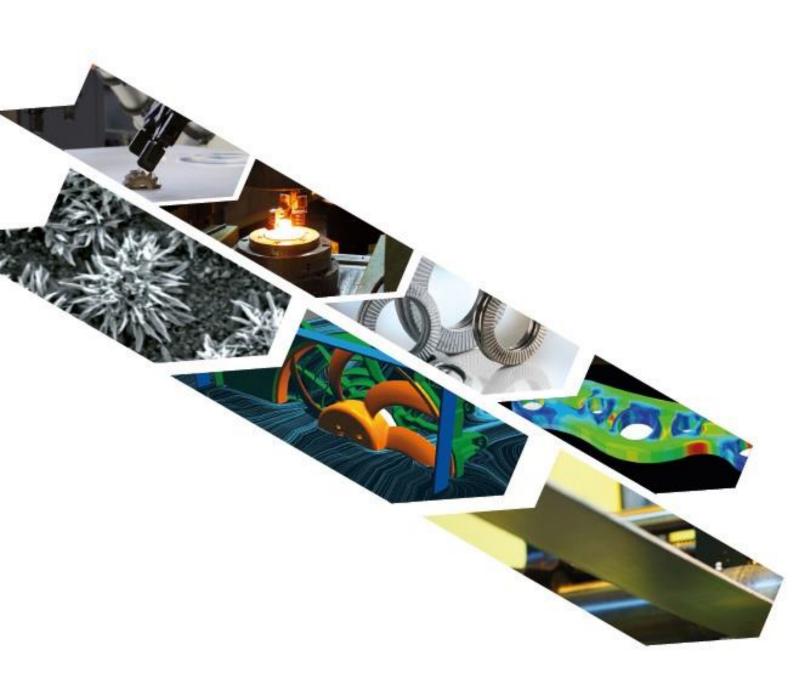
## Journées des doctorants

17 et 18 janvier 2023 au Cetim à Senlis



## Panorama des thèses présentées



### Journées des doctorants

Panorama des thèses présentées lors des journées des doctorants les 17 et 18 janvier 2023 au Cetim à Senlis

#### Remerciements aux:

- Doctorants;
- Directeurs de thèses;
- Responsables de thèse(s) du Cetim;
- Experts référents Cetim.

LES TEXTES PUBLIÉS SONT REPRODUITS DIRECTEMENT À
PARTIR DES DOCUMENTS ORIGINAUX REMIS PAR LEURS
AUTEURS ET AVEC LEUR ACCORD

#### © CENTRE TECHNIQUE DES INDUSTRIES MÉCANIQUES (CETIM), 2018

« Toute reproduction ou représentation intégrale ou partielle, par quelque procédé que ce soit de cet ouvrage faite sans l'autorisation du Cetim est illicite. Elle constitue une contrefaçon. Seules sont autorisées, d'une part les reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective et, d'autre part, les analyses et courtes citations justifiées par le caractère scientifique ou d'information de l'œuvre dans laquelle elles sont incorporées » (Code de la propriété intellectuelle, articles L. 122-5 et L. 335-2).

#### Les thèses au Cetim : le ressourcement scientifique pour la Mécanique

#### Fabien Lefebvre

Le Cetim est un acteur national reconnu dans le développement et le transfert technologiques. Il s'appuie sur une collaboration bien établie avec la recherche publique, pour trouver, auprès du monde académique, le futur technologique, et son ressourcement.

Le Cetim confie environ 15% de son activité de R&D à des partenaires scientifiques, notamment au travers de plus d'une trentaine de thèses, principalement cofinancées, dont 8 à 10 doctorants CIFRE présents au sein des unités opérationnelles chaque année. Son ambition scientifique est d'assurer le ressourcement de ses équipes par des relations avec les laboratoires académiques de mécanique dans l'objectif de répondre à sa mission première : l'appui et l'innovation technologique aux entreprises mécaniciennes, en grande majorité des PME. Cette ambition se concrétise par une centaine de communications et une quinzaine de publications dans des revues à comité de lecture ainsi que l'organisation de congrès internationaux comme Fatigue Design.

Le Cetim dispose de cinq outils au service de son ressourcement scientifique :

- Des partenariats stratégiques avec des partenaires d'excellence,
- 10 laboratoires communs et 7 plateformes technologiques,
- Une fondation pour explorer la recherche amont,
- Le réseau des instituts Carnot,
- Un réseau agile de partenaires.

