émail s'effectue donc entre le rayon intérieur ($R_i=1 mm$: rayon du trou) et le rayon extérieur (R_e : rayon des lopins). Nous avons effectué les dépôts sur les échantillons, nous les avons précuits séparément, puis nous avons éliminé par polissage l'émail sur les faces des lopins en contact avec les outils. Nous avons ensuite introduit les lopins assemblés dans le four, avant l'essai de compression. Nous avons pris soin de réunir les échantillons les plus revêtus pour effectuer les essais à basse température afin d'éliminer le risque de manque d'émail.

Malgré le dispositif de centrage des échantillons, du fait du jeu entre l'alésage et le téton, nous avons observé certains cas un décalage entre les lopins supérieurs et inférieurs de l'ordre de 1 à 2 mm. La *Figure 3-13* présente le type de profil d'épaisseur obtenu. Les profils d'épaisseur d'émail obtenus avec cette procédure sont moins perturbés, mais on note une dissymétrie et surtout que l'épaisseur s'annule aux bords et au centre ce qui montre que l'émail s'est écoulé vers la périphérie et vers l'interstice central. On retrouve par contre une l'allure parabolique attendue (du fait de la répartition de la pression) avec toutefois un écrêtement de la courbe aux endroits où la pression est maximale en début d'écrasement.





Figure 3-13 : Profil d'émail 4 obtenu à 950°C avec la seconde géométrie

Ces observations montrent que les conditions aux limites utilisées pour résoudre l'équation de Reynolds dans le cas de la première géométrie ne sont plus valables. Dans le cas présent, la pression est maximale pour une certaine valeur du rayon, et s'annule au bord et au centre du contact. Par ailleurs, cette deuxième géométrie ne fait intervenir qu'un film d'émail (au lieu de deux dans le premier cas). Cela a pour effet de modifier l'équation de départ (3-8) ainsi que la formule utilisée pour dépouiller ce nouveau test de compression.

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(\frac{rh^3}{12\eta}\frac{\partial p}{\partial r}\right) = \frac{\partial h}{\partial t} = -V$$
(3-8)

Après deux intégrations, nous retrouvons les deux constantes d'intégration, à la différence près que A n'est plus nulle.

$$p = -\frac{3\eta V r^2}{h^3} + \frac{12\eta A}{h^3} \ln r + B$$
(3-9)

En appliquant les deux conditions aux limites $(p(r=R_i)=p(r=R_e)=0)$, nous trouvons les expressions de ces deux constantes A (3-10) et B (3-11).

$$A = \frac{V}{4} \frac{R_e^2 - R_i^2}{\ln\left(\frac{R_e}{R_i}\right)} \quad \text{et}$$
(3-10)





$$B = \frac{3\eta V}{h^3} \left(R_e^2 - \frac{(R_e^2 - R_i^2)}{\ln\left(\frac{R_e}{R_i}\right)} \ln R_e \right)$$
(3-11)

L'expression du champ de pression devient alors (3-12).

$$p(r) = -\frac{3\eta V}{h^3} \left(r^2 - \frac{\left(R_e^2 - R_i^2\right)}{\ln\left(\frac{R_e}{R_i}\right)} \ln r - \left(R_e^2 - \left(\frac{R_e^2 - R_i^2}{\ln\left(\frac{R_e}{R_i}\right)}\right) \ln R_e \right) \right)$$
(3-12)

L'expression du rayon R_{pmax} pour lequel la pression est maximale (et où démarre le processus de piégeage) est obtenue en écrivant que la dérivée de p y est nulle (3-13) :

$$\left|\mathbf{R}_{p\,\text{max}}\right| = \sqrt{\frac{\mathbf{R}_{e}^{2} - \mathbf{R}_{i}^{2}}{2\ln\left(\frac{\mathbf{R}_{e}}{\mathbf{R}_{i}}\right)}}$$
(3-13)

Pour notre géométrie, l'application numérique donne $R_{pmax} = 3,7$ mm, valeur voisine du rayon du maximum d'épaisseur (*Figure 3-13*). Pour déterminer l'épaisseur d'émail maximale piégée, il suffit de remplacer r par R_{pmax} dans l'expression de la pression et de l'égaler à la contrainte d'écoulement σ_0 du TA6V. La relation devient alors la suivante (**3-14**) :

$$\eta = \frac{{h_0}^3 \sigma_0}{3V R_e^2 K (R_e / R_i)}$$
(3-14)

L'écart au cas précédent (si l'on excepte le facteur 2 dû à la différence de vitesse d'écrasement) est le facteur numérique $K(R_e/R_i)$ qui est de l'ordre de 0,65 pour notre géométrie.

La figure suivante (*Figure 3-14*) présente les résultats des deux premières géométries ainsi que de la courbe du modèle de Feng. Malgré les épaisseurs plus importantes, nous avons constaté, pour les températures les plus basses, une insuffisance d'émail. Cela se traduit à nouveau par une sous-estimation des valeurs de viscosité.







Figure 3-14 : Comparaison des résultats expérimentaux (géométries 1 et 2) et théoriques

On peut constater que les résultats obtenus pour ces deux premières géométries sont comparables, mais la seconde géométrie fournit des valeurs un peu plus élevées, ce qui semble logique, car le nitrure de bore peut faciliter l'éjection de l'émail et à conduire à une sous-estimation de sa viscosité. Nous observons toujours un écart entre le modèle théorique de Feng et l'expérience.

Pour effectuer le dépouillement de cette géométrie, nous avons été obligés de faire des hypothèses sur les conditions aux limites, et notamment au centre des lopins. Nous avons ainsi considéré une pression nulle, qui n'est, de toute évidence, pas vérifiée. Nous avons été amenés à pallier ce problème de fuite d'émail au centre en proposant une troisième géométrie.

3.3.3 Troisième géométrie

Nous avons conservé l'idée et les données de la seconde géométrie sans garder le système de centrage. Nous avons cette fois considérablement augmenté l'épaisseur initiale d'émail entre les deux lopins en TA6V. Le but était évidemment d'être en mesure de déterminer une viscosité du produit pour les basses températures. Nous avons ainsi reconduit les essais, avec la même vitesse d'outil et la même méthodologie. Nous avons rencontré une nouvelle difficulté. En effet, bien que nous ayons imposé un écrasement identique aux campagnes précédentes (2 mm), le phénomène de piégeage n'a pas toujours été complet lorsque l'épaisseur d'émail à piéger est importante (plus de 300 μ m du fait de la forte viscosité de l'émail). Il en résulte, pour les plus basses températures sur l'émail 4, des profils où l'épaisseur, en bord de contact, n'est pas nulle (*Figure 3-15*) ce qui montre que le piégeage d'émail est incomplet. On aperçoit donc une limite de notre modèle d'interprétation : La forte viscosité de l'émail fait qu'il existe une phase d'écrasement non





négligeable où émail et métal se déforment conjointement, phénomène que nous retrouverons par simulation numérique (cf. 3.3.6.2). On observe par contre un profil bien régulier, avec un maximum au centre.



Figure 3-15 : Profil d'épaisseur obtenu pour la phase inachevée de piégeage de l'émail 4 à 750°C

La formule utilisée pour le dépouillement de cette géométrie est très voisine de celle utilisée pour la première géométrie, à un facteur 2 près (en raison de la présence d'un unique film d'émail dans ce cas précis) (3-15).

$$\eta = \frac{h^3 \sigma}{3 V R^2}$$
(3-15)

Nous appliquons cette formule pour interpréter l'épaisseur maximale y compris dans le cas où les écrasements n'ont pas permis de terminer la phase de piégeage ; nous rediscuterons la validité de cette interprétation plus loin ; dans la présentation des résultats, nous avons précisé dans quels cas le piégeage est effectif ou incomplet. Nous avons par ailleurs testé différents verres : les émaux 2, 3 et 4. La figure suivante donne les résultats obtenus pour les trois émaux. Les émaux 2 et 3 sont plus visqueux et plus courts que l'émail 4 utilisé actuellement en matricage finition des aubes. Les différences sont nettes et nous pouvons en conclure que malgré les divers problèmes rencontrés, nous sommes parvenus à classer les trois émaux selon leur viscosité ; notons en outre que l'évolution avec la température de la viscosité est assez classique pour un émail de cette composition. L'émail 3, composé de silice principalement, est le plus visqueux, ce qui est assez logique. Il n'en pas de même avec le résultat obtenu avec l'émail 2 composé va principalement d'anhydride borique. En effet selon l'étude bibliographique et





leur composition chimique, la viscosité de l'émail 2 devrait être légèrement inférieure à celle de l'émail 4.



Figure 3-16 : Comparaison des résultats expérimentaux pour trois émaux.

La figure suivante (Figure 3-17) compare les résultats obtenus sur l'émail 4 avec les trois géométries. Les résultats obtenus avec la troisième géométrie diffèrent légèrement aux plus hautes températures. Nous avons cette fois obtenu des résultats satisfaisant pour les plus faibles températures (750°C). Nous trouvons des valeurs de viscosité globalement supérieures aux valeurs des campagnes d'essais précédentes, mais du même ordre de grandeur. Nous devrons ainsi être prudents lors de la définition de la loi de comportement des nos émaux. Il sera alors judicieux de faire une courbe moyennée passant par toutes les valeurs de viscosité ou le maximum d'entre elles. Nous pouvons observer une nouvelle fois que la courbe théorique issue du modèle de Feng [14] n'est pas compatible avec nos résultats.



Figure 3-17 : Comparaison des mesures de viscosité de l'émail 4 avec les trois géométries





Nous avons ainsi présenté les trois géométries utilisées pour mesurer la viscosité des émaux, ainsi que leurs résultats. Nous avons vu que chaque géométrie entraîne l'apparition de nouveaux problèmes. Avant de tester une dernière procédure d'essai, nous nous proposons d'étudier les variations de viscosité de différents lots d'émail 4.

3.3.4 Mesure de la viscosité de divers lots de l'émail 4

Nous avons effectué des mesures de viscosité des lots étudiés précédemment (cf. tableau 3-3). L'idée était de détecter une corrélation entre l'état après cuisson et refroidissement des émaux et la viscosité. Ces essais, entrepris au début de nos travaux, ont été réalisés avec la première géométrie et selon la même procédure expérimentale. Nous ne tiendrons pas compte des résultats à 750°C puisque l'épaisseur initiale d'émail n'était pas suffisante. La plupart des valeurs obtenues avec les différents lots sont relativement proches (*Figure 3-18*).



Figure 3-18 : Viscosité de 4 lots d'émail 4

On observe un certain écart de viscosité entre lots, mais cet écart n'est pas le même pour les diverses températures d'essai et ne peut donc être corrélé avec les états de surface après cuisson. L'incertitude de mesure (10 Pa.s à 950 °C) ne nous permet donc pas de mettre en évidence une différence de viscosité significative entre lots. Notons toutefois que pour ces lots testés, les valeurs de viscosité obtenues vers 1000°C semblent plus raisonnables que celles des autres campagnes de mesure, qui semblaient anormalement basses.





Comme nous avons pu nous en rendre compte, les résultats des différentes géométries de ce test nous ont conduits à des résultats voisins, mais avec de légères variations. Nous avons néanmoins observé que le processus de piégeage ne se terminait pas vraiment lorsque la viscosité de l'émail est très élevée, ce qui nous amène à soulever le problème de l'incertitude due au modèle d'interprétation théorique de Wilson. Nous avons donc entrepris de vérifier le bien-fondé de nos interprétations en effectuant ce test avec un verre étalon : l'émail Saint Gobain (émail 1).

3.3.5 Recalage de l'essai de compression isotherme

Nous avons utilisé le verre Saint Gobain décrit dans les sections précédentes. Nous disposons de la courbe de variation de sa viscosité avec la température. Nous avons ainsi effectué des essais de compression isotherme (première géométrie) avec ce produit. Nous avons effectué les essais à deux températures : 740 et 770°C. Le verre se présentant sous la forme de plaque, nous l'avons pilé puis avons disposé la poudre sur une des faces planes de nos échantillons ; un traitement thermique à 940°C de 15 minutes a permis de la transformer en un film continu. Du fait de la présence d'un seul film de lubrifiant, la formule utilisée pour la première géométrie a légèrement évolué (le facteur 2 disparaît) (3-16) :

$$\eta = \frac{h^3 \sigma}{3 V R^2}$$
(3-16)

Après dépouillement, nous avons comparé les résultats expérimentaux avec la courbe fournie par Saint Gobain (Figure 3-19).



Figure 3-19 : Comparaison des résultats expérimentaux et théorique pour le verre 1 (géométrie 1)





Nous trouvons des viscosités (de l'ordre de 10^4 Pa.s) bien en deçà des valeurs attendues, *Figure 3-19*, qui se situent entre 10^6 et 10^7 Pa.s. Ces valeurs de viscosité sont très élevées, et nous devons alors nous poser la question de l'influence de l'auto-échauffement de l'émail au cours du test sur les résultats de mesure de viscosité : une élévation de température de l'émail induite par sa déformation peut en effet expliquer cette chute apparente de viscosité.

La température au sein d'un matériau lors de son écoulement dépend en toute généralité des transferts thermiques par convection et par conduction (cf. 2.3.5). Les nombres adimensionnels tels que les nombres de Cameron, Peclet ou Brinckman peuvent nous aider à identifier le régime thermique existant dans un écoulement [27]. Le nombre de Cameron, qui traduit la compétition conduction/ convection, s'écrit généralement (3-17) :

$$Ca = \frac{aL}{\overline{u} h^2} \tag{3-17}$$

Dans ce nombre, a correspond à la diffusivité thermique du matériau, L à la longueur de l'écoulement, \overline{u} à la vitesse moyenne et h à l'épaisseur. En écrasement, $\overline{u} \approx VL/h$ si bien que Ca en écrasement s'identifie à l'inverse du nombre de Peclet (3-18) :

$$Pe = \frac{Vh}{a}$$
(3-18)

Un Peclet élevé (supérieur à 100) traduit un régime d'écoulement quasiadiabatique, où la conduction est négligeable, alors qu'un Peclet faible (inférieur à 1) traduit un régime thermique dominé par la conduction thermique. Le nombre de Brinckman caractérise alors l'importance des échauffements induits par la dissipation visqueuse et se calcule comme suit :

$$Br = \frac{\eta \overline{u}^2}{K_t (T_p - T_0)}$$
(3-19)

Cette fois, nous trouvons dans ce terme, la viscosité, l'écart de température entre la température de paroi T_p et la température effective du produit T_0 et la conductivité thermique du matériau K_t . Ces nombres servent ainsi à déterminer le régime thermique qui règne au sein de l'écoulement. Si, après calcul, le nombre de Brinckman est petit, la température du film est voisine de la température des parois. Si ce nombre est grand, la température du matériau sera commandée essentiellement par la dissipation visqueuse et la conduction. Nous avons donc cherché à déterminer le régime thermique de notre écoulement lors de ce test de compression, en calculant ces nombres.

Calculons le nombre de Cameron de nos essais, qui s'identifie à l'inverse du nombre de Peclet. Dans notre cas, pour un émail, la diffusivité classiquement observée est de l'ordre de $a=8.10^{-7} \text{m}^2/\text{s}$. La vitesse de l'outil supérieur étant de V = 10 mm/s et la hauteur de l'émail piégée de l'ordre du millimètre h = 1 mm, l'application numérique donne Ca= 8.10^{-2} . Nous avons par ailleurs calculé le nombre de Brinckman appliqué à notre cas. Nous avons : $K_t = 2.10^{-3}$





W.mm⁻¹.K⁻¹, une viscosité η =4.10⁶ Pa.s(cas réel), une vitesse d'outil de V=10 mm/s, un rayon de 7,5 mm, une épaisseur d'émail h= 1 mm et un écart de température de 45°C (valeur maximale exagérée); nous trouvons une valeur Br=625000: Cette valeur très élevée montre que la seule conduction conduirait à des échauffements irréalistes et que l'hypothèse de convection pure est plus raisonnable. [27]. Il est relativement simple d'obtenir une estimation de l'élévation de température en convection pure au sein de la couche d'émail. Elle est donnée par la relation (3-20) [27]:

$$\Delta T = \frac{\Delta p}{\rho C_p}$$
(3-20)

Pour $\rho = 2000 \text{ kg/m}^3$, $C_p = 2000 \text{ J/kg.°C}$, et une contrainte d'écoulement du TA6V de $\sigma_0 = 400$ MPa à la température de l'essai. Nous obtenons, lors de l'application numérique, une augmentation de la température de 100°C. Nous avons donc décalé de cette valeur l'abscisse associée aux valeurs de viscosité mesurées (*Figure 3-20*). Les résultats se sont ainsi fortement rapprochés de la courbe réelle.



Figure 3-20 : Comparaison des viscosités mesurées, adaptées et théorique de l'émail Saint Gobain.

Une approche un peu plus fine consiste à modifier la théorie du dépouillement en intégrant, dans l'équation de Reynolds, la dépendance de la viscosité vis à vis de son auto-échauffement. Pour cela, nous avons déterminé le coefficient de sensibilité à la variation de température δ de l'émail Saint Gobain (d'après la courbe théorique). Il a suffit d'appliquer la formule (**3-21**) :

$$\delta \cong -\frac{\partial \ln \eta}{\partial T} \tag{3-21}$$





La valeur déterminée est $3,7.10^{-2}$. Cela nous permet, dans la plage de température d'essai de définir une loi de variation de viscosité par rapport à une viscosité référence et un écart de température (3-22) :

$$\eta = \eta_0 e^{-\delta \Delta T} \tag{3-22}$$

L'intégration de l'équation de la chaleur en écrasement en négligeant le terme de conduction, montre que l'échauffement d'une tranche de film au rayon r est $\Delta T = (p(0)-p(r))/(\rho C)$. Si nous reportons ΔT dans (3-22), nous obtenons l'expression de la viscosité (3-23) :

$$\eta = \eta_0 e^{-\delta \frac{\Delta p}{\rho C_p}} = \eta_0 e^{-\delta \frac{p(r) - p(0)}{\rho C_p}}$$
(3-23)

L'équation de Reynolds à utiliser est exactement donnée en (3-8) puisqu'en cas axisymétrique et avec un seul film d'émail. En intégrant cette formulation de la viscosité (traduisant la dépendance de la viscosité vis à vis de la pression), nous obtenons après la première intégration (3-24):

$$\frac{h^{3}}{12\eta(p)}\frac{\partial p}{\partial r} = -\frac{Vr}{2} + \frac{A}{r}$$
(3-24)

Comme le maximum de pression est atteint au centre du contact pour r=0, sa dérivée s'annule. Cela nous donne A=0, ce qui simplifie à nouveau l'équation. Après élimination des constantes du premier membre, nous obtenons (3-25) :

$$e^{-\delta \frac{p(r)-p(0)}{\rho C_{p}}} \frac{\partial p}{\partial r} = -\frac{6Vr\eta_{0}}{h^{3}}$$
(3-25)

Après une deuxième intégration par rapport à r, entre les bornes 0 et R, nous obtenons une nouvelle formule de la viscosité sous ces hypothèses (3-26).

$$\eta_{0} = \frac{h^{3}}{3VR^{2}} f(\sigma_{0}) \qquad \text{avec} \qquad f(\sigma_{0}) = \frac{\rho C_{p}}{\delta} e^{\frac{\delta \sigma_{0}}{\rho C_{p}}} \left(1 - e^{-\frac{\delta \sigma_{0}}{\rho C_{p}}}\right) \qquad (3-26)$$

En appliquant cette dernière formule, la plus complète, tenant compte des effets de l'auto-échauffement en régime adiabatique, nous obtenons des résultats intéressants, mais les viscosités mesurées restent encore en deçà des valeurs cherchées (*Figure 3-21*). Nous pouvons cependant remarquer que les points semblent suivre la courbe, à un facteur correctif près.







Figure 3-21 : Effet des différentes corrections (auto-échauffement).

Les difficultés rencontrées nous ont amenés à choisir une géométrie d'essai et une procédure opératoire destinées à fiabiliser les résultats.

- La géométrie la mieux adaptée à notre test est la troisième, mais en intégrant un système de centrage à l'extérieur de l'échantillon.
- En ce qui concerne les effets thermiques lors de l'écoulement de l'émail, il importe d'essayer de les réduire au maximum. Il est impératif de réduire la vitesse d'écrasement et d'augmenter la température des essais afin de diminuer la viscosité de l'émail étudié. On va ainsi vers un régime de conduction pure (Pe faible), avec auto-échauffement faible (Br faible). En outre, nous avons vu que pour les fortes viscosités, le phénomène de piégeage n'est pas totalement effectif.

Nous proposons ainsi d'utiliser une dernière géométrie qui adopte tous les principes retenus jusqu'à lors (piégeage entre deux lopins de TA6V et système de centrage à l'extérieur) (*Figure 3-22*).



Figure 3-22 : Dernière géométrie de test de compression isotherme proposée

Pour minimiser les effets thermiques, cette géométrie est utilisée à des vitesses beaucoup plus faibles et des températures plus importantes que précédemment. Nous avons ainsi conduit deux essais, à 990 °C et avec une vitesse d'outil V= 0,5 mm/s. L'émail a été préalablement posé sous forme de poudre sur la face plane l'un des lopins et chauffé à 940°C pendant 10 min. Nous avons ensuite procédé à un maintien de l'échantillon à la température de l'essai durant 15 min, avant de procéder réellement à l'essai. Les épaisseurs




piégées n'étaient pas identiques sur les deux lopins, l'échantillon de plus faible épaisseur contenant plus de bulles de gaz que l'autre. Par ailleurs, nous avons constaté que les bulles présentes dans l'épaisseur s'enfonçaient localement dans le métal, y compris pour les faibles déformations auxquelles nous travaillons.

Nous avons estimé la viscosité du produit pour ces deux essais, à l'aide de la formule (3-15) compte tenu de la présence d'un seul film d'émail.

La figure suivante (Figure 3-23) compare ces derniers résultats à la courbe viscosité-température fournie par Saint Gobain. Nous pouvons ainsi nous rendre compte que les résultats sont encore nettement en dessous des valeurs théoriques. Par contre, nous avons cette fois mis en évidence l'effet des bulles de gaz emprisonnées dans l'émail sur la mesure de viscosité. En effet, la viscosité la plus faible correspond à l'échantillon comportant le plus de bulles de gaz de fort diamètre (D>30µm). Il devient manifeste que la présence des bulles de gaz induit une chute significative de la viscosité.



Figure 3-23 : Résultats expérimentaux (géométrie 4) obtenus avec un émail de calage – Effet des bulles de gaz

Le facteur d'écart à la courbe fournie par Saint-Gobain est donc de l'ordre de 3 (ou 7 pour le film avec bulles). En ajoutant chacune des mesures effectuées, nous retrouvons précisément l'allure de la courbe théorique, mais avec un décalage régulier (Figure 3-24).









Figure 3-24 : Comparaison de la courbe théorique et des différents points expérimentaux

Nous pouvons donc conclure que notre méthode de mesure de viscosité à chaud des émaux ne donne pas une valeur exacte de la viscosité, mais donne globalement satisfaction puisque nous retrouvons, à un facteur sensiblement constant près, la loi de variation de la viscosité avec la température. Ce résultat soulève des doutes quant à la validité de nos interprétations à l'aide du modèle de Wilson. Nous avions par ailleurs observé que pour les très fortes viscosités, on n'observe pas totalement un piégeage d'émail.

Nous allons donc confronter plus précisément la distribution d'épaisseur piégée observée expérimentalement aux prévisions du modèle de Wilson, puis évaluer la représentativité de ce modèle à l'aide d'une simulation numérique de l'essai et ainsi analyser les causes de ces écarts et proposer un facteur de correction.

3.3.6 Modèle isotherme et simulation numérique

Le but de cette section est de définir un modèle isotherme de répartition de l'émail pour tester les hypothèses émises par Wilson en 1974, et comparer les profils théoriques avec l'expérience. La distribution numérique obtenue par simulation sera par ailleurs comparée à ces deux résultats.

3.3.6.1 Modèle isotherme

Selon Wilson, nous pouvons schématiser le phénomène de piégeage comme une mise en pression du film d'émail (*Figure 3-25*), pression qui devient égale à la contrainte d'écoulement du TA6V du centre jusqu'au rayon R_0 , et s'annule en dehors du contact (r=R), le métal étant supposé rigide (et le film d'épaisseur constante) entre les rayons R_0 et R. On se place dans le cas de la première géométrie testée.







Figure 3-25 : Schématisation de la phase de piégeage.

La formule (3-6) est donc utilisée pour définir la variation de pression du film à l'intérieur du contact. Si nous considérons un contact parfaitement collant entre l'outil et l'émail (en faisant abstraction de l'effet de la couche de nitrure de bore), ainsi qu'entre l'émail et le TA6V, l'expression du débit dû à la mise en pression du film, peut s'écrire (3-27):

$$q = -\frac{h^3}{12\eta} \frac{\partial p}{\partial r}$$
(3-27)

Par ailleurs, la conservation de matière entre le rayon de piégeage (R_0) et un rayon r quelconque, induit une relation entre le débit (q), la vitesse (V) de l'outil et ce même rayon de piégeage (3-28):

$$q = \frac{V}{4} \left(r - \frac{R_0^2}{r} \right)$$
(3-28)

En égalisant les équations (3-27) et (3-28), en intégrant de R_0 à R et en simplifiant l'équation, nous obtenons la formule (3-29) de la répartition de l'épaisseur en fonction du rayon que l'on obtient de manière équivalente par double intégration de (3-3):

$$h(R_0) = h_0 \left[1 - \left(\frac{R_0}{R}\right)^2 - 2\left(\frac{R_0}{R}\right)^2 \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) \right]^{\frac{1}{3}}$$
(3-29)

Dans la formule (3-29), le terme h_0 désigne l'épaisseur piégée au centre, explicité par la formule (3-30), issue de (3-1).

$$h_0 = \sqrt[3]{\frac{3\eta V R^2}{2\sigma}}$$
(3-30)





Ce modèle nous donne ainsi les répartitions d'émail rencontrées pour une température d'essai. L'idée est d'introduire une épaisseur maximale afin de pouvoir comparer les profils expérimentaux et théoriques, sans se soucier réellement de sa validité. En introduisant, dans cette formule, la moyenne de l'épaisseur maximale mesurée expérimentalement lors des deux essais (deux faces par essais), nous obtenons une courbe théorique à comparer à l'expérience. On peut se rendre compte que les maximums observés sur chaque face des échantillons ne sont pas systématiquement observés au centre du contact. De plus la symétrie du profil des épaisseurs n'est pas respectée dans la majeure partie des cas. La *Figure 3-26* présente cette comparaison pour une température d'essai de 650° C pour l'émail 4.



Figure 3-26 : Comparaison des profils expérimentaux et théorique à 700°C (Première géométrie, émail 4, V= 10 mm/s)

Nous pouvons ainsi remarquer que l'aspect des distributions expérimentales et théoriques est nettement différent. Nous avons une répartition théorique de type parabolique tandis qu'expérimentalement, nous avons une épaisseur relativement constante au centre du contact qui diminue brusquement jusqu'à s'annuler sur le bord du contact (1 mm approximativement). Il se confirme donc que le modèle de Wilson ne décrit qu'imparfaitement le processus de piégeage, résultat déjà observé lorsque la viscosité de l'émail est très élevée (piégeage partiel).

Nous allons à présent développer une simulation numérique directe du piégeage de l'émail.





3.3.6.2 Simulation numérique du piégeage

L'idée de départ est de tester la théorie de Wilson avec le logiciel Forge2[®] en version multi-matériaux. Il s'agit d'un code éléments finis conçu pour travailler dans des conditions axisymétriques ou planes (en deux dimensions). Nous avons donc considéré notre verre comme un fluide newtonien et le métal comme un corps pseudo-plastique, avec des caractéristiques égales à celles du TA6V. Nous avons effectué ces simulations dans des conditions isothermes. Du fait des symétries du problème, nous n'avons simulé que le quart de la première géométrie. Nous avons commencé par essayer de simuler le cas réel, mais les écarts de dimensions entre notre film d'émail et la pièce en TA6V nous ont conduit à un échec lié à des problèmes de maillage initial et de remaillage. Nous avons donc ajusté la géométrie du métal à celle de l'émail, de manière à obtenir pour les deux matériaux des dimensions compatibles avec le problème du maillage. Les premières observations qualitatives nous donnent des résultats satisfaisants. En effet, nous constatons deux phénomènes rencontrés expérimentalement : le phénomène de perlage à l'extérieur du contact (témoignant de l'évacuation de l'excès d'émail) et une épaisseur piégée maximale au centre (Figure 3-27).



Figure 3-27 : Résultat de calcul Forge2 multi-matériaux de compression isotherme (contrainte normale).

Par ailleurs, nous avons simulé ce phénomène de piégeage dans le cas de la seconde géométrie, avec fuite d'émail au centre. Cette fois encore nous avons retrouvé les mêmes types de distribution qu'expérimentalement, ainsi qu'une valeur du rayon où la pression est maximale très proche de celle du calcul théorique donnée par (3-13). Une application numérique de cette valeur théorique nous donne $R_{pmax}=3,71$ mm tandis que Forge2-multimatériaux[®] le situe à 3,70 mm du centre du lopin.

Nous avons finalement effectué une analyse quantitative détaillée du phénomène de piégeage pour la première géométrie dans les conditions suivantes :





- Ecrasement axisymétrique de cylindres élancés (même élancement que dans nos essais : R= 1 mm, H/2= 1,4 mm ; D/H=0,7) et plats (R=1mm, H/2= 0,5 mm ; D/H=2).
- métal de contrainte d'écoulement $\sigma_0 \approx K \dot{\overline{\varepsilon}}^m$ avec les données relatives au TA6V à chaud (cf. ci-dessous)
- émail de viscosité $\eta = 5.10^3$ (10⁴) Pa.s et d'épaisseur initiale $h_i = 100$ (130) μm
- V/2 = 5 mm/s
- environ quatre mailles à travers l'épaisseur d'émail
- écrasement de 20 %.

Nous avons fait varier l'aplatissement du lopin, car le modèle de Wilson est un modèle de déformation par tranches du métal, d'autant plus réaliste que le lopin est plat : il est donc intéressant d'apprécier l'effet de ce paramètre sur les résultats. Nous avons également simulé le cas de la déformation plane, mais les résultats étant très similaires, nous ne les présenterons pas. Pour la géométrie simulée (*Figure 3-27*) la formule (**3-1**) exprime selon le modèle de Wilson la valeur de l'épaisseur piégée au centre (**3-31**) :

$$h_{th} = \sqrt[3]{\frac{3V\eta R^2}{2\sigma_0}}$$
(3-31)

Notons à ce niveau une première limite du modèle de Wilson par rapport à nos conditions ; le métal est supposé rigide-parfaitement plastique ; il faut donc définir une valeur de contrainte d'écoulement. Nous allons appliquer la même méthode que pour les expériences réelles. Pour le lopin élancé et les conditions de la simulation, nous trouvons numériquement une force de forgeage F=329,6 N ; on en déduit par la relation donnée par Polakovski (3-7), que la contrainte d'écoulement du TA6V est 105 MPa. La formule (3-31), donne, pour $\eta = 10^4$ Pa.s, $h_{th} = 112,6 \mu m$. Un examen rapide des résultats du calcul par éléments finis donne une épaisseur piégée nettement plus faible : 73,3 μm . Il se confirme donc que les calculs par éléments finis ne conduisent pas à la même épaisseur piégée à l'interface d'un outil et d'un lopin que celle estimée par Wilson.

Nous avons alors analysé plus en détail les écarts entre la simulation directe et la théorie de Wilson. Pour déterminer l'épaisseur théorique de piégeage de Wilson, nous avons calculé la contrainte d'écoulement du métal selon deux formules :

Une estimation directe à partir de la loi rhéologique par la formule suivante (3-32) :

$$\sigma_0 = K \left(\frac{V}{H}\right)^m \tag{3-32}$$

K la consistance et m le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation. Celle-ci est estimée par le terme V/H.

Une estimation par la méthode de Polakovski [26] qui déduit la contrainte d'écoulement du métal de la valeur de la force calculée F et





de la surface de l'échantillon (πR^2 dans le cas axisymétrique) par la formule :

$$\sigma_0 = \frac{F}{\pi R^2}$$
(3-33)

Nous avons négligé le terme H/H_0 compte tenu du fait d'écrasement de métal très faible.

L'un des points délicats de ces simulations est que le logiciel ne peut terminer la phase de piégeage. L'une des raisons en est que le logiciel, dans sa version actuelle, ne peut pas vraiment rompre les mailles situées dans le film d'émail à la limite de l'interface. Une autre raison, plus pertinente, est que le mode de déformation du métal et de l'émail se différentie de celui proposé par le modèle de Wilson. La Figure 3-28 montre l'évolution avec le temps de la pression du film au centre divisée par la contrainte d'écoulement du TA6V et de l'épaisseur divisée par l'épaisseur théoriquement piégée selon Wilson h_{th}. Si la distribution de pression est conforme à celle calculée à partir de l'équation de Reynolds tant que la pression maximale est inférieure à la contrainte d'écoulement plastique du métal, c'est à dire tant que l'épaisseur d'émail est inférieure à l'épaisseur théoriquement piégée selon Wilson, audelà, métal et émail se déforment conjointement tout le long de l'interface. La pression est maximale au centre, où elle dépasse la contrainte d'écoulement du TA6V d'environ 40% dans les cas élancés pour ensuite décroître vers la contrainte d'écoulement. L'épaisseur au centre décroît en dessous de h_{th} d'abord fortement, tant que la pression croît, puis tend à se stabiliser au-delà, mais évolue toujours en fin de simulation.



Figure 3-28 : Évolution de la pression et de l'épaisseur au centre du film d'émail divisée par la contrainte d'écoulement du TA6V zt l'épaisseur piégée selon Wilson (D/H=0,7 ; $\eta = 5.10^3$ Pa.s ; $h_i = 100 \ \mu m$).





Compte tenu des limites de la simulation numérique, il est nécessaire de déterminer un critère de fin de piégeage, pour estimer l'épaisseur de piégeage réelle. Nous proposons trois critères différents dans ce but.

- Le premier suppose que la phase de piégeage se termine lorsque la pression maximale est atteinte. L'épaisseur correspondante est précisée sur la *Figure 3-28*.
- Un deuxième critère propose de figer le piégeage pour un temps donné tel que l'a imaginé Wilson. Cela correspond en fait au temps nécessaire pour écraser toute l'épaisseur initiale du film d'émail (ici 2h_i/V=0,02 s) (*Figure* 3-29). Nous pouvons voir qu'il s'agit d'un critère sensiblement différent, nécessitant un temps de piégeage plus important et correspond donc à une épaisseur piégée plus faible.



Figure 3-29 : Deuxième critère, fin de piégeage au sens de Wilson $(D/H=0,7; \eta = 5.10^3 Pa.s; h_i = 100 \mu m)$

- La figure suivante (Figure 3-30) présente l'évolution de l'épaisseur piégée numériquement dans le contact en fonction du temps. Nous pouvons observer que l'épaisseur varie sans s'enfoncer dans le métal (au centre) dans les premiers stades du piégeage (mise en pression du film). En revanche, une fois le processus de piégeage débuté, la distribution d'épaisseur reste inchangée et diminue faiblement, témoignant d'une déformation conjointe du métal et de la couche d'émail.
- *Figure 3-31* compare quant à elle les profils de pression le long et de la demi-largeur de contact à différents instants : le profil tend progressivement à s'aplatir dans la zone centrale.
- Le troisième critère se fonde donc sur le fait que les profils de pression sont paraboliques en début de piégeage et deviennent plats au centre du contact pour un certain écrasement. En effet, nous savons que le gradient





de pression est à l'origine des déplacements de l'émail. Si le gradient devient faible ou nul, l'émail n'est plus chassé et le piégeage est terminé.



Figure 3-30 : Évolution du profil d'épaisseur du film d'émail le long du contact en fonction du temps $(D/H=0,7; \eta = 5.10^3 Pa.s; h_i = 100 \ \mu m)$









(3-34)

A l'aide de ces différents critères, nous avons estimé l'épaisseur d'émail à la fin du piégeage, nous avons pu effectuer une comparaison avec les épaisseurs théoriques de Wilson. Le rapport de l'épaisseur de Wilson à celle déterminée par Forge2 et les différents critères nous donnent le terme correctif sur les épaisseurs piégées (α_1). Pour remonter à la mesure de la viscosité avec des essais de compression isotherme, il faut élever ce coefficient à la puissance 3 puisque la formule de Wilson utilise l'épaisseur piégée au cube. La formule du dépouillement des tests devient alors

(3-34):

$$\eta = \alpha_1^{3} \frac{2\sigma_0 h_{F2}^{3}}{3VR^2} = \alpha \frac{2\sigma_0 h_{F2}^{3}}{3VR^2}$$

avec $\alpha = \alpha_1^3$ et h_{F2} l'épaisseur déterminée par simulation numérique

Le terme σ_0 est déterminé par deux méthodes ((3-32) et (3-33)), ce qui nous donne deux coefficients de correction α : le premier issu de la loi rhéologique et le second issu de la méthode de Polakovski. Nous avons testé différentes températures d'essai afin de jouer sur les termes K et m de la loi rhéologique du TA6V, différentes viscosités d'émail et différentes géométries. Le tableau suivant synthétise les résultats concernant le facteur correctif α .

Conditions de	Critère	Rapport D/H	Correction	Correction
simulation			(Wilson loi	(Wilson
			F2)	Polakovski)
T 800°C	1		2,27	2,29
$K_2 = 3, 83 \times K_1$	2	0.7	3,39	3,39
$m_2 = 0,865 \times m_1$	3	0,7	3,39	3,39
$\frac{\eta - 5.10}{T 950^{\circ}C}$	1		2.6	2.5
K_1	2		3,6	3,47
$\begin{array}{c} m_1\\ \eta=5000 \ Pa.s \end{array}$	3	0,7	3,55	3,4
T 950°C	1		2,48	2,38
K_{1}	2	0.7	3,54	3,4
$\eta = 10^4 Pa.s$	3	0,7	3,54	3,4
T 950°C	1		1,63	1,22
K_{1}	2	2	2,14	1,6
$\eta = 5.10^3 Pa.s$	3	2	2,03	1,51
T 950°C	1		2,14	2,06
K_1	2	0.7	3,41	3,28
$\begin{array}{c} m_2\\ \eta=5.10^3 \ Pa.s \end{array}$	3	0,7	3,41	3,28

Tableau 3-2 : Évolution du terme correctif α de mesure de viscosité en fonction des paramètres de simulation et de la méthode de calcul de σ_0





- m_i et K_i (i=1 et 2) sont respectivement les sensibilités à la vitesse de déformation et les consistances du métal à deux températures distinctes.
- d'abord que la méthode de On note tout Polakovski (utilisée expérimentalement) donne des résultats proches des résultats obtenus avec la loi rhéologique dans les cas élancés. Par contre, on note une nette différence pour un produit plat : la raison en est que la forte viscosité de l'émail introduit une cission non négligeable qui augmente ainsi la contrainte moyenne de contact pour cette géométrie. En se basant sur la loi rhéologique, on voit que le facteur correctif α , quel que soit le critère, est, comme prévu, plus faible pour la géométrie plate que pour la géométrie élancée, mais reste très significatif pour un aplatissement de 2. L'augmentation de l'aplatissement du lopin ne permet donc pas de supprimer le facteur correctif.
- Le coefficient correctif α semble assez peu sensible à la viscosité de l'émail et à la consistance du métal, dans les conditions explorées, ce qui valide partiellement l'analyse de Wilson.
- Le facteur correctif α se révèle très sensible à la valeur du terme de sensibilité à la vitesse de déformation m. En effet lorsque nous divisons ce terme par un certain coefficient, le terme correctif est divisé par ce même coefficient. Une partie de l'écart au modèle de Wilson est donc due au comportement pseudo-plastique du métal. Cela implique également que la loi introduite dans Forge2 doit être très précise afin de pouvoir diminuer l'incertitude sur le terme correctif.

En dernier lieu nous notons une influence du critère de fin de piégeage sur ce terme correctif, le critère 3 donnant un facteur voisin du critère 2. Nous trouvons un rapport de 3 entre les essais expérimentaux et la courbe théorique de l'émail de calage, il nous semble alors raisonnable de choisir la moyenne des deux critères afin de corriger les valeurs expérimentales. Nous trouvons alors un terme correctif compris entre 2,7 et 3,1 pour la géométrie élancée et entre 1,4 et 1,88 pour la géométrie plate.

Nous allons à présent conclure ce chapitre par la détermination de loi de comportement des émaux, en tenant compte du terme correctif α défini précédemment.

3.4 Synthèse : détermination des lois de comportement des

différents émaux

Comme nous l'avons vu lors de l'analyse bibliographique, la relation qui lie la viscosité des émaux à la température est du type Vogel-Fulcher-Tamman (3-35). Pour connaître la loi de variation de la viscosité avec la température, il suffit de déterminer trois couples viscosité-température pour déterminer les trois constantes A, B et T₀. Feng [14] néglige le terme T₀, retombant ainsi sur une loi d'Arrhénius. Pour notre part, ce terme sera calculé, puisque cette constante est nécessaire pour décrire la viscosité des émaux à basse température.





$$\log \eta = A + \frac{B}{T - T_0}$$
(3-35)

Nous allons nous intéresser aux quatre émaux étudiés précédemment : l'émail Snecma (émail 4), les émaux 1, 2 et 3.