Ces douzièmes journées des doctorants Cetim ont pour objectif de faire le point sur l'avancement des thèses et post-docs en cours au Cetim et de favoriser les échanges entre les différents acteurs de la R&D : doctorants, ingénieurs du Cetim, directeurs de thèse et partenaires scientifiques. Ce document rassemble les avancées de la plupart de ces projets.

Le Cetim est fortement attaché à la valorisation des résultats des travaux de recherche qu'il pilote ou auxquels il donne son soutien. Une attention particulière est donc portée à l'appropriation des résultats par les équipes du Cetim et aux développements technologiques issus de ces projets et destinés aux applications industrielles. Les publications scientifiques dans des revues à comité de lecture constituent également un outil clé pour la visibilité scientifique du Centre. Elles demeurent également l'outil principal de mise en valeur du travail des doctorants et de leurs laboratoires d'accueil.

#### SOMMAIRE

Les thèses au Cetim : le ressourcement scientifique pour la Mecanique  Fabien Lefebvre	
Simulation et essais multi physiques	6
Susceptibilité à l'érosion de cavitation d'une pompe rotodynamique - Approche par la simulation numérique des écoulements cavitants à l'aide d'un code bi -fluide et comparaison entre eau et sodium	6
Modélisation du comportement mécanique d'un équipement en service sous endommagements progressifs : vers un jumeau numérique d'appareil à pression	3
Modélisation du comportement des joints à brosse	9
Effet du « temper bead welding » sur les contraintes résiduelles lors de la réparation par soudage d'appareils sous pression	
Etude des pertes par traînée et des transferts thermiques au sein de paliers à éléments roulants 3	2
Contribution au dimensionnement au flambement des équipements sous pression par des méthodes par des méthodes simplifiées	8
Caractérisation des matériaux 4	0
Etude de l'effet de l'hydrogène sur les propriétés de fatigue d'alignement métalliques à basse température	0
Loi de vieillissement en lien avec la durée de vie et fiabilité » des élastomères4	5
Caractérisation des mécanismes physiques et des mécanismes chimiques ainsi que de leurs synergies dans le procédé PEMEC	1
Analyse physico-chimique des mécanismes de lubrification électrochimique des aciers inoxydables ; développement d'une approche expérimentale et numérique pour l'estimation de la durée de vie	e
Usure et durée de vies des étanchéités : Applications aux joints radiaux segmentés 6	1
Etude de la sensibilité à la corrosion sous contrainte de joints soudés en aciers inoxydables 6	9
Contrôles et Mesures	5
Modélisation d'une chaine de mesure incluant un tomographe pour estimer les incertitudes de mesure dimensionnelle sur des pièces issues de fabrication additive	5
Analyse des donnés de structures soumises à chargement des tomographie RX et corrélation volumique : application à l'étude des matériaux composites	1
Diagnostic acoustique et identification de défauts industriels en utilisant un système de détection par imagerie acoustique embarquée9	
Transducteurs organiques piézoélectriques flexibles imprimés pour le contrôle non destructif 9	5
Fabrication additive10	1

	Caractérisation accélérée de la fatigue à grand nombre de cycles de pièces de fabrication addit par thermographie infrarouge à détection synchrone et par machine de fatigue ultrasonique	
	Relation microstructure – comportement mécanique a rupture de pièces SLM et WAAM	. 105
	Relation microstructure - comportement mécanique à rupture de pièces SLM et WAAM	. 108
	Maitrise de la fabrication additive de pièces métalliques de grande dimension en 1-4PH par Mé Binder Jetting (MBJ) pour l'industrie mécanique	
	Multiaxial fatigue behavior of hight strenght steel obtained by additive manufacturing : influen of defects and microstructure	
Ρı	rocédé	.120
	Mise en forme en température d'alliages d'aluminium à durcissement structural	. 120
R	éférences	.124
	Mise en place d'un procédé intelligent de suivi d'usure des outils de découpage	. 125
C	omposites	.130
	Caractérisation de interfaces de soudage dans les composites thermoplastiques	. 130
	Characterization of overmolded thermoplastic composite joints and sizing methods for hybrid structures	. 136
	Modélisation d'un procédé de surcyclage par thermocompression de composites thermoplastic	•
	Développement d'une stratégie d'optimisation pour la conception préliminaire de pièces réalis par le procédé QSP « Quilted Stratum Process »	
	Structures Composites à Usages Durables	152
	COmposite Structure for Sustainable Uses (COSSU)	. 152