3.4.1 L'émail Snecma : Loi de comportement

Comme nous l'avons vu au début de ce chapitre, la température de transition ductile-fragile est déterminée avec une erreur d'une quinzaine de degrés. Nous tiendrons compte de cette erreur de mesure pour la détermination de la loi de comportement des émaux. La méthode de mesure de la viscosité des émaux est fiable pour les faibles viscosités, et ce pour les trois géométries proposées, puisque nous retrouvons à peu de choses près les mêmes résultats malgré l'évolution des géométries. Nous avons appliqué le facteur correctif α =2,7 à nos mesures afin de caler le modèle. En effet il est vraisemblable que le premier critère soit le plus réaliste. Pour des températures de 745 et 990 °C, nous n'avons tenu compte que des résultats obtenus avec la troisième géométrie. Par ailleurs, nous savons que la viscosité du verre est de 10^{10,3} Pa.s à la température de transition ductile-fragile.

Si nous appelons η_1 , η_2 et η_3 les viscosités obtenues respectivement pour les températures T_1 , T_2 et T_3 , nous obtenons le système de trois équations (3-36), (3-37) et (3-38) à trois inconnues à résoudre :

$$Log_{10}(\eta_1) = A + \frac{B}{T_1 - T_0}$$
(3-36)

$$Log_{10}(\eta_2) = A + \frac{B}{T_2 - T_0}$$
(3-37)

$$Log_{10}(\eta_3) = A + \frac{B}{T_3 - T_0}$$
(3-38)

Dans (3-38) nous exprimons B en fonction de A et T₀, et cela nous donne (3-39):

$$\mathbf{B} = (\mathbf{T}_3 - \mathbf{T}_0) \operatorname{Log}(\eta_3) - \mathbf{A}(\mathbf{T}_{3-}\mathbf{T}_0)$$
(3-39)

En réintroduisant cette expression de B dans (3-36), nous obtenons après calcul une relation entre A et T_0 (3-40), T_1 , T_3 , η_1 et η_3 :

$$A = \frac{(T_1 - T_0)Log(\eta_1) - (T_3 - T_0)Log(\eta_3)}{(T_1 - T_3)}$$
(3-40)

Il suffit alors de remplacer A et B par leurs expressions respectives dans l'équation (3-37) pour obtenir l'expression de T_0 en fonction de valeurs connues (3-44). Pour simplifier l'expression de T_0 , nous posons :





$$\mathbf{a} = \mathrm{Log}(\boldsymbol{\eta}_2), \tag{3-41}$$

$$b = \frac{(T_2 - T_3)}{(T_1 - T_3)} Log(\eta_1)$$
(3-42)

$$c = \frac{(T_1 - T_2)}{(T_1 - T_3)} Log(\eta_3)$$
(3-43)

$$T_0 = \frac{-aT_2 + bT_1 + cT_3}{-a + b + c}$$
(3-44)

Il nous suffit à présent d'effectuer l'application numérique de T₀, puis de A et enfin de B. Nous avons évalué ces paramètres à partir des valeurs de viscosité à 570 °C (température de transition ductile-fragile), 745 °C et 990 °C. Nous trouvons ainsi la loi de comportement de l'émail Snecma (3-45) :

et

$$Log_{10}(\eta) = -3.2 + \frac{2865.4}{(T - 343.9)}$$
(3-45)

La figure suivante (Figure 3-32) montre la confrontation entre la loi déterminée et les valeurs mesurées. Cette figure souligne à nouveau la difficulté d'avoir une épaisseur d'émail suffisante à basse température.



Figure 3-32 : Confrontation de la totalité des points expérimentaux de l'émail 4 et de la loi de comportement déterminée

Nous avons par ailleurs déterminé les lois de variation de viscosité avec la température en prenant des températures de transition ductile-fragile plus faibles et plus fortes de 15°C, prenant ainsi en compte l'erreur de mesure (Figure 3-33).









Figure 3-33 : Prise en compte de l'erreur de mesure de la température de transition ductile-fragile.

Nous nous rendons ainsi compte que l'erreur commise sur la viscosité dans une plage de température allant de 700 à 1000 °C est minime, tandis qu'elle devient très conséquente (et donc non négligeable) à des températures inférieures à 700°C. Une erreur de 15°C sur la température de transition ductile-fragile n'a pas d'influence significative sur la loi de comportement, dans la plage de température où l'émail est susceptible de s'écouler $(\eta < 10^5 \text{ Pa.s})$.

Cette loi va également nous permettre de définir l'erreur commise lors de la mesure de la viscosité des émaux à l'aide de l'essai de compression, et donc de préciser le degré de confiance que nous accordons à cette expérience. La figure suivante propose la prise en compte de l'erreur commise.







Figure 3-34 : Estimation de l'erreur commise, comparaison.

On s'aperçoit que l'erreur commise atteint 25 % dans la plupart des cas et peut même atteindre 60 %. Cette incertitude est en grande partie liée au fait que la viscosité est proportionnelle au cube de l'épaisseur mesurée. Nous montrons seulement, grâce à l'estimation de l'erreur commise (déterminée par le nuage de points expérimentaux autour de la loi définie), qu'il est nécessaire de reproduire l'essai plusieurs fois pour une même température et de faire une moyenne des mesures obtenues.

Nous allons à présent nous intéresser aux autres émaux.

3.4.2 Émail de calage, autres émaux utilisés par Snecma

Nous allons commencer par nous intéresser au verre fourni par Saint Gobain. Nous avons procédé de la même manière que pour le verre Snecma. Nous avons déterminé la loi de comportement de cet émail avec les trois couples viscosité température-viscosité que nous avions. Nous avons utilisé les mesures de viscosité corrigées (par estimation des effets thermiques et par le coefficient alpha). Nous avons choisi les couples nous semblant les plus représentatifs de cet émail. Nous obtenons alors une courbe que nous pouvons comparer à la courbe fournie par Saint Gobain. Nous nous rendons alors compte que la loi déterminée n'est pas assez réaliste (*Figure 3-35*). Cela provient du fait que les valeurs obtenues à moyenne température après correction des effets thermiques sont très incertains. En effet, les hypothèses quant à l'auto-échauffement sont trop simplistes. Il est toutefois difficile de proposer une correction plus efficace. Il aurait fallu procéder à des essais à 900°C et 1100°C pour avoir une meilleure estimation.





Figure 3-35 : Loi de comportement de l'émail de calage

Cela nous suggère diverses recommandations pour la pratique de cette méthode. Il importe d'abord d'effectuer les essais à des vitesses faibles pour limiter l'ampleur des effets thermiques. Nous savons donc à présent, que les tests de compression, du fait de la grande déformation de l'émail, sont difficiles à interpréter pour les fortes viscosités, c'est à dire aux faibles températures. Nous devons donc effectuer des essais préliminaires pour estimer la viscosité à différentes températures, analyser. comme précédemment leur pertinence à partir des valeurs d'épaisseurs observées, puis affiner les résultats en effectuant des essais pour des viscosités faibles (inférieures à 1000 Pa.s), à des températures relativement éloignées les unes des autres. Compte tenu de ces déductions, il va sans dire que les lois proposées dans la figure suivante (Figure 3-36), sont entachées d'une forte incertitude. Cela donne néanmoins une idée des températures à explorer pour les tests de compression de cylindre et de toute façon, montre bien l'écart de comportement de ces deux compositions.







Figure 3-36 : Lois de comportement des deux autres émaux Snecma

Il faut rester prudent quant aux résultats obtenus pour l'émail 2. En effet, nous avons constaté, lors des essais d'indentation à chaud ou de compression isotherme, que cet émail réagit chimiquement avec le substrat en TA6V. Les profils d'épaisseur obtenus avec la troisième géométrie présentent de fortes variations, suggérant une succession de zones de piégeage. Cela a probablement gêné l'évacuation de l'émail lors de l'essai, donnant ainsi de fortes viscosités apparentes. D'après le fournisseur et l'analyse bibliographique, nous savons que nous avons deux verres chimiquement différents, ce qui entraîne donc des comportements très différents en terme de viscosité. Il sera ainsi bon de s'assurer de la compatibilité chimique de l'émail avec le TA6V avant de le caractériser, puisque les mesures semblent être faussées par cette réaction avec le substrat.

3.5 Discussion

Nous avons pu mettre en évidence l'intérêt d'avoir deux expériences distinctes pour déterminer la loi de comportement d'un émail. Le test d'indentation à chaud destiné à avoir une idée de la température pour une forte viscosité $(10^{10,3})$, et le test de compression isotherme afin de mesurer les faibles viscosités rencontrées à haute température. Chacune des méthodes possède ses limites. Toutefois, l'incertitude sur la mesure de la température de transition ductile fragile n'induit de fortes variations sur la loi estimée de viscosités que pour les températures les plus basses. Par ailleurs, le test de compression a montré que les plages de viscosités accessibles avec ce test étaient de 1 à 1.10^4 Pa.s. Nous considérons cependant qu'une incertitude de 20% est à redouter pour ce test. Il importe donc de travailler à plus hautes températures ou avec des vitesses d'outils beaucoup plus faibles, afin d'écarter les effets d'auto-échauffement que nous avons rencontrés avec





l'émail de calage. Ainsi, la mise en œuvre de l'essai pour un produit nouveau doit se faire en deux étapes : des tests préliminaires pour cibler les températures définitives d'essai en analysant les résultats obtenus, puis une campagne d'essais définitifs, avec nécessité d'effectuer environ 5 essais par température compte tenu des incertitudes de mesure. Ces essais définitifs doivent correspondre à des valeurs élevées du nombre de Cameron et des valeurs faibles du nombre de Brinkman, de manière à limiter l'autoéchauffement de l'émail, en jouant sur la température de l'essai ou la vitesse d'écrasement.

Nous avons rencontré une autre difficulté dans l'interprétation de l'essai de compression à l'aide du modèle de Wilson. La simulation de l'essai de compression, avec Forge2[®] multi-matériaux a montré les limites des hypothèses de Wilson quant au mode déformation de l'émail et du métal, induisant ainsi une sous-estimation de la viscosité du produit testé. Une première limite tient au fait que ce modèle considère que le métal est un corps rigide-parfaitement plastique tandis que le métal à chaud est viscoplastique. Une autre tient au fait que le métal est supposé se déformer tranche par tranche, modèle assez peu réaliste pour notre géométrie. Nous avons ainsi constaté qu'il était nécessaire d'adapter la formule de Wilson par l'intermédiaire d'un facteur correctif Alpha qui dépend de l'aplatissement du lopin et de l'indice de viscoplasticité du métal.







REFERENCES

- [1] **SCHMIT J.F., 1996**, "Élaboration et caractérisation de verres lubrifiants haute température pour le matriçage d'alliages de titane", Thèse, Université de Montpellier II, (1996).
- [2] AUDRERIE P., 1993, "Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de Titane", Thèse ENSMP-CEMEF, Juin 1993.
- [3] **DUDAY D., 1998**, "Protection de l'alliage de Titane TA6V contre l'oxydation", Thèse Université de La Rochelle, Janvier 1998.
- [4] **VOIGTLANDER O. et. Al., 1983**, "Matriçage de précision isotherme d'aubes de compresseurs de turboréacteurs pour l'aéronautique en alliages de Titane", 11^{ème} Congrès international de l'estampage de Cologne, Juin 1983, p 375-402.
- [5] **GAVRUS A., 1996**, "Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse", Thèse ENSMP-CEMEF, Octobre 1996.
- [6] **LAURENT M., VUILLERMOZ P.L., 1994**, "Conductivité thermique dans les solides", Techniques de l'ingénieur, Article R2850, Volume RAB, 1994.
- [7] **KAHVECI A.I. and WELSCH G.E.**, "Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy", Scripta Metallurgica, 1986, vol. 20, p 1287 1290.
- [8] HOWARD G.N. et al., "Environmental hydrogen embrittlement of an alpha-beta alloy : effect of microstructure" Metallurgical Transaction, 02/1972, vol. 3, p 469 - 475
- [9] FALIPOU M. et. al., "Sticking temperature investigations of glass/metal contacts – Determination of influencing parameters", Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. 70 (1997) N°5, p 137-145.
- [10] **ZARZYCKI J., 1982**, "Les verres et l'état vitreux", Edition MASSON, 1982.
- [11] **HELARY D., 2002**, "measurement on glasses and glass pastes", Travaux ENSMP-CEMEF, Thèse, Article en cours, 2002.
- [12] WOLF C., DUPUIS D., 1994, "Viscosité", Techniques de l'ingénieur, Art. R2350, Vol. RAB, 1994.





- [13] SCHOLZE H., 1980, "Le verre Nature, structure et propriétés", deuxième édition, Institut du verre, Paris, 1980.
- [14] **FENG X. et. al. 1990**, "A model for the viscosity of multicomponent glass melts", », Ceramic transaction nuclear management III, vol 9, p457-468, 1990.
- [15] **TRIBOLOGIE, 2000**, "Lois de frottement et mesure du frottement, P37", », extrait du cours : "Tribologie de la mise en forme", Pierre Montmitonnet, Novembre 2000.
- [16] **REYNOLDS O., 1886**, "On the théorie of lubrification and its application to Mr. Beauchamp Tower's experiments", Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., 1886, vol. 177, p 1.
- [17] FRENE J., NICOLAS D., 1998, "Lubrification hydrodynamique", Cours de Tribologie, Laboratoire de Mécanique du solide, Poitiers, 1998.
- [18] WILSON W.R.D., 1974, "An isoviscous model for the hydrodynamic lubrification of plane strain forging processes with flat dies", J. Lub. Techn. (Trans. ASME), 95-4 (1974), p 539.
- [19] WILSON W.R.D., WANG, 1984, "Hydrodynamic lubrification in single strech forming processes", J. Trib. (Trans. ASME), 106 (1984), p 7-77.
- [20] TRIBOLOGIE, 2000 "Thermique du contact", extrait du cours : "
 [20] Tribologie de la mise en forme ", section F, Eric Felder, Novembre 2000.
- [21] **FELDER E., 2001**, "Effet thermique de la mise en forme", Techniques de l'ingénieur, Art. M3012, Vol. MC, 2001.
- [22] FRASCATI F., 2000, "Etude et caractérisation du procédé de matriçage finition", rapport d'activité, chapitre II, CEMEF-ENSMP, Février 2000.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [23] Note intérieure, 2002, "Caractéristiques thermophysiques de l'alliage TA6V et de l'émail de lubrification utilisé lors du forgeage des aubes fans", référence YKO, 2002, 00719, Villaroche, 2002.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [24] **RHÉOLOGIE, 1999** "Indentation : dureté d'un matériau", extrait du cours : " Rhéologie des solides", section 5, Pierre Montmitonnet, Décembre 1999.





- [25] MIASSOUNDA R., 2002, "Étude et caractérisation d'un défaut de fabrication du type « lézard » sur des aubes fan", rapport de stage, 1^{ère} Année de formation d'Ingénieur Maître, IUP-GSI, Juillet 2002. CONFIDENTIEL SNECMA
- [26] **RHÉOLOGIE, 1999** "Compression des métaux et des polymères", extrait du cours : "*Rhéologie des solides*", section 4, Bernard Monasse, Décembre 1999.
- [27] AGASSANT J.F., AVENAS P., SERGENT J.P., VERGNES B.,
 VINCENT M., "La mise en forme des matières plastiques", chapitre
 3 : "Thermique et change de chaleur dans les pocédés", p. 127,
 Décembre 1995.





CHAPITRE 4

<u>Chapitre 4</u> Étude du frottement et du comportement de l'émail lors du matriçage

4.1 ÉTUDE EXPERIMENTALE DE LA STABILITE DU FILM D'EMAIL ET DUFROTTEMENT PAR DES ESSAIS D'ECRASEMENT ANISOTHERME128

4.1.1	APPROCHE EXPERIMENTALE	128
4.1.2	ESSAIS PRELIMINAIRES, PREMIERS RESULTATS	129
4.1.3	ÉTUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMETRES TRIBOLOGIQUES	131
4.1.3.1	Controle de la presse a differentes temperatures d'outils	132
4.1.3.2	EFFORT DE MATRIÇAGE	132
4.1.3.3	REPARTITION FINALE DE L'EMAIL	132
4.1.3.4	DISCUSSION	132
4.1.4	INTERPRETATION DES ESSAIS PAR SIMULATION NUMERIQUE	132
4.1.4.1	HYPOTHESES DE SIMULATION	132
4.1.4.2	PARAMETRES FIGES ET PARAMETRES EVOLUTIFS	132
4.1.4.3	INTERACTION ENTRE CONDITIONS DE CONTACT ET FROTTEMENT	132
4.2 C	DIALUSIONS : DONNEES PHYSIOUES PERMETTANT L'ANALYS	SE
NUME	RIQUE DU COMPORTEMENT DE L'EMAIL	132
4.2.1	CONTRAINTE NORMALE	132
4.2.2	TEMPERATURE DE SURFACE	132
4.2.3	SYNTHESE	132
13 M	ODELISATION DU COMPORTEMENT DE L'EMAIL EN RECIME	
ANISOTHERME		
		101
4.3.1	PRINCIPE DES MODELES	132
4.3.1.1	PREMIER MODELE : EVOLUTION « STABLE » DU FILM D'EMAIL	132
4.3.1.2	Deuxieme modele	132
4.3.2	ALGORITHME ET APPLICATION DU MODELE	132
4.3.3	SCHEMA ET ALGORITHME	132
4.3.4	RESULTATS	132
4 4 DI	CURRIAN	120
4.4 DI	5CU351UN	132







L'étude sur le site industriel a montré que le défaut provient de l'évolution du film d'émail en cours de déformation plastique de la pièce. Nous avons aussi remarqué que de nombreux paramètres (thermiques notamment) varient au cours du procédé de matriçage finition des aubes en TA6V, ce qui fait que l'épaisseur d'émail n'est pas l'unique responsable de l'apparition des défauts. Nous avons donc développé un test susceptible de reproduire les conditions de forgeage en laboratoire. Nous mettons ainsi en évidence l'effet de différents paramètres (température des outils, épaisseur d'émail et nature du lubrifiant) sur la courbe d'effort et la répartition finale de l'émail. Nous proposons une interprétation de ces résultats ainsi qu'une modélisation de ce test. Par le biais de simulations numériques sur Forge3[®], nous déterminons les paramètres qui sont à l'origine des variations de comportement de l'émail. Nous terminons par la présentation d'un modèle anisotherme de répartition d'émail utilisant des données post-processeur à Forge3[®].

4.1 Étude expérimentale de la stabilité du film d'émail et du

frottement par des essais d'écrasement anisotherme

Notre objectif est de développer une procédure d'essais en laboratoire, permettant de reproduire, mais de manière mieux contrôlée et mieux instrumentée, des conditions de forgeage comparables à celles pratiquées sur site industriel. Nous commençons par présenter l'expérience et ses caractéristiques, puis nous nous intéressons aux résultats obtenus. Tous les essais ont été effectués avec l'émail Snecma (émail 4).

4.1.1 Approche expérimentale

L'idée maîtresse est de se placer dans des conditions de mise en forme très proches du matriçage des aubes. Nous avons donc conservé le principe d'une mise en contact progressive en écrasant des cylindres posés sur leur génératrice entre deux outils plats. Nous avons bien évidemment conservé l'aspect anisotherme du procédé, en imposant au lopin et aux outils des températures voisines de celles mesurées sur le site industriel. Nous avons pu modifier la température des outils, l'écrasement effectif des lopins, l'épaisseur initiale d'émail à l'interface outil/pièce et la nature du lubrifiant. En sortie, nous mesurons l'évolution de l'effort de forgeage, la vitesse effective de rapprochement des tas, la géométrie finale des lopins ainsi que la répartition de l'émail le long des interfaces. La *Figure 4-1* présente la géométrie retenue.







Figure 4-1 : Géométrie des lopins

Nous avons finalement adapté la géométrie et les dimensions des essais de compression isotherme pour en faire un essai anisotherme avec une mise en contact progressive. Nous avons muni les lopins de "tétons" afin de pouvoir les chauffer dans un four sans qu'il y ait contact entre la sole du four et l'émail, évitant ainsi une éventuelle dégradation de la couche d'émail. Par ailleurs, ces appendices permettent de saisir les lopins avec une pince en évitant tout contact direct avec le lopin lui-même. Nous nous sommes placés dans des conditions très voisines du matriçage finition en terme de temps de éprouvettes, températures (940 °C), d'émail chauffe des épaisseurs rencontrées dans le procédé. Afin d'assurer une bonne reproductibilité, nous avons imposé pour tous les essais les mêmes temps de transfert (4 s) et d'attente (6 s) sur le tas entre la sortie du four et le début du matricage, soit un temps total de l'ordre de 10 s qui, du fait du rayonnement, diminue d'environ 100 °C la température du lopin. Les essais ont été effectués sur la machine de traction-compression DARTEC à une vitesse d'écrasement nominale de 200 mm/s, comparable à celle des forgeages industriels. Le temps de contact outil-pièce qui conditionne le comportement des matériaux d'interface (émail, lubrifiant) est donc comparable.