#### Simulation et essais multi physiques

#### Susceptibilité à l'érosion de cavitation d'une pompe rotodynamique -Approche par la simulation numérique des écoulements cavitants à l'aide d'un code bi -fluide et comparaison entre eau et sodium

Jacques FERHAT<sup>a\*</sup>, Antoine ARCHER<sup>b</sup>, Stéphane MIMOUNI<sup>b</sup>, Regiane FORTES-PATELLA<sup>c</sup>,

Tayeb AIOUAZ<sup>d</sup>,

<sup>a</sup>Doctorant, laboratoire LEGI, CETIM, EDF

<sup>b</sup>Encadrants industriels, EDF R&D, Chatou

<sup>c</sup>Directrice de thèse, LEGI, Grenoble

<sup>d</sup>Référent technique, pôle SIMulation, CETIM, Senlis

#### Objectifs

La cavitation est un changement de phase de la phase liquide vers la phase gazeuse qui apparait lorsque la pression locale atteint la tension de vapeur. Elle peut être présente dans l'ensemble des équipements hydrauliques et est un phénomène néfaste conduisant à des pertes de performances, des nuisances sonores et des vibrations, ainsi qu'à l'endommagement des composants. On parle alors d'érosion de cavitation. La prévision de ce mécanisme d'usure reste actuellement un verrou scientifique.

Les écoulements cavitants sont fortement instationnaires et compressibles par nature, de plus ils mettent en œuvre plusieurs échelles spatiales et temporelles. Leur simulation numérique est donc difficile et recourt généralement à des hypothèses d'équilibres thermique et dynamique. Ces hypothèses peuvent être remises en cause notamment lors de l'utilisation de fluides dits thermosensibles. Après la précédente thèse [Leclercq, 2017] basée sur une modélisation « fluide de mélange », résolvant la conservation de la masse et de la quantité de mouvement, la présente thèse se propose d'utiliser un code bifluide résolvant un système d'équation pour chaque phase et prenant en compte l'équation de conservation de l'énergie. Dans ce contexte, les objectifs de la thèse sont les suivants :

- Développer un modèle bi-fluide ne reposant pas sur des hypothèses d'équilibre thermique et dynamique et permettant de simuler les écoulements cavitants,
- Développer un modèle capable de prédire l'érosion de cavitation depuis l'écoulement simulé,
- Étudier la modification du comportement cavitant lorsque la température augmente.

#### Résumé

L'étude de l'état de l'art relatif à la simulation des écoulements cavitant révèle un large panel de modélisations numériques qui, pour la plupart, sont basées sur une modélisation homogène utilisant des termes sources empiriques et des hypothèses d'équilibres. La modélisation bifluide, c'est-à-dire prenant en compte 2 phases (le liquide et sa vapeur) en interaction, s'affranchit de ces hypothèses. Un modèle prenant en compte les échanges d'énergies entre les 2 phases est proposé.

Ce modèle est validé avec des essais expérimentaux [Pereira, 1997] sur différents régimes d'écoulements (régimes à poches stables et instables). Les grandeurs examinées sont la longueur de la poche en fonction du paramètre de pression, la fréquence de détachement des structurees de cavitation et le coefficient de pression relevé sur la corde du profil.

Adresse email : ferhat.jacques@gmail.com

CETIM | Journées des doctorants 17 et 18 janvier 2023

<sup>\*</sup>Auteur correspondant Téléphone : 06.51.22.18.51

Dans un deuxième temps, un modèle de prévision de l'intensité de cavitation, reposant sur la notion de cascade énergétique [Fortes-Patella, 2013], est implémenté et validé. Ce modèle permet, à partir des simulations numériques réalisées, de déterminer l'emplacement et l'intensité de l'érosion de cavitation.

Enfin, les deux modèles établis nous permettent d'étudier le comportement cavitant de l'eau lorsque la température augmente.

Les résultats numériques sont en bon accord avec les résultats expérimentaux établis sur un écoulement de poche de cavitation sur un hydrofoil, pour différentes conditions d'écoulements et sur deux formes de cavitations (stable et instable).

#### Méthodes et résultats

Pour ce faire, la thèse s'appuie sur les expériences de [Pereira, 1997] pour la validation de l'hydrodynamique et [Couty, 2004] pour la validation de l'agressivité de l'écoulement cavitant. Pour l'étude des effets thermiques, nous ne disposons pas de données quantitatives sur la géométrie d'étude, mais la littérature expérimentale nous permet de valider qualitativement le comportement de nos modèles.

#### 1) Proposition d'un modèle de changement de phase :

La modélisation numérique s'appuie sur le code bi-fluide *neptune\_cfd* qui est un code développé et utilisé dans le domaine du nucléaire [Guelfi, 2007] mais n'est pas initialement destiné à simuler les écoulements cavitants. Un modèle permettant de simuler le changement de phase par cavitation est donc proposé [Ferhat, 2022a]. Ce modèle est écrit en enthalpie et propose de nouveaux termes d'échange d'énergie entre les phases, ce qui permet à la fois de prendre en compte les changements de pression, ainsi que les changements de température pour modéliser le changement de phase. Il propose une valeur du terme source d'énergie, noté Q', pour chaque phase en fonction de l'écart à l'enthalpie de saturation de cette phase. Nous avons ainsi :

- $si~(H_l < H_l^{sat})$ , le liquide est dans une zone thermodynamique stable et ne change pas de phase :  $Q_l' = 0$
- $si(H_l > H_l^{sat})$ : le liquide est instable et se vaporise :

$$Q_l' = \frac{f(\alpha_l, \alpha_v)}{\tau} (H_l^{sat} - H_l) < 0$$

-  $si~(H_v < H_v^{sat})$ , la vapeur est sous refroidie et donc dehors de sa zone thermodynamique de stabilité, elle se condense :

$$Q_v' = \frac{f(\alpha_l, \alpha_v)}{\tau} (H_v^{sat} - H_v) > 0$$

-  $si~(H_v > H_v^{sat})$ , la vapeur est dans une zone thermodynamique stable et ne change pas de phase mais nous souhaitons la maintenir proche de la zone de vapeur saturante :

$$Q_v' = \frac{f(\alpha_l, \alpha_v)}{\tau} (H_v^{sat} - H_v) < 0$$

Le terme  $\frac{f(\alpha_l,\alpha_v)}{\tau}$  est un terme de stabilisation numérique identique pour les 2 phases.

#### 2) Etude de l'hydrodynamique d'une poche de cavitation instationnaire :

La cavitation peut prendre différentes formes. Pour les pompes, on considère les développements de poches attachées au bord d'attaque, qui sont représentés de manière simplifiée

par un écoulement cavitant sur un hydrofoil bidimensionnel en incidence. Le comportement de la cavitation par poche peut alors être stable ou instable en fonction des conditions. La validation du modèle de cavitation est réalisée en deux étapes sur ces deux types de cavitation en suivant les résultats expérimentaux.

- Tout d'abord, la capacité à prédire la bonne longueur de poche à sigma donné et la prédiction du chargement sur la face en dépression de l'hydrofoil sont vérifiées à l'aide d'une poche stable (obtenue à une incidence de 4°).
- Ensuite, la capacité du modèle à prédire le comportement périodique d'une poche instable est évaluée à en vérifiant l'obtention de la bonne longueur de poche à sigma donné ainsi que des fréquences de détachements des structures convectées (obtenus à une incidence de 6° [Ferhat, 2022b]).

La figure 1 illustre la capacité du modèle à correctement prédire le chargement sur la face en dépression de l'hydrofoil (extrados). D'une part, le profil de coefficient moyen de pression est correctement prédit avec en particulier la bonne localisation du pic de gradient de pression. D'autre part, les écarts types de variation du coefficient de pression sont correctement localisés et du même ordre de grandeur qu'expérimentalement.

Le tableau 1 récapitule les résultats obtenus pour la poche instable à 6° d'incidence et pour une poche de 40% de la corde. Les nombres de cavitations et les fréquences de détachements sont proches des résultats expérimentaux avec moins de 10% d'erreur.

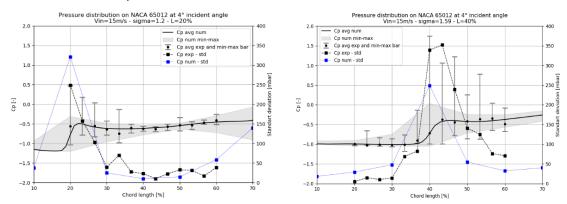


Figure 1 : Comparaison des profils de pression expérimentaux et numériques pour une poche de 20% (à gauche) et une poche de 40% (à droite). Les Cp sont représentés par les points noirs et la courbe continue respectivement. L'écart type est représenté par les courbes en pointillés noir et bleues respectivement. Les minimums et maximums enregistré en paroi sont représentés par les barres et la zone grisée.

i=4°°, Vin=15m/s, σ=1.2 et 1.05 respectivement.