4.1.2 Essais préliminaires, premiers résultats

Des essais préliminaires ont permis de mettre en évidence l'intérêt de cette expérience. Nous avons ainsi testé différentes température d'outil (200 et 250° C) ainsi que différentes courses d'outils (5, 8 et 11 mm). Les lopins étaient revêtus d'une épaisseur d'émail Snecma de 100 µm (avant cuisson). Le diamètre des appendices des lopins a été adapté aux différents écrasements, dans le but de ne pas perturber les mesures d'effort. Les outils ont été usinés dans un bloc de Z38CDV5 (utilisé par Snecma), avec le même traitement de surface (Nitruration gazeuse). Le lubrifiant graphité est le même que celui utilisé en production des aubes Fans (Lubrifiant A).

Les essais étant doublés, nous trouvons une bonne répétabilité des mesures d'effort : nous constatons une variation de l'ordre de 3 %, ce qui peut être considéré comme acceptable pour des essais à chaud. La température des outils n'a d'influence sur les efforts que pour des écrasements importants (audelà de 8 mm). La force augmente au cours de l'écrasement, conformément aux prévisions. Pour une température d'outil de 200 °C, l'effort mesuré est supérieur à celui obtenu pour une température de 250 °C. L'origine de cet effet (frottement, thermique lopin) sera discutée ci-dessous.





Nous nous sommes ensuite intéressés à la distribution d'épaisseur de l'émail, au centre du lopin selon la direction perpendiculaire à la génératrice. Les épaisseurs étant très fluctuantes, difficiles à interpréter, nous avons alors déterminé par la méthode des moindres carrés des courbes de tendance afin d'estimer le profil de répartition. Du fait de la symétrie du lopin, nous avons choisi une loi parabolique pour interpoler les résultats expérimentaux aux différents écrasements. Les tendances sont les mêmes pour les faibles écrasements (5 et 8 mm) : profils convexes, avec un maximum au centre du contact. L'effet de l'écrasement a pour effet de diminuer l'écart entre l'épaisseur au centre et l'épaisseur au bord de la surface de contact, ainsi que l'épaisseur au centre. Les *Figure 4-2* et *Figure 4-3* comparent les tendances obtenues pour les différents écrasements.



Figure 4-2 et Figure 4-3 : Répartitions d'émail pour des écrasements de 5 et 8 mm à 200 et 250 °C, courbes de tendance

Nous avons par ailleurs constaté que pour l'écrasement maximal (11 mm) la tendance était bouleversée. En effet, pour une température d'outil de 250° C, le profil devient concave, alors que pour 200° C, le profil demeure convexe (*Figure 4-4*).









Figure 4-4 : Profils d'épaisseur pour un écrasement de 11 mm à 200 et 250 °C, courbes de tendance

Ces deux profils sont alors à rapprocher des profils obtenus sur les aubes (chapitre 2). Il faut cependant rester prudent en ce qui concerne ces courbes de tendance. Cela nous donne néanmoins une première idée de l'influence de la température des outils sur la distribution finale de l'émail. Ces essais montrent que la stabilité de l'émail ou sa répartition finale dépendent de la température des outils, phénomène logique, mais dont nous ignorions auparavant l'ampleur. Le fait de pouvoir observer ce changement de comportement pour des variations de température comparables à celles observées en usine montre la bonne similitude entre ce test et le procédé industriel.

Nous avons donc essayé de voir l'impact d'autres facteurs comme l'épaisseur d'émail ainsi que la nature du lubrifiant grâce à une deuxième campagne d'essais.

4.1.3 Étude de l'influence des paramètres tribologiques

Les essais préliminaires nous ont montré l'intérêt de pratiquer un écrasement de 11 mm ; ce paramètre opératoire a donc été fixé à cette valeur au cours de ces essais. Comme nous avons vu que le comportement de l'émail dépend de la température des outils, nous avons volontairement accru, lors de cette deuxième campagne, les écarts de température d'outil afin d'accentuer les effets. Nous avons donc fait varier la température des outils dans une plage plus vaste (entre 150 et 300 °C). Par ailleurs, nous avons également fait varier l'épaisseur d'émail (de 50 à 200 μ m avant cuisson) et la nature du lubrifiant. Nous avons comparé les efforts mesurés dans un premier temps et les répartitions finales d'émail dans un second temps. Auparavant, nous allons revenir brièvement sur les problèmes opératoires qui expliquent diverses caractéristiques des résultats.





4.1.3.1 Contrôle de la presse à différentes températures d'outils

En premier lieu, la vitesse de la presse n'est pas constante lors de l'écrasement : il y a inévitablement une phase de décélération finale sur 1 à 1,5 mm de la course (*Figure 4-5*), mais cette phase est sensiblement la même au cours des divers essais. Cette phase de décélération et la viscoplasticité du métal expliquent la décroissance finale des forces (cf. ci-dessous). Afin d'approcher le problème du réglage de l'écrasement de 11 mm pour diverses températures d'outil, nous avons déterminé les courbes de raideur de la machine (en mettant en contact les tas nus) pour chaque température d'outil étudiée (150, 200, 250 et 300°C) (*Figure 4-6*).



Figure 4-5 : Cinématique typique d'un essai de compression anisotherme, à vide et en charge



Figure 4-6 : Courbes de rigidité de la presse hydraulique en fonction de la température des tas





L'abscisse à l'origine augmente quand la température baisse, avec un décalage très significatif (0,6 mm pour 150°C d'écart). Le contact est plus vite établi lorsque la température est plus élevée ; ce qui tient sans doute à la dilatation thermique du montage. Par ailleurs, le cédage est supérieur à 1,2 mm pour la force maximale (300 kN) et pour des raisons peu claires semble plus important à 150°C qu'aux autres températures. Afin de régler l'écrasement, nous disposions un lopin froid entre les deux tas et déterminions ainsi la position de la traverse en début d'écrasement. Nous programmions la course pour obtenir un écrasement effectif de 11 mm en tenant compte du cédage moyen de la presse. Nous avons néanmoins constaté que l'écrasement effectif des lopins pouvait être inférieur de 0,2 mm à la valeur prévue essentiellement pour les températures d'outils les plus basses et pour les plus faibles épaisseurs d'émail.

4.1.3.2 Effort de matriçage

Les essais étant doublés, nous avons pu estimer la reproductibilité de cette expérience. Nous avons noté une seule condition d'essais donnant lieu à de grands écarts en terme d'effort final. Ces essais confirment donc que la reproductibilité de cette procédure expérimentale est satisfaisante puisque l'écart entre les valeurs ne dépasse jamais 2,7 % en fin de matriçage. Nous avons fait la moyenne des efforts obtenus pour les mêmes conditions d'essai pour simplifier les comparaisons. Toutes les figures décrivant les évolutions de la force de forgeage sont en annexe (cf Annexe 1). Nous allons commenter les principaux résultats.

Il se confirme d'abord que la température des outils a une influence non négligeable sur les efforts en matriçage, principalement dans le stade final où la force croît lorsque la température des outils décroît (*Figure 4-7*).







Figure 4-7 : Comparaison des efforts pour différentes températures d'outil.

Nous pouvons également constater que l'écrasement effectif de l'ébauche dépend de la température des outils. Cela nous gène pour comparer convenablement les courbes obtenues pour les différents écrasements. En effet, à 200°C, nous constatons un effort maximal moins important qu'à 250°C, mais pour un écrasement plus faible. Néanmoins, étant donné la position de la courbe obtenue pour une température d'outil de 200°C par rapport à celle à 250°C avant la fin du forgeage, nous pouvons estimer que pour un écrasement final équivalent, l'effort aurait été plus important à 200 qu'à 250°C. Nous pouvons aussi remarquer que seule la courbe obtenue pour une température d'outil de 150°C est décalée des autres dès le début de l'écrasement. L'effort en début d'écrasement dépendant essentiellement de la contrainte d'écoulement du métal (cf. plus loin), cela signifie que la contrainte d'écoulement du TA6V est plus importante, donc que la température des lopins est nettement plus basse. Néanmoins, l'écart s'accentuant avec la course, l'effet de la température d'outil est patent. Nous avons également constaté un effet de l'épaisseur d'émail sur l'effort final de ces essais, et ce pour deux températures (200 et 250°C) d'outils. La figure suivante (Figure 4-8) compare les résultats pour une température d'outil de 200°C.









Figure 4-8 : Effet de l'épaisseur d'émail sur l'effort final de matriçage pour une température d'outil de 200°C

Nous constatons à nouveau une dispersion au niveau des écrasements effectifs, mais cette fois sans inversion de courbes en fin de forgeage. On peut ainsi remarquer que l'effort diminue lorsque l'épaisseur d'émail augmente. On observe le même effet pour les essais effectués avec une température d'outil de 250°C.

Nous avons par ailleurs constaté un léger écart d'effort en fin de matriçage pour les deux lubrifiants testés. Il semble qu'à 200 et 250°C, le nouveau lubrifiant (B) soit plus performant puisque les efforts sont moindres

4.1.3.3 Répartition finale de l'émail

Comme dans le cas de la première série d'essais, nous avons observé la couche d'émail résiduelle sur les pièces après une découpe selon le plan de symétrie de l'échantillon perpendiculaire à sa longueur, enrobage à la pâte d'argent (pour mettre en évidence la couche de verre) puis à la résine. Après polissage, nous avons mesuré l'épaisseur résiduelle tous les 500 μ m sur toute la longueur du contact, dessus comme dessous. La dispersion sur les valeurs





d'épaisseur est très inférieure à celle de la première campagne. Nous obtenons ainsi directement des courbes bien plus nettes. La Figure 4-9 présente l'allure générale des courbes obtenues. Cependant, certaines courbes présentent encore d'assez grandes fluctuations tout au long de la surface de contact. Par ailleurs, dans le but de simplifier la comparaison et limiter l'effet des dispersions sur les épaisseurs initiales, nous avons adimensionné les valeurs d'épaisseurs par la moyenne des épaisseurs mesurées dans la zone centrale (sur une largeur de 2,5 mm environ).



Figure 4-9 : Type de répartitions d'émail obtenues lors de la seconde campagne (h_i =200 µm, outil à 200°C, Lubrifiant A)

Nous observons ainsi que l'épaisseur piégée est maximale au centre, diminue entre le centre et le bord du contact pour ré-augmenter sur les bords, et ce pour la majeure partie des essais effectués. Nous avons conservé les courbes dissociées les unes des autres concernant les deux côtés des échantillons (dessus ou dessous lors du forgeage). Nous n'avions aucun moyen d'identifier le dessus et le dessous lors des essais. Nous avons alors fait l'hypothèse que la température de l'émail était plus faible en dessous qu'en dessus du fait de l'attente sur l'outil inférieur. De ce fait, la largeur du pic central doit être plus grande, le film d'émail étant plus stable. C'est ainsi que nous avons pu reconnaître le dessus du dessous. L'influence des conditions opératoires (température d'outil, épaisseur initiale d'émail, lubrifiant) sur les courbes de distribution finale d'émail n'est pas toujours très nette, et présente parfois quelques différences sur les deux faces, point que nous rediscuterons cidessous ; mais elle est conforme globalement aux effets prévisibles.

Une élévation de température des outils entraîne une évacuation plus prononcée de l'émail vers l'extérieur du contact. La figure (Figure 4-10) illustre ce fait : pour une température d'outil de 300°C, on observe nettement la remontée d'épaisseur d'émail à la périphérie.









Figure 4-10 : Variation de l'épaisseur résiduelle d'émail selon la température et le côté de l'échantillon (lubrifiant A, épaisseur d'émail 100 μm)

A l'inverse, pour une température d'outil de 150° C, les variations d'épaisseurs sont assez faibles, surtout sur le dessous. Cela signifie que le déplacement de l'émail au cours de l'essai a été relativement faible. Par ailleurs, à cette température, la rugosité du métal a très fortement augmenté et nous avons parfois observé des fissures dans le métal comme le présente la figure suivante (*Figure 4-11*). Notons que cette température d'outil maximisait les valeurs de forces.



Figure 4-11 : Fissure du métal à une température d'outil de 150°C

Nous avons aussi noté une influence de l'épaisseur initiale de l'émail. En premier lieu, les épaisseurs les plus fortes (200μ m avant cuisson) ont donné lieu à une évacuation de l'excédent d'émail à l'extérieur du contact, ce qui a formé une perle d'émail, mais cette évacuation ne se fait de manière homogène sur le contact : La figure (*Figure 4-12*) relative aux essais effectués avec des outils à 200° C met bien en évidence que, pour la plus faible épaisseur initiale, l'épaisseur finale est sensiblement constante ; l'augmentation d'épaisseur au centre, point sur lequel nous reviendrons ci-





dessous, mais introduit un creux à mi-rayon suivi d'une remontée d'épaisseur vers les bords.



Figure 4-12 : Distributions finales d'émail pour différentes épaisseurs initiales à T°out=200°C (dessous, lubrifiant A)

Notons que pour l'épaisseur initiale de 100 μ m, on retrouve bien le même ordre de grandeur d'épaisseur finale que pour les essais préliminaires (*Figure* 4-4), mais avec une bien moindre dispersion qui met bien en évidence la légère remontée sur les bords et surtout le maximum d'épaisseur au centre, fait tout à fait en accord avec l'analyse théorique développé ci-dessous. Par la suite, après adimensionnement, les courbes confirment que l'émail s'est plus déplacé lorsque l'épaisseur était importante. La remontée d'épaisseur sur le bord est beaucoup plus prononcée à 200 μ m qu'à 100 μ m et 50 μ m, tant pour des outils à 200°C qu'à 250°C (*Figure 4-13*).





Figure 4-13 : Variation de l'épaisseur résiduelle pour différentes épaisseurs initiales de revêtement.

Nous pouvons alors constater que l'épaisseur résiduelle est plus constante dans tout le contact à 50μ m qu'à 100 ou 200μ m. Nous avons par ailleurs remarqué que pour une épaisseur initiale de revêtement de 50μ m, le film d'émail s'est déchiré en cours d'écrasement en plusieurs endroits. Cela montre alors qu'une épaisseur de 50 μ m ne suffit pas à éviter le contact outil/pièce durant l'opération de matriçage. Nous devons, en matriçage à chaud, nous assurer d'avoir une épaisseur minimale de 100 μ m sur toute la pièce afin d'éviter les contacts outil/pièce et donc l'usure prématurée des matrices.

L'effet du lubrifiant n'est pas très net, notamment à 200°C, mais il apparaît qu'à 250°C, l'épaisseur d'émail est plus uniforme avec l'ancien lubrifiant (A) qu'avec le nouveau (B).

4.1.3.4 Discussion

Nous avons vu que les paramètres que nous avons fait varier au cours de cette campagne influencent nettement les efforts de matriçage et un peu moins nettement les répartitions finales d'émail.

- Une diminution de la température des outils de 300 à 150° C augmente l'effort, mais homogénéise la distribution d'épaisseur d'émail, pour une épaisseur initiale de $100 \ \mu$ m.
- Une variation d'épaisseur initiale d'émail entre 50 et 200 μm a une influence comparable et ceci tant à 200 qu'à 250°C : plus l'épaisseur d'émail est importante, plus l'effort est faible ; la redistribution d'émail est plus prononcée lorsque l'épaisseur initiale est plus grande.
- Le rôle du lubrifiant est quant à lui un peu plus compliqué à déterminer et dépend de la température d'essai. En effet, le lubrifiant B diminue l'effort




final à 200 et surtout 250°C, mais de manière peu nette, favoriserait la redistribution d'émail à 250°C seulement.

D'un point de vue industriel, ces essais montrent qu'il existe une épaisseur optimale d'émail, proche de 100 μ m (± 20 μ m si nous tenons compte de l'incertitude de mesure) à l'état cru, valeur dépendant de la température d'outil et fixée par deux impératifs :

- La protection des outils requiert une épaisseur minimale : 50 μm initial est insuffisant
- La limitation de la quantité d'émail rejetée à la périphérie du contact impose de limiter l'épaisseur : 200 µm est excessif.

Nous observons par ailleurs une corrélation entre les écarts d'effort en fin de matriçage et les écarts de redistribution de l'émail. On remarque ainsi que plus l'effort est important et moins la redistribution de l'émail est marquée. Cela suggère que le frottement peut être à l'origine de ces écarts ou que le déplacement de l'émail dans le contact induise une diminution de l'effort. Après ces remarques, nous allons essayer de déterminer les paramètres

Après ces remarques, nous allons essayer de déterminer les paramètres tribologiques et thermiques de cet essai, et ainsi proposer une interprétation de ces résultats grâce à l'analyse des essais par la simulation numérique.

4.1.4 Interprétation des essais par simulation numérique

Notre objectif est d'analyser ces essais par simulation numérique ; nous allons donc être amenés à faire des hypothèses de modélisation du régime thermique et des conditions mécaniques de contact.

4.1.4.1 Hypothèses de simulation

Nous avons modélisé ce test à l'aide du logiciel Forge3[®], code élément fini en trois dimensions (on ne peut négliger l'extension du métal dans la direction de l'axe de l'ébauche). La version disponible à l'époque de nos travaux (« outils rigides ») suppose la température des outils fixe durant l'écrasement, hypothèse en fait peu restrictive pour la simulation de la déformation du métal, compte tenu de la brièveté du temps de matricage. Par contre, elle ne permet pas directement d'estimer correctement la température de surface réelle des outils et donc la distribution de température dans l'émail. Nous reviendrons sur ce point en 4.3. Par ailleurs, cette version suppose les outils indéformables. Nous estimons que la loi rhéologique du TA6V utilisée pour ces simulations décrit correctement le comportement du métal. Nous avons donc entrepris de recaler les grandeurs géométriques et expérimentales : efforts principalement et géométrie finale du lopin, en faisant varier les grandeurs physiques inconnues : coefficients d'échange thermique (durant le transfert, l'attente du lopin sur tas et le forgeage) et coefficient de frottement. Nous pouvons déjà anticiper a priori la nature des ajustements nécessaires en considérant la figure suivante qui compare l'évolution de la géométrie de l'ébauche dans sa section centrale, avec celle de l'effort de matriçage. Nous avons pris soin de décaler les courbes expérimentales de forces pour éliminer l'effet de l'élasticité de la presse et des outils en début d'écrasement.







Figure 4-14 : Evolution de la géométrie du lopin et de l'effort de matriçage

En début d'écrasement, le contact entre l'outil et le lopin est ponctuel. Le frottement qui règne à l'interface outil/pièce ne peut donc être à l'origine des écarts observés dès le début du matriçage. En revanche le transfert thermique qui a lieu lors de la phase d'attente conditionne la température du métal et sa contrainte d'écoulement plastique, donc a une influence sur la force dès le début de l'écrasement. La largeur de contact et ainsi la surface de contact et l'aplatissement de l'ébauche augmentent avec l'écrasement, ce qui fait que le frottement entre la pièce et l'outil a par contre un effet significatif en fin de matriçage. Pour préciser ces points quantitativement, nous allons simuler l'essai avec diverses valeurs des coefficients de frottement et d'échange thermique durant les différentes phases : le transfert, l'attente sur outil et le matriçage. Le tableau suivant (*Tableau 4-1*) regroupe toutes les valeurs utilisées pour modéliser le test.

	Transfert lopin	Attente sur tas	Matriçage
Coefficients	H.	$H'_1=H_1$	$H''_1 = H_1$
thermiques	11]	H ₂	H ₃
Temps (s)	4	6	5.10^{-2}
Paramètres			$\sigma_0(\overline{\epsilon}, \dot{\overline{\epsilon}}, T)$
tribologiques et rhéologiques	-	-	m

Tableau 4-1 : Paramètres utiliés pour la modélisation du test de compression anisotherme

Nous faisons deux grandes hypothèses pour effectuer ces simulations.

• La première est que le coefficient de transfert thermique apparent avec l'air (H₁) et la température de l'air ambiant sont constants durant les trois





phases du matriçage (ce transfert inclut en fait principalement du rayonnement). C'est une approximation, que nous justifierons plus tard. On suppose également que les coefficients de transfert outil-métal durant l'attente et le matriçage sont constants.

L'autre hypothèse que nous faisons concerne le coefficient de frottement introduit dans le fichier de données pour effectuer la simulation. Nous avons choisi la formulation de Tresca qui donne d'excellents résultats en simulation du matriçage. Nous avons également considéré que ce coefficient de frottement reste constant durant tout l'écrasement de l'ébauche.

Nous avons piloté l'outil supérieur lors de la simulation de la même façon que dans le cas expérimental. Nous prenons ainsi compte le ralentissement de l'outil dans le stade ultime d'écrasement.