En plus de ces résultats, le modèle est capable de simuler des éléments caractéristiques de la cavitation tels que la présence d'un jet-rentrant et l'apparition de structures dite en « fer à cheval » dans l'écoulement convecté. La figure 2 illustre le bon accord qualitatif entre l'écoulement expérimental et l'écoulement simulé pour les deux types de poches. Les structures en « fer à cheval » sont présentes sur les figures du bas.

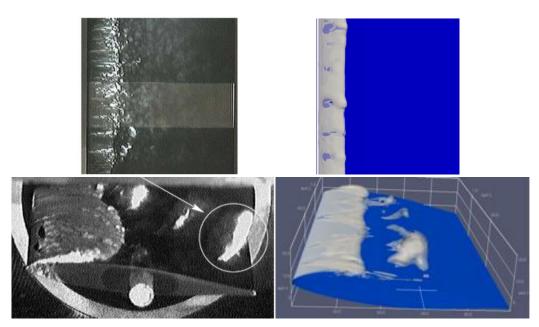


Figure 2 : Comparaison de l'écoulement expérimental (à gauche) [Pereira, 1997] et de l'écoulement issu d'une simulation numérique (à droite) pour une poche stable à une incidence de 4° (en haut) et une poche instable à une incidence de 6° (en base). Iso-taux de vide à 10.

En haut : i=4°, Vin=25m/s, σ=1.2, L=20%. - En bas : i=4°, Vin=15m/s, σ=1.59, L=40%.

	Expérience		Simulation			
Vin [m/s]	fexp [Hz]	σexp [-]	f [Hz]	err [%]	σ [-]	err [%]
15	100	1,59	109	9	1,59	0
20	145	1,60	138	1,4	1,56	2,5
25	190	1,62	173	8,9	1,54	4,9
30	230	1,63	227	3,2	1,51	7,4

Tableau 1 : Comparaison des fréquences et des nombres de cavitation obtenus expérimentalement et numériquement pour la poche instable à une incidence de 6° et une longueur de poche de 40% de l'hydrofoil pour différentes vitesses.

#### 3) Etude de l'agressivité de l'écoulement cavitant :

La mesure de l'érosion de cavitation par perte de masse exige des essais très longs, donc coûteux. A la place, le chargement généré par l'écoulement cavitant sur la paroi est quantifié par la mesure du marquage. On parlera alors de l'agressivité de l'écoulement cavitant. L'objectif de cette thèse est de proposer un indicateur permettant de quantifier l'agressivité d'un écoulement cavitant, simulé numériquement, de manière à pouvoir à terme prédire l'érosion de cavitation à partir des simulations numériques.

Pour ce faire, nous supposons que l'énergie capable de détériorer le matériau est initialement contenue dans le volume de vapeur sous forme d'énergie potentielle, et, qu'elle est transmise par l'écoulement. C'est le modèle de « cascade énergétique » [Fortes-Patella, 2013]. Ce flux d'énergie correspond donc à une puissance volumique qui, une fois projetée sur la surface du composant, nous permet d'évaluer l'intensité de cavitation, critère mesurant l'agressivité de l'écoulement cavitant.

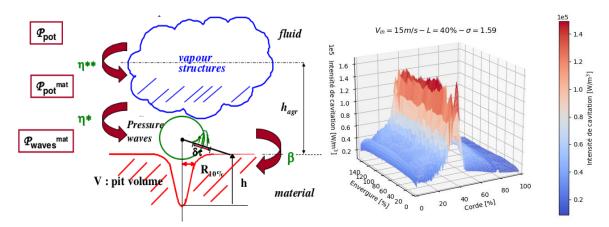


Figure 3 : Schémas explicatif du modèle de cascade d'énergie [Fortes-Patella, 2013] et visualisation 3D de l'intensité de cavitation résultante d'une simulation numérique avec le modèle de prévision de l'intensité de cavitation.

La figure 3 détaille le modèle de cascade d'énergie. Les structures de vapeur (en bleu) contiennent une énergie potentielle. Cette énergie est libérée lors du processus d'implosion et transmise dans le fluide sous la forme d'une onde pression. Lorsqu'elle atteint la surface (en rouge), une partie de cette énergie est utilisée pour déformer plastiquement le matériau. Chacun de ces processus opèrent avec un rendement.

Nous pouvons déterminer, à l'aide des simulations numériques, l'énergie potentielle contenue dans le volume de vapeur. Cette énergie a un potentiel agressif qui, une fois projeté sur la surface de l'hydrofoil, représente la grandeur « intensité de cavitation » (illustré à droite). Le travail de cette thèse a également consisté à développer, et valider, une méthode de projection de la puissance potentielle ainsi qu'à optimiser le coût de calcul d'une telle procédure. Enfin, différentes méthodes de calculs de l'intensité de cavitation sont évaluées avec par exemple l'étude des évènements maximaux et l'utilisation de seuil de puissance minimale permettant de déformer le matériau.

#### 4) Etude de l'effet de la température sur la cavitation de l'eau :

En eau froide, la cavitation est un phénomène majoritairement inertiel et assimilable à un processus isotherme. Lorsque la nature ou la température du fluide est modifiée, d'autres effets peuvent prendre le dessus et modifier le comportement de la cavitation. En particulier ce qui est appelé « effet thermodynamique en cavitation » entraine un retard à l'apparition de la cavitation, ce qui peut être bénéfique d'un point de vue industriel. On parle de thermosensibilité. La majorité des modèles 1-fluide sont incapables de capturer cela sans adaptation ou modification de leurs constantes.

La figure 4 illustrent l'évolution du taux de vide sur l'hydrofoil en fonction du temps. A 30°C, la poche est clairement définie et la périodicité du détachement de la poche instable est nettement lisible. A 70°C, la poche est très déstructurée, la longueur de la poche devient plus difficile à déterminer et la poche change de régime. Cette modification du comportement est observée expérimentalement.

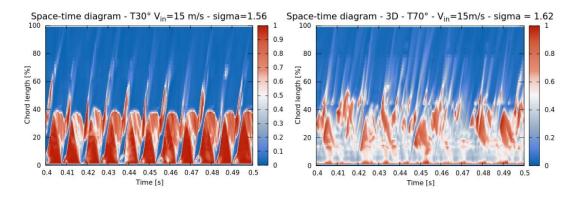


Figure 4 : Diagrammes spatio-temporels illustrant l'évolution de la poche de cavitation à 30°C (gauche) et à 70°C (droite) pour une poche à 40% de la corde, une vitesse de 15 m/s et une incidence de 6.

La figure 5 récapitule l'effet de l'augmentation de la température sur le critère d'intensité de cavitation. Nous remarquons une tendance en cloche avec un maximal à 50°C qui est également observée expérimentalement.

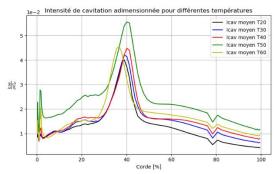


Figure 5 : Prévision numérique de l'intensité de cavitation en fonction de la température du fluide pour une poche à 40% de la corde, à une vitesse de 15 m/s et une incidence de 6.

#### Conclusions et perspectives

Nous avons proposé un modèle de changement de phase exprimé en enthalpie dédié à la simulation des écoulements cavitants par un code bifluide. Ce modèle est validé sur la géométrie d'un hydrofoil bidimensionnel pour différentes conditions d'écoulements et deux types de poche de cavitation à l'aide de résultats expérimentaux.

Nous avons ensuite implémenté le modèle de cascade d'énergie avec le formalisme bi-fluide et proposé une nouvelle méthode de projection de la puissance potentielle. Ceci nous permet de prédire l'agressivités de l'écoulement pour les conditions simulées.

Enfin, nous avons étudié la capacité du modèle à simuler un retard thermique au développement de la cavitation et avons mesuré l'évolution de l'agressivité de l'écoulement cavitant avec la température. Le comportement suit qualitativement les (rares) observations de l'état de l'art expérimental.

Malgré les bons résultats obtenus, la simulation des écoulements cavitants à l'aide d'un code bi-fluide reste un défi technique. Certains points de fonctionnements expérimentaux n'ont pas pu être simuler en 3D et nécessiteront l'amélioration de la stabilité du code pour les écoulements les plus difficiles.

Les perspectives d'utilisation des modèles développés pendant cette thèse portent sur l'extension de la modélisation et de la validation des modèles via l'utilisation du sodium liquide et la simulation sur des géométries industrielles telle qu'une pompe pour laquelle des résultats de

marquage sont disponibles. Une validation quantitative de la capacité du modèle à simuler un retard thermique à la cavitation est également à prévoir.

Concernant les perspectives d'amélioration du modèle de cavitation, nous avons observé une augmentation de l'erreur avec la vitesse de l'écoulement. Ceci pourrait être attribué à des effets de turbulences, il parait donc pertinent d'étudier d'avantage l'effet de la modélisation de la turbulence sur les variables concernées.