4.1.4.2 Paramètres figés et paramètres évolutifs

Nous avons ainsi fait varier les valeurs de chacun des coefficients thermiques ou le coefficient de frottement dans un même cas. Nous avons alors pu vérifier que le frottement, que ce soit au niveau de sa formulation ou de sa valeur, n'intervient vraiment qu'en fin d'écrasement. Les coefficients thermiques de départ sont ceux déterminés par les ingénieurs Snecma, nous les avons adimensionnés par la valeur du coefficient de transfert pendant la phase de transfert. Cela nous donne une idée de la plage de variation de ces trois coefficients :

- transfert $H_1 = 1$;
- attente sur tas $H_2 = 3.6 \times H_1$;

matricage $H_3 = 10,75 \times H_1 \text{ W.m}^{-2} \text{.K}^{-1}$.

Nous avons divisé par deux chacun de ces coefficients pour en déterminer l'effet. Nous avons par la suite testé deux formulations de la loi de frottement : Coulomb limitée Tresca (μ et \overline{m}) puis Tresca (\overline{m}). Nous avons enfin joué sur leur valeur pour en évaluer l'importance, et situer l'effet en début ou en fin d'écrasement. La figure suivante (Figure 4-15) présente les résultats obtenus pour une vitesse d'écrasement constante, sans ralentissement final des outils. Le cas de référence est obtenu pour un frottement de type Coulomb limité Tresca ($\mu = 0.3$ et $\overline{m} = 0.15$) et les coefficients d'échanges thermiques délivrés par Snecma Moteurs.









Figure 4-15 : Effet des différents coefficients thermiques et de la formulation du frottement (vitesse d'écrasement constante)

En premier lieu, ces courbes ont l'allure observée expérimentalement et se situent bien dans la gamme expérimentale, notamment en début d'essai, ce qui valide la loi rhéologique utilisée. Nous avons remarqué que les coefficients H_2 et H_3 n'ont pas d'effet significatif sur l'effort initial. Ils n'agissent qu'après quelques dixièmes de millimètres d'écrasement. Ils influencent par ailleurs l'effort final, mais de façon peu conséquente. Enfin nous avons remarqué une influence du coefficient H_1 sur l'effort en tout début d'écrasement. Par ailleurs, pour des valeurs de ces coefficients thermiques, une diminution de frottement atténue nettement les efforts en fin de forgeage comme prévu : à titre indicatif, nous avons tracé la courbe correspondant à un frottement moitié ou nul (cas glissant).

En regard de ces résultats, nous avons donc figé les coefficients H_2 et H_3 aux valeurs données par Snecma, et nous avons ajusté le terme H_1 pour retrouver nos efforts expérimentaux mesurés en début d'écrasement sans nous soucier du frottement dans un premier temps. Par la suite, pour recaler nos courbes expérimentales, nous supposons que les coefficients thermiques sont fixes, et que seul le coefficient de frottement est responsable des écarts d'effort observés. Cette hypothèse est réaliste puisque toutes les courbes (sauf celle à T°out=150°C) sont initialement très voisines. Le tableau suivant (*Tableau* 4-2) regroupe les valeurs de chaque coefficient obtenues. De la même façon,





nous avons adimensionné les valeurs obtenues par le nouveau coefficient d'échange thermique lors de la phase de transfert.

	H_1	H_2	H_3	Frottement
Valeur	1	$6,25 \times H_1$	$18,75 \times H_1$	De 0,15 à 0,35

Tableau 4-2 : Coefficients fixes et évolutifs, valeurs, plage de variation

4.1.4.3 Interaction entre conditions de contact et frottement

Le simple fait de jouer sur le frottement nous a permis de recaler la quasitotalité des courbes. La figure suivante compare résultats numériques et expérimentaux pour une température d'outil de 300°C.



Figure 4-16 : Comparaison numérique/expérience en terme d'effort de forgeage (outil à 300° C, lubrifiant A, épaisseur d'émail 100 μm).

Nous pouvons alors constater que les deux courbes ont des allures tout à fait comparables, sauf en fin d'écrasement; l'origine de cet écart est assez difficile à préciser; variation du frottement, du transfert thermique, dilatation des outils, cédage de la presse... Nous considérons ainsi qu'un essai est recalé lorsque nous obtenons un effort similaire (à 0,05 tonnes près) à l'aide de la simulation pour un écrasement de 10 mm. Le fait de ne pas tenir compte, lors de la simulation, de l'élasticité de la presse et des outils n'est pas pénalisant puisque nous retrouvons des efforts corrects (à 0,2 tonnes près) après quelques dixièmes de millimètres d'écrasement. Le seul cas où l'écart reste assez élevé concerne la courbe obtenue pour une température d'outil de 150°C. Nous ne présentons pas chacune des courbes obtenues, mais seulement les résultats sous forme de tableau. Le (Tableau 4-3) regroupe les valeurs du coefficient de frottement pour les différentes conditions expérimentales. Les





conditions expérimentales de références sont : $100\mu m$ d'émail, l'ancien lubrifiant (A). Les vitesses et courses de l'outil supérieur sont identiques pour chaque essai. Dans ce tableau, nous ne mentionnant que les paramètres qui se différencient des conditions standards.

Conditions d'essai	Paramètre étudié	Coefficient de
		frottement
Température d'outil : 300°C		0,2
Température d'outil : 250°C	Effet de la température des outils	0,25
Température d'outil : 200°C		0,25
Température d'outil : 150°C		0,325
$H=200\mu m \ a \ T^{\circ}out=250^{\circ}C$	Effet de l'épaisseur pour une	0,175
$H=100\mu m \ a \ T^{\circ}out=250^{\circ}C$	température d'outil de 250°C	0,25
$H=50\mu m \ a \ T^{\circ}out=250^{\circ}C$		0,3
$H=200\mu m \ a \ T^{\circ}out=200^{\circ}C$	Effet de l'épaisseur pour une	0,225
$H=100\mu m \ a \ T^{\circ}out=200^{\circ}C$	température d'outil de 200°C	0,25
$H=50\mu m \ a \ T^{\circ}out=200^{\circ}C$		0,325
Lubrifiant A à $T^{\circ}out=250^{\circ}C$	Effet du lubrifiant pour une	0,25
Lubrifiant B à T°out=250°C	température d'outil de 250°C	0,25
Lubrifiant A à $T^{\circ}out=200^{\circ}C$	Effet du lubrifiant pour une	0,25
Lubrifiant B à T°out=200°C	température d'outil de 250°C	0,25

Tableau 4-3 : Valeurs du coefficient de frottement selon les conditions de forgeage

Nous voyons ainsi l'effet des paramètres sur le frottement. Par ailleurs, nos simulations décrivent correctement l'évolution géométrique du lopin : les largeurs finales des échantillons dans la partie centrale valent expérimentalement 31 ± 0.2 mm alors que la simulation donne 30 mm.

Nous avons voulu savoir si la redistribution finale d'émail est elle aussi liée à ce paramètre. On observe que l'épaisseur centrale est bien corrélée à l'épaisseur déposée sur l'ébauche (*Figure 4-12*), mais lui est très inférieure. Cet écart a une double origine :

- La cuisson de l'émail produit une réduction marquée d'épaisseur
- L'écoulement du métal a le même effet : la déformation étant à peu près plane, cette réduction n'est liée qu'à l'étirement superficiel du métal dans la zone centrale, comme nous le verrons ci dessous.

Nous avons donc conduit les simulations avec les différents coefficients de frottement ainsi qu'avec des capteurs (fibres de métal parallèles au plan de symétrie vertical de la section du lopin). L'évolution en surface de la distance L entre ces capteurs permet d'estimer l'étirement superficiel du métal dans chaque condition d'essai. Il apparaît que le frottement joue un rôle sur l'étirement de surface, et notamment au centre du contact. La conservation du volume dans le film d'émail d'épaisseur h au centre du contact donne la relation (4-1):

$$h_1L_1 = h_2L_2$$

(4-1)





D'où la relation entre l'épaisseur initiale après cuisson et l'épaisseur finale après étirement (4-2) :

$$h_2 = \frac{h_1 L_1}{L_2}$$
 où $\frac{L_1}{L_2}$ est l'étirement de surface à \overline{m} fixé (4-2)

Le tableau ci-dessous (Tableau 4-4) fournit les ordres de grandeur de L_2/L_1 obtenues :

conditions	$\overline{m} = 0,1$	$\overline{m} = 0,3$	Côté $\overline{m} = 0,3$ côté $\overline{m} = 0,1$
L_2/L_1	1,37	1,29	1,126 1,96

Tableau 4-4 : Variation de l'étirement de surface en fonction du coefficientde frottement (origine : simulation numérique)

Pour des conditions symétriques de contact, l'étirement du métal produit une réduction d'épaisseur de l'émail entre 23 et 30 % dans la gamme de frottement expérimentale. A noter qu'en conditions dissymétriques, correspondant à un frottement moyen de 0,2, on a un étirement très dissymétrique, produisant un amincissement de 12 et presque 50 %, ce qui peut expliquer certaines incertitudes expérimentales. Faute d'information précise sur l'existence de dissymétries, nous avons supposé le frottement identique sur les deux côtés du lopin.

A partir des épaisseurs déposées sur chaque lopin, nous avons estimé la variation d'épaisseur pendant la cuisson d'après la variation de densité mesurée dans le troisième chapitre, puis estimé par simulation numérique l'amincissement dû à l'étirement du métal. Nous avons ainsi des comparaisons entre les épaisseurs après cuisson, les épaisseurs après étirement et les épaisseurs expérimentales (Figure 4-17).







Figure 4-17 : Epaisseurs au centre du contact : Comparaison des épaisseurs après cuisson, après étirement et des valeurs expérimentales

Nous nous rendons alors compte que le frottement est un paramètre déterminant sur l'épaisseur de piégeage au centre du contact. En effet, on observe dans l'ensemble un bon accord entre les épaisseurs estimées et les valeurs expérimentales à condition d'estimer l'étirement avec le frottement mesuré lors de l'essai. Nous observons toutefois que cette estimation reste supérieure aux valeurs observées dans trois cas : pour les températures d'outil de 300° C (épaisseur de 100 µm initiale) et 250° C (épaisseurs de 50, 100 et 200 µm initiales). Il apparaît alors que le frottement n'est pas le seul paramètre responsable de l'épaisseur piégée au centre. Pour les températures les plus hautes, il est probable que la mise en contact progressive soit en mesure de chasser une fraction significative de l'émail du centre du contact. Ce phénomène est certainement à l'origine de l'apparition des défauts pour des températures d'outil trop élevées.

4.2 Conclusions : Données physiques permettant l'analyse

numérique du comportement de l'émail

Comme nous l'avons vu au cours de la section précédente, le frottement est un paramètre influent sur l'épaisseur piégée au centre par l'intermédiaire de l'étirement de surface du métal. Mais d'autres grandeurs de contact comme la température et la pression de contact ont certainement une influence sur la redistribution d'émail. Nous allons donc préciser ces grandeurs à l'aide de la simulation Forge3. Nous les comparons ensuite avec les distributions finales de l'émail afin de bien montrer la corrélation entre ces données et le comportement du film d'émail en régime anisotherme.





4.2.1 Contrainte normale

Nous savons, d'après l'analyse bibliographique et les travaux de Reynolds, qu'un gradient de pression du centre du contact à l'extérieur du contact conduit à une évacuation de l'émail. Les *Figure 4-18* et *Figure 4-19* respectivement fournissent pour la fin de l'écrasement les cartes de valeurs de contrainte normale et sa distribution dans la section centrale.



On observe, comme prévu, un maximum de pression de contact dans la partie centrale du contact. Nous avons observé sur les lopins une tache centrale de même forme que celle correspondant au maximum de pression en simulation. La Figure 4-20 est une photographie de la zone centrale qui semble présenter les « stigmates » d'une grande pression de contact.



Figure 4-20 : Observation de la zone centrale d'un lopin suggérant l'existence d'une grande pression de contact

Les profils de contraintes normales sont assez bruités, notamment vers le bord. La qualité des profils dépend évidemment de la qualité et de la finesse





du maillage. Néanmoins, le profil central a bien l'aspect de « colline » dû au frottement et à l'aplatissement final du lopin. Ce profil présente un maximum constant sur quelques millimètres au centre, ce qui correspond à un faible gradient de pression. Cela permet de vérifier que seul l'étirement superficiel du métal agit sur l'épaisseur d'émail dans la zone centrale..

4.2.2 Température de surface

La température de surface de nos échantillons, au stade final de l'écrasement, nous donne une idée de la viscosité du produit en chaque point de la zone en contact (du côté du métal). Notons que nous ne prenons pas en compte l'échauffement de surface des outils qui ne semble pas négligeable d'un point de vue expérimental (augmentation d'une centaine de degré en fin de forgeage). Cela nous donne cependant une idée de la variation de viscosité selon les zones du contact. Les *Figure 4-21* et *Figure 4-22* présentent la carte de la température superficielles finale obtenue et le profil de température dans la section centrale.



Figure 4-21 Répartition de la température superficielle ($\overline{m} = 0,2$)



Figure 4-22 Evolution dans la section centrale

On observe que dans la partie centrale, le température superficielle présente deux maxima symétriques et « arrondis » situées à peu près à mi-distance du bord, les températures au centre et aux bords étant assez voisines. A partir de cette courbe et de la loi de viscosité de l'émail, nous pouvons en déduire une courbe d'évolution de viscosité dans le contact, sans oublier que la température de l'émail évolue également au travers de son épaisseur.

4.2.3 Synthèse

La Figure 4-23 présente les courbes de pression de contact, de température superficielle du métal, de viscosité η de l'émail Snecma associée et la courbe de distribution expérimentale d'épaisseur h de l'émail. On note une forte corrélation entre les profils de p, η et h. En effet, nous trouvons un maximum d'épaisseur dans la zone où η est maximale et le gradient de pression très faible (au centre). Par ailleurs à une distance intermédiaire entre le centre et le bord du contact, où l'épaisseur est minimale, nous trouvons un gradient de





pression pouvant induire un débit de fuite de l'émail (fait sur lequel nous reviendrons plus précisément à la fin de ce chapitre) dans une zone où la température est la plus importante et donc où la viscosité du produit est la plus faible, c'est à dire où l'émail est le plus susceptible de s'écouler. En bord de zone contact, nous avons toujours un gradient de pression, peut-être plus faible, mais pour des valeurs de température plus faibles et donc pour des viscosités plus importantes. L'épaisseur y remonte.



Figure 4-23 : Confrontation des données thermo-mécaniques et de la distribution finale de l'épaisseur d'émail

Nous nous rendons compte que ces données sont très certainement celles qui engendrent les modifications de l'épaisseur de l'émail pendant la déformation plastique des échantillons. Il ne faut cependant pas oublier l'effet du frottement dont nous avons souligné dans la section précédente son importance au centre du contact. Il serait singulier qu'il n'influence pas le reste de la zone de contact.

Par ailleurs, nous nous sommes servis de ces paramètres de simulation recalés expérimentalement pour étudier le matriçage des soucoupes. La Figure 4-24 rappelle l'évolution de géométrie observée lors de tels essais et les zones de saisie de données mécaniques et thermiques. Nous voulions préciser l'effet de la bavure sur les contraintes thermo-mécaniques à l'interface outil/pièce. Nous avons comparé les profils de contrainte normale et de température dans les sections radiales par les deux plans de symétrie du lopin : celle traversant la bavure et celle ne la traversant pas.









Figure 4-24 : Évolution de géométrie lors des essais soucoupes

Sur les deux sections de la pièce exposées ci-dessus, nous avons étudié la contrainte normale en fonction de l'écrasement. Nous pouvons nous rendre compte que les profils de contrainte normale sont tout à fait comparables dans les deux zones jusqu'à un écrasement de 7,4 mm. Puis, la contrainte normale passe par un minimum dans une zone voisine de celle des défauts observés (chapitre 2). Après ce stade, seul le profil sur la bavure possède un point d'inflexion avant la limite du contact.



Figure 4-25 : Evolution des profils de contrainte normale avec l'écrasement dans une section centrale dans la bavure et à l'extérieur de la bavure.

Pour l'écrasement de 7,4 mm, le gradient de pression s'annule puis s'inverse à une distance du bord comparable à celle où nous retrouvons les défauts dans le cas du matriçage des soucoupes. Le fait que le gradient de pression dans le film s'inverse peut influencer la redistribution de l'émail, et notamment





l'empêcher d'être évacué à l'extérieur du contact. Nous avons alors cherché à expliquer ce profil de contrainte normale particulier à la zone des bavures. Nous avons étudié les profils de température dans ces zones. Nous avons remarqué qu'au moment où les profils de contrainte normale diffèrent, la température est différente en face de la bavure ou de la découpe. Ce décalage s'estompe avec l'écrasement comme le montre la *Figure 4-26*. La température plus basse dans la zone du défaut est due au refroidissement forcé du fait de la présence de la bavure et de sa faible épaisseur.



Figure 4-26 : Évolution des profils de température en fonction de l'écrasement (de 4,7 à 10 mm) et de la zone de saisie.

Il semble alors que la contrainte normale et la température du métal ont une incidence sur l'apparition et la localisation des défauts. Comme les essais sans bavure ont montré que le défaut se forme alors sur le pourtour complet de l'éprouvette, il semble que la formation du défaut dépende également de la longueur de glissement. En effet dans le cas où la bavure est découpée, le métal se déchire et subit une expansion radiale moindre (longueur de glissement inférieure) au niveau de la découpe de bavure. L'apparition des défauts serait donc le résultat d'une combinaison de facteurs thermomécaniques et des propriétés de l'émail. En effet, les défauts ne se formant pas dans tous les cas, l'émail est donc susceptible de supporter les contraintes de la mise en forme dans 80 % des cas. Il n'en est pas capable lorsque l'épaisseur ou la température d'outil deviennent trop importantes (cf chapitre 2).





4.3 Modélisation du comportement de l'émail en régime

anisotherme

Nous avons vu, au cours de la section précédente que des grandeurs telles que le frottement, la pression normale dans le contact ou la température présentent des corrélations avec la distribution finale de l'émail et l'apparition des défauts. Nous avons donc entrepris de modéliser le comportement de l'émail en régime anisotherme, afin de prévoir l'évolution de sa répartition en cours de forgeage. Nous allons commencer par présenter le principe de différents modèles l'un élémentaire, puis le second plus complet, puis nous exposons l'algorithme de calcul et les résultats. Nous allons nous restreindre au cas de la déformation plane pour simplifier. Nous indiquerons pour le modèle le plus complet comment l'approche se généralise au cas axisymétrique et au cas général.

4.3.1 Principe des modèles

Nous allons proposer deux modèles. Le premier est très approché, mais permet de montrer l'importance de certains paramètres que nous avons cités au cours du précédent chapitre.

4.3.1.1 Premier modèle : évolution « stable » du film d'émail

Le premier modèle consiste à ne tenir compte que de l'étirement de surface du métal. Il consiste à supposer que l'étirement du métal correspond parfaitement à celui de l'émail. En effet, nous avons vu dans le quatrième chapitre que l'épaisseur finale dans la partie centrale du contact est conditionnée par l'étirement du métal. Par ailleurs, le frottement entre l'émail et l'outil tend à atténuer l'effet de l'élongation du métal, en retenant l'émail, alors que le gradient de pression à l'interface a l'effet inverse : ce modèle suppose donc que ces deux effets cumulés sont négligeables. Compte tenu de sa simplicité, il est donc intéressant de préciser ses conséquences et de les comparer à l'expérience. Ce modèle ne peut évidemment pas rendre compte d'un rejet marqué d'émail du centre vers la périphérie.

Nous avons ainsi, avant le lancement du calcul Forge3, disposé des capteurs sur toute la circonférence de nos échantillons. Ces capteurs nous donnent l'étirement moyen superficiel du métal entre chaque capteur. La conservation de volume se schématise comme en *Figure 4-27* lors de l'étirement d'une tranche d'émail. La variation de hauteur dépend directement de l'élongation de la tranche étudiée.



Figure 4-27 : Schématisation de l'étirement d'une tranche d'émail





Nous avons donc appliqué la relation suivante pour les différents intervalles entre les capteurs (4-3) :

$$h_2 = \frac{h_1 L_1}{L_2}$$
(4-3)

La Figure 4-28 précise l'évolution d'épaisseur en fonction du temps au centre, où elle décroît assez lentement vers la valeur trouvée expérimentale, à 2 mm de distance du centre (initialement) et à 4,5 mm : la décroissance est d'autant plus marquée que le point est initialement plus distant du centre.



Figure 4-28 : Variation d'épaisseur résiduelle d'émail en fonction de l'étirement en surface du métal ($\overline{m} = 0,3$)

Nous avons comparé ces résultats théoriques avec les résultats expérimentaux adimensionnés par la valeur maximale au centre (Figure 4-29). Les résultats théoriques sont très satisfaisants, hormis peut-être la pente de la courbe théorique qui semble moins forte que dans le cas réel.









Figure 4-29 : Comparaison du profil d'épaisseur issu du premier modèle ($\overline{m} = 0,3$) et du profil d'épaisseur expérimental (T outil 250°C, $H_i = 50 \mu m$, lubrifiant A)

Ces résultats sont encourageants, mais ce premier modèle ne peut rendre compte de la remontée d'épaisseur vers les bords notamment dans les cas où l'émail est rejeté du centre vers la périphérie. Nous avons donc élaboré un deuxième modèle, plus complexe mais susceptible de prévoir les conditions d'un comportement instable de l'émail.