Pour le modèle d'intensité de cavitation, nous avons montré qu'une prise en compte des évènements maximaux via une méthode de seuillage permet d'améliorer la prédiction de la localisation de la zone érodée. En effet, les moments statistiques tendent vers des distributions non normales (à queue de distribution fines). Il apparait qu'une étude des statistiques de valeurs extrêmes permettrait une caractérisation plus fine de l'érosion de cavitation.

#### **Exploitation et valorisation**

A ce jour, il n'existe pas de méthode d'estimation de la vitesse d'usure par érosion de cavitation dans les machines et composants hydrauliques (pompes, turbines, vannes, diaphragmes...) sans faire un essai. Le mécanisme d'érosion de cavitation n'est encore que partiellement compris et constitue un verrou scientifique et technique important à la maîtrise de la durée de vie. L'objectif final est de définir un critère d'érosion local, prenant en compte la géométrie de l'organe hydraulique et son matériau.

Par le biais de cette thèse et l'exploitation d'un critère local d'érosion le CETIM améliore son expertise en analyse de défaillance et maitrise de durée de vie des composants hydrauliques (pompes, turbines hydrauliques, vannes, diaphragmes) dans le domaine de l'exploitation et de la maintenance (optimisation de l'exploitation pour réduire l'usure, maintenance prédictive).

#### Publications / références

[Pereira, 1997] F. Peirera, Prédiction de l'érosion de cavitation : approche énergétique, PhD thesis, EPFL, 1997.

[Guelfi, 2007] A. Guelfi et al., "NEPTUNE: A New Software Platform for Advanced Nuclear Thermal Hydraulics. Nuc. sci. and Engng., 156, pp. 281 – 324 (2007).

[Fortes-Patella, 2013] R. Fortes Patella, A. Archer, and C. Flageul, 2013. Numerical and experimental investigations on cavitation erosion. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 15, pp. 2013–(2012)

[Leclercq, 2017] C. Leclercq, Simulation numérique du chargement mécanique en paroi généré par les écoulements cavitants, pour application à l'usure par cavitation des pompes centrifuges, PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2017

[Ferhat, 2022a] Ferhat J, C Leclercq, Fortes Patella R, Archer A, Mimouni S and T. Aiouaz, 2022. Numerical simulation of unsteady cavitation on a hydrofoil using a two-fluid model with neptune\_cfd, 19th Int. Topical Meeting on Nuclear Reactor Thermal Hydraulics Log nr. 35939

[Ferhat, 2022b] Ferhat J, Archer A, Fortes Patella R and Mimouni S, 2022. Numerical simulation of cavitating flows: comparison between two-fluid and homogeneous approaches. IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science, 1079 (2022) 012045. doi:10.1088/1755-1315/1079/1/012045

# Modélisation du comportement mécanique d'un équipement en service sous endommagements progressifs : vers un jumeau numérique d'appareil à pression

KHALED Izat<sup>a</sup>, CHAKI Salim<sup>b</sup>, VASIUKOV Dmytro<sup>c1</sup>, SHAKOOR Modesar<sup>c1</sup>
BENNEBACH Mohamed<sup>c2</sup>, IWANIACK Jean-Louis<sup>d</sup>, ROHART Philippe<sup>d</sup>, ASSAF Samir<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, laboratoire LATEP, CETIM – IMT NORD EUROPE

<sup>b</sup>Directeur de thèse, Centre de recherche IMT NORD EUROPE, Douai

<sup>c1</sup>Responsable scientifique, Centre de recherche IMT NORD EUROPE, Douai

<sup>c2</sup>Responsable scientifique, CETIM, Senlis

<sup>d</sup>Responsable technique, CETIM, Senlis

#### Objectifs

Les équipements sous pression (ESP) sont destinés à la production, le stockage ou le transport des produits sous une pression élevée. L'énergie contenue dans ces équipements est très importante et peut, en cas de défaillance de l'enceinte, provoquer des dégâts humains, matériels et environnementaux dans le voisinage des lieux de l'accident. Ainsi, la maintenance et le suivi de l'état de santé de ces équipements est un enjeu majeur pour les industriels de ce domaine. Le premier objectif de la thèse est donc de contribuer au développement d'une méthodologie d'évaluation en temps réel de l'intégrité des structures sous pression, en mettant en place une stratégie de maintenance prédictive en lieu et place d'anciennes maintenances curatives ou préventives très couteuses, ceci en s'appuyant sur les technologies IoT et jumeau numérique. La deuxième finalité technologique de la thèse est de développer des méthodes pour optimiser et fiabiliser la conception et l'exploitation des nouvelles générations de structures sous pression.