4.3.1.2 Deuxième modèle

Considérons une tranche d'émail entre l'outil et le métal se déformant plastiquement. La figure suivante synthétise toutes les données nécessaires pour faire une modélisation convenable dans le cadre des hypothèses de la lubrification hydrodynamique (film mince).



Figure 4-30 : Schématisation d'une tranche d'émail





Sur ce schéma de principe, nous supposons que la température de l'émail varie linéairement de l'outil jusqu'au métal. Il s'agit d'une approximation, qui a pour but de simplifier les équations à résoudre. Nous pouvons également constater que nous tenons compte du coefficient de frottement introduit dans le fichier de donnée par l'intermédiaire de la cission de frottement à la paroi $(-\tau, \tau>0)$, de la vitesse superficielle du métal (Um), de la température de surface du métal ainsi que de la contrainte normale (p). Nous nous plaçons dans un cas plan, dans une tranche. Nous avons deux conditions aux limites, de chaque côté de l'épaisseur d'émail, la première tenant compte de la cission de frottement, s'exprimant comme suit (4-4) :

$$\eta(T)\frac{\partial u}{\partial y} \Big|_{y=h} = -\tau \tag{4-4}$$

La seconde exprime la continuité des vitesses (u) entre l'émail et le métal (4-5) :

$$\mathbf{u}(\mathbf{y}=\mathbf{0}) = \mathbf{u}_{\mathrm{m}} \tag{4-5}$$

Nous partons de l'équation de Reynolds, qui s'écrit en cas plan (4-6) :

$$\frac{\partial}{\partial y} \left(\eta(T) \frac{\partial u}{\partial y} \right) = \frac{\partial p}{\partial x}$$
(4-6)

Une première intégration fournit (4-7):

$$\int_{y}^{h} \eta \frac{\partial u}{\partial y} dy = \frac{\partial p}{\partial y} \int_{y}^{h} dy$$
(4-7)

En utilisant la condition aux limites (4-4), on obtient (4-8) :

$$\frac{\partial u}{\partial y} = \frac{\partial p}{\partial x} \left(\frac{y - h}{\eta} \right) - \frac{\tau}{\eta}$$
(4-8)

En changeant de variable $y \rightarrow S$ (S \in [0,h] tout comme y), nous arrivons à l'expression (4-9) :

$$\int_{0}^{y} du = \frac{\partial p}{\partial x} \int_{0}^{y} \frac{S-h}{\eta(S)} dS - \tau \int_{0}^{y} \frac{dS}{\eta(S)}$$
(4-9)

Après utilisation de la condition aux limites (4-5), nous obtenons l'expression de la vitesse dans le film d'émail (4-10) :

$$u = u_m + \frac{\partial p}{\partial x} \int_0^y \left(\frac{S-h}{\eta(S)} \right) dS - \tau \int_0^y \left(\frac{dS}{\eta(S)} \right)$$
(4-10)





Le calcul du débit se fait à l'aide de la formule suivante (4-11) :

$$q = \int_{0}^{h} u dy$$
 (4-11)

Lorsque l'on remplace u par son expression nous obtenons (4-12) :

$$q = \int_{0}^{h} u_{m} dy + \frac{\partial p}{\partial x} \int_{0}^{h} \int_{0}^{y} \frac{S-h}{\eta(S)} dS dy - \tau \int_{0}^{h} \int_{0}^{y} \frac{dS dy}{\eta(S)}$$
(4-12)

En intervertissant l'ordre d'intégration, nous obtenons (4-13) :

$$q = u_m h + \frac{\partial p}{\partial x} \int_0^h \frac{S-h}{\eta(S)} dS \int_S^h dy - \tau \int_0^h \frac{dS}{\eta(S)} \int_S^h dy$$
(4-13)

Après intégration nous obtenons (4-14) :

$$q = u_m h - \frac{\partial p}{\partial x} \int_0^h \frac{(S-h)^2}{\eta(S)} dS - \tau \int_0^h \frac{(h-S)dS}{\eta(S)}$$
(4-14)

Nous pouvons préciser cette relation à l'aide de notre hypothèse sur la distribution de température à travers le film d'émail et en effectuant un changement de variable. La relation entre la température T et y (ou S) est donnée par (4-15):

$$T = \frac{T_{outil} - T_{métal}}{h} \times S + T_{métal}$$
(4-15)

En dérivant cette relation, nous obtenons (4-16) :

$$dS = \frac{hdT}{T_{outil} - T_{métal}}$$
(4-16)

Nous définissons la grandeur sans dimension θ par la relation (4-17) :

$$\theta = \frac{T - T_{outil}}{T_{métal} - T_{outil}} = \frac{h - S}{h}$$
(4-17)

Ainsi, si S varie de 0 à h, θ varie de 0 à 1. L'expression de d θ s'écrit (4-18) :

$$d\theta = \frac{-dT}{T_{outil} - T_{métal}} = \frac{-dS}{h}$$
(4-18)





En remplaçant dans (4-14), nous obtenons une relation en fonction de θ (4-19) :

$$q = u_m h - \frac{\partial p}{\partial x} h^3 \int_0^1 \frac{(\theta)^2}{\eta(\theta)} d\theta - \tau h^2 \int_0^1 \frac{\theta d\theta}{\eta(\theta)}$$
(4-19)

A priori, tout facteur qui tend à augmenter (avec x) le débit tend à réduire l'épaisseur locale d'émail, comme l'équation de conservation va l'exprimer. Or selon cette formule, le débit d'émail est la somme de trois termes :

- Le premier prend en compte l'étirement du métal, dont nous avons vu déjà les conséquences : il tend à amincir le film, car la vitesse du métal croît du centre vers les bords. Nous avons vu que le frottement conditionne u_m, donc a un effet direct sur l'évolution de l'épaisseur d'émail en toutes circonstances.
- Le second prend en compte le gradient de pression de contact entre deux tranches : ce gradient au centre du contact est négatif. Le terme en facteur varie en raison inverse de la viscosité, donc dans le même sens que la température : ce terme tend donc à croître si la température croît vers le bord. Nous retrouvons ainsi la conclusion qualitative présentée précédemment.
- Le troisième dépend du frottement de l'émail sur l'outil et il a l'effet inverse d'un gradient de pression négatif. Cet effet est donc bien antagoniste.

On peut par ailleurs tirer deux autres conclusions :

- Les termes associés au gradient de pression et au frottement varient respectivement comme le cube et le carré de l'épaisseur d'émail : la redistribution d'émail est d'autant plus marquée que son épaisseur est plus forte, comme prévu.
- Cette équation inclue la relation entre la viscosité de l'émail et T (ou θ) : L'effet du frottement et du gradient de pression est d'autant plus faible que la viscosité de l'émail est plus forte.

Par contre, il est assez difficile de connaître l'effet du frottement, car une augmentation de frottement

- réduit u_m et tend à augmenter le troisième terme de débit (stabilisation de h)
- augmente le gradient de pression et le gradient de température du centre vers le bord.(déstabilisation de h),

On ne peut pas pousser plus loin l'aspect analytique des calculs, car la relation viscosité-température est trop complexe (4-20) :

$$\eta(\mathbf{S}) = 10^{\left(\mathbf{A} + \frac{\mathbf{B}}{\mathbf{T}(\mathbf{S}) - \mathbf{T}_0}\right)}$$
(4-20)

L'expression de la viscosité en fonction de θ s'en déduit (4-21) :





$$\eta(\mathbf{S}) = 10^{\left(\mathbf{A} + \frac{\mathbf{B}}{\mathbf{T}_{\text{outil}} + \theta(\mathbf{T}_{\text{métal}} - \mathbf{T}_{\text{outil}}) - \mathbf{T}_{0}\right)}$$
(4-21)

La variation de débit entre deux tranches détermine la variation d'épaisseur (4-22) :

$$\frac{\mathrm{d}q}{\mathrm{d}x} \cong \frac{q(x + \Delta x) - q(x)}{\Delta x} = -\frac{\partial h}{\partial t}$$
(4-22)

La variation de débit entre deux tranches successives détermine ainsi la perte d'épaisseur au cours du temps. Nous allons à présent décrire la façon de procéder pour appliquer le modèle numériquement au cas de compression anisotherme de cylindre sur la génératrice.

Auparavant notons que dans le cas axisymétrique, il suffit de remplacer x par r, distance radiale, u_m est la vitesse radiale ; l'équation de bilan est (4-23) :

$$\frac{\partial h}{\partial t} = -\frac{1}{r} \frac{\partial q}{\partial r}$$
(4-23)

Dans le cas tridimensionnel, on analyse comme précédemment l'écoulement dans les deux directions x et y en introduisant les deux composantes de la cission de frottement selon x et y ; on exprime l'équation de conservation comme dans le cas isotherme.

4.3.2 Algorithme et application du modèle

Nous présentons tout d'abord le schéma utilisé pour alimenter le code et la façon dont il traite les paramètres d'entrée.

4.3.3 Schéma et algorithme

Pour obtenir à divers stades du forgeage les profils de contrainte normale, de température ou de vitesse du métal, nous avons procédé de la manière décrite au paragraphe 4.2 de ce chapitre. Pour avoir une représentation convenable de l'évolution de ces grandeurs au cours du test d'écrasement, nous avons effectué la saisie des profils à intervalle régulier d'incréments de calcul (tous les 4 incréments, soit environ un incrément d'écrasement de 1,3 mm). La figure suivante (*Figure 4-31*) présente la procédure de préparation du calcul de variation d'épaisseur d'émail en régime anisotherme.







Figure 4-31 : Procédure pour calculer la variation d'épaisseur d'émail

Après déroulement du calcul Forge3, nous avons donc accès à toutes les données nécessaires au calcul des débits en chaque tranche de notre émail. Les fichiers de résultats que nous obtenons sont, chaque incrément de calcul du forgeage, relatifs à des tranches qui n'ont pas la même abscisse que les tranches utilisées pour le calcul de l'écoulement de l'émail. Nous avons donc été obligés d'interpoler chaque profil pour obtenir des valeurs dans une même tranche, ce qui risque d'introduire diverses erreurs. On suppose que l'épaisseur initiale d'émail dans le contact est uniforme, égale à celle du dépôt, réduite par la cuisson. Le calcul des intégrales des fonctions de θ est effectué par la méthode des trapèzes. Nous avons vérifié le calcul de ces intégrales pour le premier incrément à l'aide d'Excel.





4.3.4 Résultats

Au total le calcul qui a été programmé ne prévoit que des variations minimes de l'épaisseur et ne permet même pas de retrouver l'effet du simple étirement du métal décrit précédemment. Il importerait donc d'identifier les sources d'erreur dans la programmation du calcul et de mettre au point cette approche, mais le manque de temps ne nous a pas permis d'aboutir. Il faut toutefois signaler l'une des principales difficultés rencontrées est que les surface des trois grandeurs issues la profils en de simulation numérique (pression de contact, température et cission de frottement) sont très perturbés et doivent impérativement être lissés, notamment le profil de pression qui intervient par sa dérivée.

Ces problèmes résolus, il serait par contre relativement simple et intéressant de relaxer l'hypothèse très discutable selon laquelle l'épaisseur d'émail n'évolue que dans le contact : il suffit d'étendre le calcul aux points extérieurs en tenant compte du seul terme associé à la vitesse du métal. Il sera ensuite plus aisé d'apprécier la validité de diverses hypothèses comme la linéarité du profil de température à travers la couche d'émail, ou la description du frottement émail-outil par la loi de Tresca.

4.4 Discussion

Nous avons développé un test d'écrasement anisotherme, avec mise en contact progressive du métal avec les outils, afin d'étudier les effets de différents paramètres sur la redistribution de l'émail en cours de déformation plastique du métal. Ce test nous a permis d'atteindre cet objectif sans toutefois aller jusqu'à reproduire le défaut de lézard, les conditions de contact n'étant sans doute pas assez sévères. Il a en outre permis, grâce à la simulation numérique, de mesurer le frottement dans des conditions représentatives du forgeage du TA6V et d'évaluer ses variations avec la nature du lubrifiant, la température d'outil et l'épaisseur d'émail. Nous avons montré que la température d'outil joue sur la qualité des pièces forgées, la redistribution de l'émail et le frottement. Plus la température est élevée, plus le frottement baisse et plus le film d'émail est instable et à tendance à se déplacer. Plus l'épaisseur est importante, plus le frottement diminue et plus l'émail est chassé du contact. Il apparaît alors que l'émail participe au frottement en matriçage lorsque son épaisseur devient suffisamment élevée Ces conclusions sont en bon accord avec les observations faites sur le site industriel.

Nous avons par ailleurs défini les conditions optimales pour le matriçage des aubes en TA6V d'un point de vue frottement, stabilité du film d'émail et usure de l'outil. Il est impératif de ne pas tomber à des températures d'outils de 150° C. Il est nécessaire de travailler avec des épaisseurs strictements supérieures 50 µm. En effet, pour une épaisseur inférieure, l'étirement du film induit des ruptures de la couche d'émail alors trop mince et occasionne des contacts outil/métal favorisant l'usure des outils.

La simulation numérique de l'essai d'écrasement anisotherme a permis de montrer que l'évolution d'épaisseur de l'émail est corrélée avec les profils de pression de contact et de température superficielle du métal. La simulation de l'essai soucoupe montre que la pression de contact y est beaucoup plus élevée que dans nos essais d'écrasement sur génératrice, ce qui peut expliquer





l'apparition dans cet essai du défaut de lézard. Elle montre en outre que la position de la zone d'apparition des défauts est corrélée avec le profil de contrainte normale au niveau de la bavure.

Nous avons vu que l'étirement du métal au centre du contact dépend du frottement à l'interface outil/pièce et conditionne l'épaisseur d'émail piégée au centre du contact. L'application de ce modèle aux points voisins du centre donne des résultats conformes à l'expérience quand la redistribution d'émail est peu marquée. Nous avons mis en équation le processus d'écoulement de l'émail entre métal et outil : ce modèle, qui prend en compte pression de contact, frottement et température superficielle du métal, devrait permettre d'étudier l'influence de la rhéologie de l'émail sur sa distribution. Il reste néanmoins à rendre opérationnel ce modèle qui devrait pouvoir rendre compte de la propension à l'émail à être éjecté du contact et ainsi de définir les conditions d'écoulement stable de l'émail (loi rhéologique notamment).







REFERENCES

- [1] **SCHMIT, 1996**, "Élaboration et caractérisation de verres lubrifiants haute température pour le matriçage d'alliages de titane", Thèse, Université de Montpellier II, (1996).
- [2] AUDRERIE, 1993, "Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de Titane", Thèse ENSMP-CEMEF, Juin 1993.
- [3] **DUDAY, 1998**, "Protection de l'alliage de Titane TA6V contre l'oxydation", Thèse Université de La Rochelle, Janvier 1998.
- [4] **VOIGTLANDER et. Al., 1983**, "Matriçage de précision isotherme d'aubes de compresseurs de turboréacteurs pour l'aéronautique en alliages de Titane", 11^{ème} Congrès international de l'estampage de Cologne, Juin 1983, p 375-402.
- [5] GAVRUS, 1996, "Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse", Thèse ENSMP-CEMEF, Octobre 1996.
- [6] **LAURENT, VUILLERMOZ, 1994**, "Conductivité thermique dans les solides", Techniques de l'ingénieur, Article R2850, Volume RAB, 1994.
- [7] **KAHVECI A.I. and WELSCH G.E.**, "Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy", Scripta Metallurgica, 1986, vol. 20, p 1287 1290.
- [8] HOWARD et al., "Environmental hydrogen embrittlement of an alpha-beta alloy : effect of microstructure" Metallurgical Transaction, 02/1972, vol. 3, p 469 - 475
- [9] FALIPOU et. al., "Sticking temperature investigations of glass/metal contacts – Determination of influencing parameters", Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. 70 (1997) N°5, p 137-145.
- [10] **ZARZYCKI, 1982**, "Les verres et l'état vitreux", Edition MASSON, 1982.
- [11] **HELARY, 2002**, "measurement on glasses and glass pastes", Travaux ENSMP-CEMEF, Thèse, Article en cours, 2002.
- [12] WOLF, DUPUIS, 1994, "Viscosité", Techniques de l'ingénieur, Art.





R2350, Vol. RAB, 1994.

- [13] SCHOLZE, 1980, "Le verre Nature, structure et propriétés", deuxième édition, Institut du verre, Paris, 1980.
- [14] **FENG, 1990**, "A model for the viscosity of multicomponent glass melts", », Ceramic transaction nuclear management III, vol 9, p457-468, 1990.
- [15] **TRIBOLOGIE, 2000**, "Lois de frottement et mesure du frottement, P37", », extrait du cours : "Tribologie de la mise en forme", Pierre Montmitonnet, Novembre 2000.
- [16] **REYNOLDS, 1886**, "On the théorie of lubrification and its application to Mr. Beauchamp Tower's experiments", Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., 1886, vol. 177, p 1.
- [17] **FRENE, NICOLAS, 1998,** "Lubrification hydrodynamique", Cours de Tribologie, Laboratoire de Mécanique du solide, Poitiers, 1998.
- [18] WILSON, 1974, "An isoviscous model for the hydrodynamic lubrification of plane strain forging processes with flat dies", J. Lub. Techn. (Trans. ASME), 95-4 (1974), p 539.
- [19] WILSON, WANG, 1984, "Hydrodynamic lubrification in single strech forming processes", J. Trib. (Trans. ASME), 106 (1984), p 7-77.
- [20] TRIBOLOGIE, 2000 "Thermique du contact", extrait du cours : "
 [20] Tribologie de la mise en forme ", section F, Eric Felder, Novembre 2000.
- [21] **FELDER, 2001**, "*Effet thermique de la mise en forme*", Techniques de l'ingénieur, Art. M3012, Vol. MC, 2001.
- [22] FRASCATI, 2000, "Etude et caractérisation du procédé de matriçage finition", rapport d'activité, chapitre II, CEMEF-ENSMP, Février 2000.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [23] Note inétérieure, 2002, "Caractéristiques thermophysiques de l'alliage TA6V et de l'émail de lubrification utilisé lors du forgeage des aubes fans", référence YKO, 2002, 00719, Villaroche, 2002.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [24] **RHÉOLOGIE, 1999** "Indentation : dureté d'un matériau", extrait du cours : " *Rhéologie des solides*", section 5, Pierre Montmitonnet, Décembre 1999.
- [25] MIASSOUNDA, 2000, "Étude et caractérisation d'un défaut de





fabrication du type « lézard » sur des aubes fan", rapport de stage, 1^{ère} Année de formation d'Ingénieur Maître, IUP-GSI, Juillet 2002. **CONFIDENTIEL SNECMA**

- [26] RHÉOLOGIE, 1999 "Compression des métaux et des polymères", extrait du cours : " Rhéologie des solides", section 4, Bernard Monasse, Décembre 1999.
- [27] J.F. Agassant, P. Avenas, J.P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, "La mise en forme des matières plastiques", chapitre 3 : "Thermique et change de chaleur dans les pocédés", p. 127, Décembre 1995.





CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Conclusions et perspectives

Les objectifs initiaux principaux de ce travail de recherche, étaient doubles :

- fournir un moyen de caractériser un émail
- définir un cahier des charges de l'émail « idéal » (ne créant pas de défaut de surface) pour le matriçage finition d'aubes en TA6V, propre à minimiser le risque d'apparition de défauts type « lézards ».

Un objectif, plus secondaire mais également important pour Snecma, est la mesure du frottement dans l'opération pour apprécier les efforts nécessaires, notamment dans la réalisation de grandes pièces et plus généralement pour pouvoir optimiser par simulation numérique ces opérations.

Nous avons ainsi orienté nos travaux selon trois directions :

- L'étude du procédé industriel
- La détermination des lois de comportement des émaux
- L'étude de l'influence de paramètres tribologiques sur le matriçage de pièces en TA6V.

Le premier axe nous a permis de connaître le procédé, de préciser l'amplitude de variations des différents paramètres opératoires et de déterminer ceux qui sont à l'origine des défauts de surface. Nous avons par ailleurs effectué un grand nombre de tests permettant de connaître les principales caractéristiques de l'émail et sa morphologie à différents stades du procédé. Nous avons mis en évidence que la cuisson produit une évolution marquée du dépôt, lui conférant des propriétés proches des verres métalliques et produisant une diminution marquée d'épaisseur. Mais le revêtement cuit conserve une forte rugosité et une porosité significative : il conserve donc une hétérogénéité qui est partiellement à l'origine des défauts et qui empêche d'effectuer des mesures de viscosité avec les méthodes usuelles. Le suivi d'aubes a montré qu'une forte épaisseur est à l'origine du défaut, mais qu'il n'apparaît en pratique que pour une température d'outil trop importante. Les essais soucoupes nous ont permis d'étudier l'effet des principaux paramètres intervenant dans le procédé de matriçage sur l'amplitude du défaut. Les résultats ont confirmé l'effet de l'épaisseur d'émail et mis en évidence que le défaut pourrait résulter de l'effet conjoint de divers facteurs : température des outils, rugosité du métal, quantité et nature du lubrifiant... Cette étude sur site industriel nous a permis de proposer un mécanisme de formation du défaut. Il repose sur un processus d'éjection de la partie la plus fluide de l'émail au voisinage du métal et de rupture au bord du contact de la partie poreuse et froide de l'émail, processus qui se ferait par étapes successives et conduisant à une structure en feuillets du défaut. L'éjection des bulles emprisonnées dans l'émail et l'avarie périphérique du film lubrifiant jouent certainement un rôle dans ce processus.

Le deuxième axe a pour but de déterminer l'évolution avec la température de la viscosité du film d'émail, donnée nécessaire à la modélisation de son écoulement à l'interface métal-outil. Nous avons pour cela développé



- Page 163 -

conjointement deux expériences de déformation isotherme du métal revêtu d'émail : l'essai d'indentation à chaud et l'essai de compression de cylindre. Ces essais ont été mis au point en testant un verre de loi de viscosité connu. La première expérience nous a permis de déterminer la température de transition ductile-fragile de l'émail, qui correspond à une viscosité de 10^{10,3} Pa.s environ. La seconde repose sur l'évaluation de la viscosité de l'émail à partir de l'épaisseur piégée et de l'analyse théorique de Wilson. Nous avons ainsi déterminé l'ordre de grandeur de la viscosité de divers émaux, mais l'examen des résultats obtenus et la réalisation d'essais complémentaires ont montré la nécessité de faire évoluer la procédure d'essais et son interprétation. En effet, pour supprimer les problèmes d'adhésion d'émail sur l'outil et simplifier l'observation du film piégé, nous avons substitué à l'essai d'écrasement du film d'émail entre un lopin et les outils un essai d'écrasement du film d'émail entre deux lopins. Le problème de centrage des deux lopins a été résolu en développant une géométrie adéquate. Nous avons ensuite constaté un écart conséquent entre les valeurs expérimentales et les valeurs connues de viscosité : les grands écarts observés à plus basse température (sous-estimation de la viscosité d'un facteur 100 ou plus) sont dus à des effets thermiques difficiles à modéliser. Pour les minimiser, il importe de limiter la vitesse d'écrasement et de se restreindre à la mesure de viscosités au plus égales à 5.10³ Pa.s. Les écarts résiduels observés (viscosité sous-estimées d'un facteur 2,7) sont dus aux approximations du modèle d'interprétation de Wilson [17]. La simulation du processus de piégeage avec Forge2[®]-multi-matériaux a précisé l'origine de ces écarts (viscoplasticité du métal, évolution du mode déformation effectif du lopin avec sa géométrie) et justifié l'introduction d'un terme correctif compris entre 2,7 et 3.

Le troisième axe avait pour but d'étudier l'influence de différents paramètres du procédé de matricage finition sur la répartition finale de l'émail et le frottement. Pour cela nous avons développé un essai de compression anisotherme (et à grande vitesse) de cylindres sur leur génératrice. On reproduit ainsi correctement, mais de manière plus contrôlée, les conditions de forgeage industrielles. Nous avons ainsi confirmé que lorsque la température des outils ou l'épaisseur du film d'émail augmente, la stabilité du film est diminuée : l'émail a tendance à être rejeté à la périphérie du contact. La simulation numérique de l'essai avec Forge3[®] nous a permis d'interpréter les courbes d'évolution de l'effort avec l'écrasement. Seul le frottement a une influence significative sur l'effort en fin de matricage. Le frottement dépend de la nature du lubrifiant et est une fonction décroissante de l'épaisseur d'émail et de la température d'outil dans la gamme explorée. Il agit aussi sur l'étirement de surface du métal et ainsi sur l'épaisseur finale d'émail. Vers la périphérie, la simulation numérique de l'essai nous a montré que la distribution finale de l'émail est corrélée avec les distributions de pression de contact et de température superficielle : l'amincissement local du film et son rejet vers la périphérie sont induits par des gradients inverses de pression et de température. Par ailleurs, la simulation des essais soucoupes montre que la zone d'apparition des défauts correspond à des conditions thermo-mécaniques particulières. Il apparaît alors que le frottement, la contrainte normale et la température sont les trois grandeurs conditionnant la redistribution de



- Page 164 -



Commentaire : Point

l'émail. Un premier modèle intégrant l'effet de l'étirement du film par le métal, influencé par le seul frottement, permet de retrouver l'évolution du film dans la partie centrale où les gradients de pression sont faibles. Pour décrire l'effet des autres grandeurs, nous avons mis en équation l'écoulement de l'émail à l'interface métal-outil et essayé, à partir des données fournies par la simulation numérique de la déformation du lopin, de le résoudre numériquement. Le caractère très bruité des données issues de Forge3[®] et le manque de temps ne nous ont pas permis d'achever ce travail.

En conclusion, l'apparition des défauts de type lézard dépend d'un ensemble de conditions : l'épaisseur du film d'émail et ses propriétés (loi de viscosité, porosité résiduelle), mais aussi la variabilité des conditions de matriçage, notamment thermiques et mécaniques (importance de la pression de contact). En effet une épaisseur trop élevée n'entraîne pas de défauts si la température des outils reste inférieure à une valeur critique de l'ordre de $200^{\circ}C$ ($\pm 10^{\circ}C$). La démarche suivie permet de préciser ces points pour d'autres opérations ou d'autres émaux. Le modèle anisotherme après sa mise au point devrait être un outil précieux capable d'optimiser la loi rhéologique d'un émail pour une opération de forgeage donnée.

Concernant le choix et la mise en œuvre de l'émail, on peut tirer les conclusions suivantes. Il reste impératif de travailler avec des épaisseurs d'émail strictement supérieures à 50 μ m afin d'éviter les contacts outil/pièce et ainsi de diminuer l'usure des outils et limiter le frottement. En second lieu, il serait souhaitable de limiter au maximum le volume de bulles dans le dépôt après cuisson et ainsi la porosité du film. Un moyen d'y arriver pourrait être un émail ayant une viscosité plus basse à haute température, ce qui faciliterait son dégazage, la baisse de viscosité étant toutefois limitée par la nécessité d'éviter que le film ne coule le long de la pièce lors du chauffage ; par ailleurs, il semble souhaitable de diminuer la sensibilité de la viscosité aux variations de température (« allonger le verre ») pour améliorer la stabilité du film d'émail à l'interface métal-outil.



- Page 165 -



RÉFÉRENCES

REFERENCES

- [1] **SCHMIT J.F., 1996**, "Élaboration et caractérisation de verres lubrifiants haute température pour le matriçage d'alliages de titane", Thèse, Université de Montpellier II, (1996).
- [2] **AUDRERIE P., 1993**, "Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de Titane", Thèse ENSMP-CEMEF, Juin 1993.
- [3] **DUDAY D., 1998**, "*Protection de l'alliage de Titane TA6V contre l'oxydation*", Thèse Université de La Rochelle, Janvier 1998.
- [4] **VOIGTLANDER O. et. Al., 1983**, "Matriçage de précision isotherme d'aubes de compresseurs de turboréacteurs pour l'aéronautique en alliages de Titane", 11^{ème} Congrès international de l'estampage de Cologne, Juin 1983, p 375-402.
- [5] **GAVRUS A., 1996**, "Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse", Thèse ENSMP-CEMEF, Octobre 1996.
- [6] **LAURENT M., VUILLERMOZ P.L., 1994**, "*Conductivité thermique dans les solides*", Techniques de l'ingénieur, Article R2850, Volume RAB, 1994.
- [7] **KAHVECI A.I. and WELSCH G.E.**, "*Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy*", Scripta Metallurgica, 1986, vol. 20, p 1287 1290.
- [8] HOWARD G.N. et al., "Environmental hydrogen embrittlement of an alpha-beta alloy : effect of microstructure" Metallurgical Transaction, 02/1972, vol. 3, p 469 – 475
- [9] FALIPOU M. et. al., "Sticking temperature investigations of glass/metal contacts Determination of influencing parameters", Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. 70 (1997) N°5, p 137-145.
- [10] **ZARZYCKI J., 1982**, "Les verres et l'état vitreux", Edition MASSON, 1982.
- [11] **HELARY D., 2002**, "*measurement on glasses and glass pastes*", Travaux ENSMP-CEMEF, Thèse, Article en cours, 2002.





- [12] **WOLF C., DUPUIS D., 1994**, "*Viscosité*", Techniques de l'ingénieur, Art. R2350, Vol. RAB, 1994.
- [13] **SCHOLZE H., 1980**, "*Le verre Nature, structure et propriétés*", deuxième édition, Institut du verre, Paris, 1980.
- [14] **FENG X. et. al. 1990**, "*A model for the viscosity of multicomponent glass melts*", », Ceramic transaction nuclear management III, vol 9, p457-468, 1990.
- [15] **TRIBOLOGIE, 2000**, "Lois de frottement et mesure du frottement, P37", », extrait du cours : "Tribologie de la mise en forme", Pierre Montmitonnet, Novembre 2000.
- [16] **REYNOLDS O., 1886**, "On the théorie of lubrification and its application to Mr. Beauchamp Tower's experiments", Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., 1886, vol. 177, p 1.
- [17] **FRENE J., NICOLAS D., 1998,** *"Lubrification hydrodynamique",* Cours de Tribologie, Laboratoire de Mécanique du solide, Poitiers, 1998.
- [18] **WILSON W.R.D., 1974,** "An isoviscous model for the hydrodynamic lubrification of plane strain forging processes with flat dies", J. Lub. Techn. (Trans. ASME), 95-4 (1974), p 539.
- [19] WILSON W.R.D., WANG, 1984, "Hydrodynamic lubrification in single strech forming processes", J. Trib. (Trans. ASME), 106 (1984), p 7-77.
- **TRIBOLOGIE, 2000** "Thermique du contact", extrait du cours : "Tribologie de la[20]mise en forme ", section F, Eric Felder, Novembre 2000.
- [21] **FELDER E., 2001**, "*Effet thermique de la mise en forme*", Techniques de l'ingénieur, Art. M3012, Vol. MC, 2001.
- [22] FRASCATI F., 2000, "Etude et caractérisation du procédé de matriçage finition", rapport d'activité, chapitre II, CEMEF-ENSMP, Février 2000.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [23] Note intérieure, 2002, "Caractéristiques thermophysiques de l'alliage TA6V et de l'émail de lubrification utilisé lors du forgeage des aubes fans", référence YKO,2002,00719, Villaroche, 2002.
 CONFIDENTIEL SNECMA
- [24] **RHÉOLOGIE, 1999** *"Indentation : dureté d'un matériau"*, extrait du cours : *" Rhéologie des solides"*, section 5, Pierre Montmitonnet, Décembre 1999.
- [25] MIASSOUNDA R., 2002, "Étude et caractérisation d'un défaut de fabrication du type « lézard » sur des aubes fan", rapport de stage, 1^{ère} Année de formation d'Ingénieur Maître, IUP-GSI, Juillet 2002.
 CONFIDENTIEL SNECMA




- [26] **RHÉOLOGIE, 1999** "Compression des métaux et des polymères", extrait du cours : "*Rhéologie des solides*", section 4, Bernard Monasse, Décembre 1999.
- [27] AGASSANT J.F., AVENAS P., SERGENT J.P., VERGNES B., VINCENT M., "La mise en forme des matières plastiques", chapitre 3 : "Thermique et change de chaleur dans les pocédés", p. 127, Décembre 1995.





ANNEXE 1

Annexe 1 :

Influence des paramètres de matriçage sur les efforts expérimentaux et les distributions finales de l'émail – Cas de la compression sur la génératrice de cylindre

A-1.1	INFLUENCE SUR LES EFFORTS
A-2.2	EFFET SUR LES EPAISSEURS RESIDUELLES





170 174 Nous présentons dans cette annexe toutes les courbes obtenues expérimentalement lors des essais sur génératrice réalisés en laboratoire. Nous exposons les effets de chaque paramètre étudié sur les efforts de matriçage dans un premier temps et enfin sur les distributions finales de l'émail.

A-1.1 Influence sur les efforts

Comme nous l'avons expliqué dans le cinquième chapitre, le test de compression de cylindre sur la génératrice nous permet d'évaluer le coefficient de frottement des différentes conditions d'essais.

A-1.1.1 Effet de la température

Nous pouvons très nettement différencier les efforts en fin de forgeage selon les différentes températures d'outil. La figure suivante *Figure 1* présente les résultats.



Figure 1 : Effet de la température des outils sur les efforts de forgeage (de 150° C à 300° C)

A-1.1.2 Effet de l'épaisseur initiale d'émail

Nous avons testé différentes épaisseurs d'émail pour deux températures d'outil (200 et 250° C). Nous voulions étudier l'épaisseur minimale d'émail, nécessaire au matriçage. Nous avons vu qu'une épaisseur supérieure à 50 μ m minimum étaient nécessaire à l'opération. Par ailleurs, une épaisseur d'émail





importante permet de réduire le frottement à l'interface outil/pièce. Les figures suivantes montrent les résultats à 200°C (Figure 2) et à 250 °C (Figure 3).



Figure 2 : Effet de l'épaisseur initiale d'émail pour une température d'outil de 200°C.







Figure 3 : Effet de l'épaisseur initiale d'émail pour une température d'outil de 250°C.

A-1.1.3 Effet du lubrifiant à 200 et 250°C

Nous avons, ici aussi étudié l'effet du lubrifiant pour deux températures d'outils : à 200 et 250° C. Les figures suivantes montrent que les résultats sont très voisins, mais qu'en terme d'effort, le nouveau lubrifiant est plus performant. Les deux figures suivantes (*Figure 4* et *Figure 5*) exposent les résultats à 200 et 250° C respectivement.







Figure 4 : Effet du lubrifiant sur l'effort final pour une température d'outil de 200°C



- Page 173 -





Figure 5 : Effet de la nature du lubrifiant sur les efforts de matriçage pour une température d'outil de 250°C

Nous voyons dons un effet significatif de chacun des paramètres testés sur les efforts de forgeage. Nous allons à présent présenter tous les résultats concernant les épaisseurs résiduelles mesurées.

A-1.2 Effet sur les épaisseurs résiduelles

Nous présentons les courbes d'épaisseur adimensionnées par la valeur moyenne mesurée au centre du contact (2,5 mm). Nous montrons chacune des courbes obtenues et ainsi l'influence de chacun des paramètres sur la répartition de l'émail (dessus et dessous).





A-1.2.1 Effet de la température

Les figures suivantes (*Figure 6* et *Figure 7*) présentent les répartitions d'émail obtenues pour différentes températures (dessus et dessous respectivement).



Figure 6 et Figure 7 : Effet de la température d'outil sur la distribution finale d'émail (dessus et dessous respectivement)

A-1.2.2 Effet de l'épaisseur d'émail initiale

Les figures suivantes (*Figure 8* et *Figure 9*) présentent les épaisseurs résiduelles d'émail pour une température d'outil de 200° C et différentes épaisseurs initiales (50, 100 et 200 µm sans cuisson).



Figure 8 et Figure 9 : Effet de l'épaisseur initiale d'émail pour une température d'outil de 200°C (dessus et dessous respectivement)

Les figures suivantes (*Figure 10* et *Figure 11*) présentent les épaisseurs résiduelles d'émail pour une température d'outil de 250° C et différentes épaisseurs initiales (50, 100 et 200 μ m sans cuisson).







Figure 10 et Figure 11 : Effet de l'épaisseur initiale d'émail pour une température d'outil de 250°C (dessus et dessous respectivement)

A-1.2.3 Effet de la nature du lubrifiant

Nous avons testé l'ancien lubrifiant et le nouveau lubrifiant. L'effet sur l'effort est perceptible, mais sur la distribution de l'émail, ce n'est pas aussi remarquable. Les figures suivantes (*Figure 12* et *Figure 13*) présentent les résultats obtenus pour une température d'outil de 200° C.



Figure 12 et Figure 13 : Effet du lubrifiant pour une température d'outil de 200°C (dessus et dessous respectivement)

Les figures suivantes (*Figure 14* et *Figure 15*) proposent de comparer les résultats obtenus pour une température d'outil de 250° C







Figure 14 et Figure 15 : Effet du lubrifiant pour une température d'outil de 200°C (dessus et dessous respectivement)





ANNEXE 2

Annexe 2 :

Recalage des courbes numériques avec l'expérience lors des essais de compression anisotherme de cylindre

A-2.1 CONFRONTATION EFFORT NUMERIQUE/EXPERIENCE A UNE TEMPERATURE D'OUTIL DE 300°C (*FIGURE 1*) 179 A-2.2 CONFRONTATION EFFORT NUMERIQUE/EXPERIENCE A UNE TEMPERATURE D'OUTIL DE 250°C 180 A-2.3 CONFRONTATION EFFORT NUMERIQUE/EXPERIENCE A UNE TEMPERATURE D'OUTIL DE 200°C 182



- Page 178 -



Nous présentons dans cette annexe toutes les confrontations Numérique/Expérience qui nous ont permises d'estimer le coefficient de frottement lors du test de compression anisotherme de cylindre. Nous verrons ainsi que nous avons ajusté le pilotage de la presse sous Forge3 afin d'atteindre les écrasements effectifs observés expérimentalement. Nous considérons que le calage est réalisé lorsque les courbes sont superposées en début d'écrasement et pour un écrasement compris entre 9,5 et 10 mm. En effet, les effets thermiques et élastiques dans les outils ne sont pas pris en compte, ce qui nous empêche de décrire parfaitement la courbe expérimentale, surtout dans le stade ultime de déformation des cylindres.





Figure 1 : Comparaison effort numérique/expérimental pour une température d'outil de 300°C.

Nous pouvons nous rendre compte que le recalage est parfait pour cette température d'outil, hormis dans une zone d'écrasement intermédiaire où l'écart numérique/expérience devient significatif. Ce recalage nous donne un coefficient de frottement de 0,20.



- Page 179 -



A-2.2 Confrontation effort numérique/expérience à une température d'outil de 250°C

Après recalage, pour une épaisseur d'émail initiale de 200µm, nous trouvons un coefficient de frottement de 0,15 (*Figure 2*).



Figure 2 : Confrontation Numérique/Expérience pour une température d'outil de 250°C et une épaisseur d'émail de 200µm.

Pour une épaisseur initiale de $100\mu m$ d'émail et une température d'outil de 250° C, nous trouvons après recalage un coefficient de frottement de 0,25. Nous pouvons constater sur le figure suivante (*Figure 3*) que nous retrouvons, pour un écrasement de 10 mm, le même effort pour une épaisseur initiale de 50 et $100\mu m$, mais pour des écrasements effectifs différents.

Commentaire : cela on le savait dès l'expérience, puisque les efforts sont sensiblement différents pour les trois épaisseurs d'émail



- Page 180 -





Figure 3 : Confrontation Numérique/Expérience pour une température d'outil de 250°C et une épaisseur d'émail de 100µm.

La figure suivante (*Figure 4*) propose de comparer la courbe numérique obtenue avec un frottement de 0,3 et l'expérience avec une épaisseur d'émail initiale de 50μ m.



- Page 181 -







Nous nous rendons ainsi compte que pour cette dernière valeur du frottement, nous la sous-estimons légèrement. En effet nous retrouvons le même effort qu'expérimentalement pour un écrasement de 9,5 mm, mais la superposition ne se prolonge pas comme dans les premiers cas.

Par ailleurs, l'effet du lubrifiant n'est visible qu'expérimentalement, et en toute fin de forgeage. La nature du lubrifiant agit donc sur le coefficient de frottement, mais il est impossible de le vérifier numériquement en raison d'une mauvaise description de la fin du forgeage. Nous considérons alors que le coefficient de frottement est le même pour les deux lubrifiants à 250°C, et fixé à 0,25.

Nous allons à présent nous intéresser aux résultats obtenus pour une température d'outil de 200°C.

A-2.3 Confrontation effort numérique/expérience à une température d'outil de 200°C

Pour cette température d'outil et une épaisseur initiale de $200\mu m$, nous trouvons un coefficient de frottement compris entre 0,2 et 0,25. Nous en prenons ainsi une moyenne, nous donnant alors la valeur de 0,225. La figure suivante (*Figure 5*) nous propose de comparer les courbes numériques obtenues pour un coefficient de 0, 2 et 0,25 et la courbe expérimentale.



- Page 182 -



Commentaire : quels essais ? pas clair



Figure 5 : Confrontation Numérique/Expérience pour une température d'outil de 200°C et une épaisseur d'émail de 200µm.

La figure suivante (*Figure* 6) propose de comparer les résultats de la simulation avec l'expérience pour une épaisseur d'émail initiale de $100\mu m$.



- Page 183 -





Figure 6 : Confrontation Numérique/Expérience pour une température d'outil de 200°C et une épaisseur d'émail de 100µm

Nous avons ainsi trouvé un frottement de 0,25 dans cette condition, comme dans le cas d'une température d'outil de 250°C. Dans le cas où l'épaisseur d'émail initiale est de 50 μ m, nous trouvons un coefficient de frottement supérieur à 0,3. Nous l'estimons à 0,325.

Nous avons alors remarqué que les coefficients d'échange thermique choisis nous donnent pleinement satisfaction car toutes les courbes numériques obtenues pour des températures d'outil de 300 à 200°C ont été recalées avec l'expérience, dès le début du forgeage. En revanche, pour la température d'outil de 150°C, nous ne trouvons pas le bon effort dès le début de la courbe Effort/déplacement. Nous présentons la courbe obtenue sachant qu'elle n'est pas validée (*Figure 7*). Nous estimons cependant un coefficient de frottement de 0,325.



- Page 184 -





Figure 7 : Confrontation Numérique/Expérience pour une température d'outil de 150°C et une épaisseur d'émail de 100µm



- Page 185 -



ANNEXE 3





LE NOUVEAU CHAPITRE DE THESE

CEM56-7 équipanti famille des Borina Next Generation

Étude et caractérisation d'un émail lubrifiant l'opération de matriçage finition des aubes en TA6V



Groupe SET

F. DELAMARE : Chef de groupe E. FELDER : Directeur de thèse

Snecma Moteurs

Agathe VENARD : *Tuteur*

Mentor

Nadjia HOHWEILLER







A-3.1 <u>Résumé du projet</u>

Snecma moteurs est la première société française fabriquant des moteurs aéronautiques. Elle rencontre des problèmes de qualité de surface sur une certaine catégorie de pièces, les aubes Fans. Ce sont en fait les pièces les plus visibles lorsqu'on regarde un moteur d'avion (civil ou militaire) de face. Ces pièces sont produites par forgeage à chaud en matrices fermées. Pour Snecma moteurs, ces défauts de surface ont pour origine la lubrification de ce procédé qui est assurée par un lubrifiant graphité projeté sur les outils et un émail (mélange d'oxydes métalliques et de liants organiques) déposé à froid en fine épaisseur sur l'ébauche avant son chauffage. La résolution de ce problème a été confiée au groupe SET (*Surfaces et Tribologie*) du CEMEF (Centre de Mise En Forme de l'Ecole des Mines de Paris) et plus particulièrement à moi-même et mon directeur E. Felder. Je vais ainsi exposer ma vision personnelle de cet « incroyable voyage » au cœur de la science et de l'industrie de pointe.

A-3.2 <u>Contexte de l'étude</u>

A-3.2.1 Choix du sujet

Après un premier DEA au Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Université de Poitiers en tribologie (Science du contact), j'ai décidé de ne pas poursuivre l'étude de ce sujet sous forme d'une thèse au laboratoire, car il s'agissait d'un sujet théorique et qui n'abordait que trop succinctement les aspects matériaux. Je décidai ainsi de parfaire mes connaissances dans le domaine des matériaux en effectuant un nouveau DEA au Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux, à l'ENSMA (école d'ingénieur) de Poitiers. Ce sujet était cette fois expérimental et portait sur l'étude de relation entre l'oxydation des alliages de titane sur leur faciès de fissuration et leur résistance à la fissuration à 500°C. Ces deux DEA m'ont donc fourni des connaissances en tribologie et sur les alliages de titane. J'ai eu alors l'opportunité de travailler en thèse (financement MNRT) dans un domaine très différent, en détonique, dans un autre laboratoire de l'ENSMA. Ce travail de recherche paraissait intéressant, mais purement académique et ne m'offrait pas la possibilité de connaître le monde industriel. Sur le conseil d'étudiants de l'ENSMA connaissant le Cemef, j'ai visité le site internet de ce laboratoire. C'est alors que j'ai découvert mon sujet de thèse : il alliait les deux problématiques que je venais d'acquérir et m'offrait en outre l'opportunité de travailler pour Snecma. J'ai alors quitté Poitiers pour rejoindre Nice et passer un premier entretien à l'Ecole des Mines de Paris.

A-3.2.2 Choix du laboratoire

Pour moi, le choix du laboratoire, s'est donc fait de lui-même. Le Cemef avait auparavant montré, au cours d'une étude de faisabilité effectuée lors d'un stage, qu'il était en mesure de donner des réponses au problème ; il avait donc été naturellement choisi comme laboratoire partenaire pour cette thèse. Par ailleurs, le sujet étant un problème industriel, son financement était assuré par l'industriel qui avait l'habitude de monter des dossiers de thèse Cifre ANRT avec le Cemef. Suite à des entretiens avec divers candidats présentant un bon profil pour le sujet, le Cemef a accueilli





favorablement ma candidature. J'ai ensuite passé un entretien avec les personnes des services de Snecma touchés par le problème. Un dernier avis, favorable, a été donné par le Directeur des Ressources Humaines de Snecma moteurs. Par ailleurs, l'opportunité qui m'était donnée de travailler dans une école d'ingénieur très réputée et une industrie de pointe telle que Snecma moteurs, n'a fait que confirmer mon choix. De plus, l'École de Mines de Paris se souciant réellement du devenir de ses thésards, c'est confiant que j'ai entamé mon travail de recherche à Sophia-Antipolis en tant que salarié Snecma en contrat à durée déterminée de trois ans. Ayant terminé de décrire le cheminement de mon choix, je vais présenter les différentes ressources qui ont été nécessaires à la conduite de ce projet.

A-3.2.3 <u>Ressources humaines</u>

J'ai eu la chance de participer à un projet, qui par sa complexité m'a donné l'opportunité de travailler avec de nombreuses personnes et services. J'ai tout d'abord travaillé conjointement avec mon directeur de thèse, qui m'a laissé une assez large autonomie, tout en restant très disponible en cas de problèmes. J'ai aussi travaillé avec les ingénieurs Snecma qui encadraient mon projet en parallèle de leurs activités. Ils m'ont beaucoup appris sur deux points intéressants : le fonctionnement d'une entreprise de grande taille ; la gestion d'un tel projet industriel. J'ai aussi eu l'occasion d'effectuer un travail en équipe tant en milieu industriel qu'en laboratoire, avec des gens aussi compétents qu'humains et de formations très diverses : ingénieurs, professeurs, techniciens, opérateurs, thésards... J'ai par ailleurs eu des échanges avec l'industriel anglais fournissant à Snecma ses produits lubrifiants, me donnant ainsi la possibilité de perfectionner mon anglais en préparant des exposés et en participant à de longues réunions de travail. Le déroulement de mes premiers travaux de recherche a été suivi avec intérêt par tous les thésards du CEMEF qui, bien volontiers, communiquent leurs savoirs et compétences aux nouveaux venus. J'ai ainsi rencontré de nombreuses personnes de qualité que je compte à présent comme amis.

A-3.2.4 <u>Ressources financières</u>

Les ressources financières des services de Snecma sont attribuées tous les ans. Le budget de ce projet est alors défendu par mon encadrant industriel auprès d'une commission. Le budget total sur 3 ans s'élève à 280 k€ Comme le montre le tableau suivant, ce montant est partagé entre le financement de mon encadrement au CEMEF, mon propre salaire et l'occupation des machines industrielles lors des essais.

Total	Laboratoire	Salaire thésard	Essais Snecma
280 kEuros	100 kEuros	150 kEuros	30 kEuros

Dans un travail de thèse régi par une convention Cifre, l'industrie d'accueil bénéficie d'un apport de l'ANRT qui alloue 16 k€an pour soutenir le financement de l'étude. Le budget alloué au CEMEF comprend ma formation (cours et encadrement de mon directeur de thèse), l'utilisation des machines du CEMEF (bancs d'essais, ressources informatique...). Les essais menés sur site industriel sont en fait comptabilisés en heure*machine, ce qui correspond pour chaque service à un montant déterminé, comprenant le coût d'utilisation de la machine et le coût salarial de l'équipe concernée.





L'enjeu de cette thèse est tout d'abord financier pour l'industriel. En effet, l'élimination des défauts nécessite un usinage manuel des pièces. En supprimant totalement cette étape, et en diminuant l'usure des outils, on peut économiser quelques centaines de kEuros par an. Un tel bénéfice serait acquis dans le cas où la thèse mènerait immédiatement à la résolution totale du problème. Si ce n'est pas le cas, ma thèse aura alors consisté en un travail d'ingénierie et de consulting. D'après les résultats, c'est plutôt vers la deuxième solution que nous nous acheminons. En effet, l'analyse du problème et la mise au point de ses méthodes d'approche ont nécessité un temps considérable, ne me permettant que de proposer des solutions basées sur diverses hypothèses assez consistantes, mais encore fragiles. Il reste donc à vérifier la validité des solutions proposées. Par ailleurs, la mise en œuvre des solutions n'est plus tout à fait de ma compétence, puisque faisant appel soit à la chimie des verres (formulation de nouveaux émaux), soit aux techniques de programmation informatique (calcul de l'écoulement de l'émail lors du matriçage).

A-3.3 Évolution du projet

A-3.3.1 <u>Objectifs attendus</u>

L'industriel, comme je l'ai souligné ci-dessus, attend de cette thèse en premier lieu des retombées financières, mais aussi des connaissances scientifiques et techniques. En effet, ils en attendent une économie de temps et donc d'argent, mais aussi une meilleure connaissance et maîtrise de leur procédé. Personnellement, j'attendais de ce travail, la reconnaissance de mon entreprise et de mon laboratoire d'accueil, ainsi que la reconnaissance de mon travail par la communauté scientifique par le biais de publications dans des journaux internationaux. Les publications sont encore à rédiger, mais la qualité des résultats obtenus nous semble d'un bon niveau. D'un autre côté, j'attendais aussi la reconnaissance de la qualité de ma formation universitaire. En effet, elle me semble peu appréciée, car mal connue, à mon avis.

A-3.3.2 <u>Élaboration du programme de travail</u>

Lorsque des étudiants sont recrutés pour faire une thèse au CEMEF, ils doivent « subir » une année probatoire. Cela consiste à suivre 60 h de cours, sanctionnées par des examens ; rédiger et présenter oralement deux manuscrits : un rapport bibliographique après 6 mois de travail et, en fin de première année, un rapport d'avancement du travail de recherche. L'idée des deux rapports est très séduisante puisque offrant l'opportunité d'exposer publiquement ses travaux, et donc de se familiariser avec ce mode de communication. L'idée paraît moins séduisante lorsqu'on réalise qu'un ensemble de notes insuffisantes sur ces diverses épreuves implique le renvoi du thésard, événement à vrai dire très rare. Durant cette année, en dehors des cours et des examens, il a fallu effectuer le travail de recherche attendu par Snecma moteurs, ponctué par des réunions sur le site industriel tous les trois mois.

Comme il s'agissait d'un problème concernant un procédé industriel, la première étape de mon travail a été d'étudier ce dernier sous forme d'un stage en équipe. Cela m'a permis de déceler les paramètres potentiellement en cause, et de mener une enquête dans tous les secteurs d'activité concernant l'apparition des défauts. Après avoir bien assimilé le sujet de thèse, les travaux de recherche à proprement dit ont débuté. Cela a consisté à élaborer et réaliser des expériences sur site industriel et en laboratoire. Pour la partie industrielle, je devais alors justifier et faire avaliser les travaux prévus, en en précisant les raisons et les objectifs. Cela avait l'énorme avantage de me permettre de





mettre en place une démarche claire, visant à résoudre le problème. Par ailleurs, les rapports émis tous les six mois avaient pour but de justifier le travail de recherche auprès de l'ANRT et montrer à l'industriel l'avancement des travaux.

A-3.3.3 <u>Retombées techniques et scientifiques</u>

Les retombées pour l'entreprise sont de plusieurs ordres. Dans un premier temps, mes travaux ont permis de mieux connaître le procédé industriel, ses forces et ses faiblesses. Certaines de mes remarques ont été prises en compte, et ont ainsi amené l'introduction de nouveaux points de contrôle au niveau du procédé. Par ailleurs, mon travail a fourni à Snecma moteurs une batterie de tests destinés à caractériser l'émail et le lubrifiant graphité utilisés pour le matricage, et leur effet sur l'état de surface de la pièce. Une technique de mesure de viscosité, que j'ai mise au point avec différents intervenants, fait même l'objet d'un dossier de créativité au sein de l'entreprise. En effet, il n'était pas possible de mesurer l'évolution avec la température de la viscosité d'un émail auparavant. Les conclusions de mon étude m'ont conduit à formuler une succession de proposition pour remédier au problème, mais je n'ai pas eu le temps de les mettre en pratique moi-même. Il s'agit notamment de tester en matriçage des émaux dont les caractéristiques rhéologiques auront été ajustées à ce procédé spécifique pour éviter la formation des défauts de surface. Cela donne ici l'opportunité au laboratoire de proposer une suite à mon travail de thèse sous forme d'un travail post-doctoral ou dans le cadre d'un mastère (nouveaux contrats).

A-3.3.4 <u>Compétences acquises et enseignements personnels</u>

De cette aventure scientifique, je retire de nombreuses connaissances et compétences, et ce dans différents domaines. En mécanique, j'ai complété les connaissances acquises lors de mon premier DEA en matière de mécanique du contact et de mécanique des solides (plasticité). Je me suis familiarisé avec l'utilisation de logiciels de calcul de grandes déformations de solides par la méthode des éléments finis. En physique des matériaux, j'ai amélioré mes connaissances concernant les alliages de titane, les réactions à l'interface d'un alliage de titane et les verres. J'ai eu aussi l'avantage de m'intéresser de très près aux verres et émaux, et notamment aux rôles des différents oxydes rentrant dans leur composition. J'ai appris de nombreuses méthodes d'essais permettant de déterminer la rhéologie d'un matériau. J'ai en dernier lieu appris à utiliser différentes techniques d'observation (microscope à balayage, microscope optique, rugosimètres, pyromètres...) ainsi que le logiciel INCA d'analyse chimique (EDX). Me voici alors avec un large éventail de connaissances, abordant différentes problématiques.

Par ailleurs, j'ai eu l'opportunité de donner des cours (TD) de mathématique à des étudiants en première année d'IUT d'informatique à Nice. C'était l'occasion pour moi de travailler dans le domaine de la pédagogie et de la vulgarisation des connaissances. Je souhaitais en effet garder la possibilité soit de postuler à un poste de maître de conférence, soit de poursuivre ma carrière au sein d'une entreprise. Cette expérience d'enseignement s'est révélée à l'usage assez éprouvante, ce qui m'a fait alors opter pour une carrière dans l'industrie et/ou dans la recherche.

J'ai aussi eu l'occasion de travailler avec un stagiaire pendant trois mois, à qui j'ai confié une partie bien précise de mon étude. Cela s'insérait, pour lui, dans le cadre de sa première année de formation à l'IUP de production industrielle (GSI) de Marne la Vallée. Je n'ai pu l'encadrer que partiellement tout au long de son stage à cause de la distance, l'encadrement principal étant assuré par mon tuteur industriel A. Venard. Les





résultats obtenus par ce stagiaire étaient tout à fait satisfaisants, ce qui démontre mon aptitude à déléguer dans des conditions satisfaisantes la réalisation de diverses taches.

Toutes les techniques que j'ai acquises sont très facilement transposables à d'autres secteurs d'activité tels que l'industrie automobile, aérospatiale, nucléaire... ce qui me laisse un large choix quant à mon projet professionnel. J'ai aussi touché du doigt les réalités du monde industriel comme la gestion du temps et des contraintes, les impératifs économiques, les relations sociales dans le travail...

A-3.3.5 <u>Perspectives</u>

J'ai découvert, à travers cette expérience très riche, qu'il existe une forte interaction entre les relations humaines et l'apprentissage théorique et technique, et que l'aspect opérationnel est aussi important pour moi que la recherche elle-même. C'est en fait le perpétuel va et vient entre ces deux aspects qui reste à mes yeux le plus stimulant. De ce fait, j'envisage de travailler dans l'industrie ou dans un centre de recherche, tout en conservant dans tous les cas des relations étroites avec la production. En effet j'ai l'ambition de participer au lien entre la recherche et la production dans une entreprise. Les connaissances et compétences acquises me donnent une vue d'ensemble imprenable sur ces deux facettes incontournables d'une entreprise.





Étude et modélisation du comportement des émaux lors du matriçage finition des aubes en alliage de titane

 $\mathbf{R}\acute{e}\mathbf{sum}\acute{e}$: La production d'aubes en TA6V par matriçage à chaud (vers 940°C) donne occasionnellement lieu à l'apparition de défauts de surface. La lubrification est assurée côté outils par un lubrifiant graphité, côté pièces par un film d'émail, mélange d'oxydes métalliques et de liants organiques déposé à froid sur l'ébauche et d'épaisseur de l'ordre de 100 à 200 µm. Après une étude bibliographique, nous étudions l'évolution du film d'émail lors du préchauffage sur échantillons et au cours du procédé industriel sur pièces (aubes, « soucoupes »). Le préchauffage confère au film d'émail des propriétés proches de celles des verres métalliques, réduit fortement son épaisseur, mais laisse une porosité et une rugosité variables qui ne permettent pas la mesure de sa viscosité par des méthodes classiques. Le défaut est une accumulation locale d'émail et de graphite et résulte d'une conjugaison de facteurs : excès d'épaisseur et de porosité résiduelle du film d'émail, température d'outil trop élevée, avarie du film lubrifiant... Un mécanisme de formation du défaut par écoulement de l'émail à l'interface métal-outil du centre vers le bord du contact et rupture de la croûte du film à l'extérieur du contact est proposé. Pour déterminer la viscosité des films d'émail, nous développons deux essais de déformation isotherme de métal revêtu d'émail : indentation à basse température fournissant la température de transition fragileductile correspondant à 10¹⁰ Pa.s environ ; compression à température élevée permettant d'estimer la viscosité par mesure de l'épaisseur du film piégée. La mise au point de cet essai s'est faite sur un verre étalon par modification des géométries (piégeage entre outil et lopin, puis entre deux lopins) et par simulation numérique du piégeage (Forge2[®] multi-mat.) afin de corriger l'analyse théorique de Wilson. Enfin. un essai anisotherme d'écrasement de cylindre sur génératrice permet d'étudier l'effet du lubrifiant, de l'épaisseur d'émail et de la température d'outil sur le frottement et la répartition d'émail à l'interface. La simulations numérique (Forge3®) permet d'identifier le frottement et d'analyser l'évolution d'épaisseur de l'émail : elle dépend de l'étirement superficiel du métal et des gradients de température superficielle et de pression de contact. L'écoulement de l'émail est mis en équation et sa résolution à partir des données issues de la simulation du forgeage (pression de contact, cission de frottement, température superficielle) permettrait d'évaluer la redistribution d'émail au cours du matriçage et les risques d'apparition du défaut.

<u>Mots clefs</u>: Matriçage, TA6V, aubes, émaux, défauts de surface, frottement, simulation 2D and 3D, lubrification anisotherme

Abstract : During the hot stamping (around 940°C) of titanium alloy blades, some surface defects can occur. Lubrication of this process is provided by graphite spray on tools and enamel coating (thickness around 100 µm) on workpieces. Coating is deposited on cold workpiece and is composed with organic adhesives and metallic oxides. After bibliographic analysis, we study coating film evolution during process on samples or pieces (blades, "saucers"). Heating induces marked decreasse of the film thickness and gives it properties very near those of metallic glasses. However, residual porosity and roughness on the surface are observed and classical viscosity measurement methods cannot be used. Defect is a local accumulation of enamel and graphite and result of few parameters combination: too large film thickness and residual porosity, too high tool temperature, lubricant damage... It results from enamel's flow from centre to side of contact which breaks the crust of coating outside the contact. In order to measure enamel coating viscosity, we develop two tests based on isothermal deformation of coated metal: low temperature indentation gives the brittle-ductile transition temperature (corresponding to 10¹⁰ Pa.s about) and high temperature compression gives an estimation of enamel viscosity starting from measurement of trapped film thickness. Checking and improvement of the experimental procedure are performed with standard glass, with geometry samples evolution (film between tool and sample \rightarrow between two samples) and numerical simulation (Forge2[®] multi-mat.) in order to correct Wilson's theory. We develop a non-isothermal crushing test of cylinder on lateral surface for studying the effect of the lubricant, the enamel thickness and the tool temperature on friction and final enamel thickness distribution. Numerical simulation (Forge3[®]) provides value of friction and allows to analyse the thickness film evolution: It depends on metal surface extension, surface temperature and contact pressure gradients. The equation describing the enamel flow along the interface metal/tool is established and its resolution starting from numerical data provided by the stamping simulation (surface temperature, contact pressure, friction shear stress) could estimate the evolution of the enamel thickness distribution along stamping process and defect apparition probability.

Key words: Hot stamping, TA6V, blades, enamel, surface defects, friction, 2D and 3D simulation, non-isothermal lubrication