#### <u>Résumé</u>

Selon la définition de l'Alliance Industrie du Futur, le jumeau numérique est un clone virtuel d'un système physique ou d'un processus. Il implique systématiquement l'existence d'un couple « modèle numérique » avec l'objet qu'il copie. Suivant le système concerné et l'utilisation souhaitée il peut être un modèle géométrique, multiphysique, fonctionnel, comportemental et décisionnel. Il doit évoluer dans le temps comme son jumeau réel. Il permet d'améliorer le pilotage, la sécurisation et l'optimisation de lignes de production et des usines, la continuité numérique au niveau du produit, de sa conception à sa fin de vie, la surveillance et la maintenance prédictive.

Le jumeau numérique apparait alors comme un moyen fiable de réaliser le suivi en fonctionnement, d'évaluer la résistance et la sécurité des ESP dans les conditions réelles de service, via l'intégration d'informations relatives au cycle de vie dans un module de traitement automatique des données, et enfin capitaliser sur toutes ces données pour optimiser la conception de nouveaux produits.

A cette fin, les travaux consistent à établir dans un premier temps, un état de l'art sur le dimensionnement des ESP, sur les codifications relatives, et sur les diverses stratégies de maintenance prédictives existantes. Ensuite, une recherche sera menée pour classifier les multiples approches utilisées pour traiter les problèmes de défaillance. Le choix final se basera sur la robustesse de l'approche, mais aussi sur la capacité de l'appliquer sur une structure complexe, en passant par des calculs éléments finis. Un modèle éléments finis de l'ESP capable de prédire sa durée de vie avec précision et avec un temps de calcul acceptable sera développé.

#### Méthodes et résultats

La technologie « jumeau numérique » a connu une croissance importante pendant les dernières années dans plusieurs domaines [aéronautique, bâtiment, naval, procédés de fabrication...]. Le développement d'un jumeau numérique réactif, évolutif et anticipatif nécessite la construction d'un cerveau bicéphale avec un hémisphère guidé par le modèle boîte noire, réputé réactif, qui interviendra

pour la gestion des alertes et des prises de décisions en temps-réel, et un hémisphère guidé par le modèle physique pour l'étude des évènements inconnus et l'enrichissement de la base de données servant à l'apprentissage du modèle boite noire (voir figure 1).

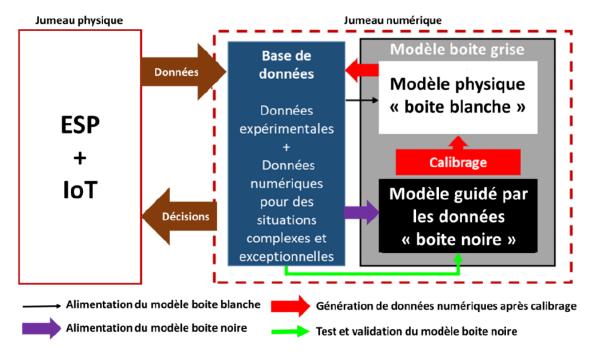


Figure 6 : Schéma synthétique du jumeau numérique

Contrairement au modèle boite blanche qui fournit des résultats précis, mais avec un temps de calcul pouvant être élevé, du fait des modèles physiques sur lesquels les calculs se basent ; le modèle boite noire est connu pour sa capacité de délivrer des résultats et des décisions rapidement, mais avec un risque de précision moindre. De ce fait, pour respecter la notion du temps réel ou quasi-réel, tout en gardant un haut degré de précision, une nécessaire hybridation des deux modèles sera réalisée.

C'est plus précisément dans ce cadre que la thèse se positionne, pour développer le modèle numérique (boite blanche) le plus fidèle possible au comportement de l'équipement réel soumis à des chargements représentatifs.

Plusieurs approches sont utilisées pour le calcul de la durée de vie (voir figure 2). La conception, fabrication et maintenance des ESP étant régies par des codes, dans un premier temps seront mises en œuvre les approches présentes dans le CODAP (Code de Construction des Appareils à Pression non soumis à l'action de la flamme). Ensuite seront explorées des approches alternatives en fonction des domaines d'endurance, des sollicitations et de l'intégrité de l'équipement.

Selon l'état de contrainte dans l'ESP (uniaxial, multiaxial simple, multiaxial complexe), la géométrie (avec ou sans soudure), et la présence ou pas de défauts, une méthodologie de calcul de la durée de vie sera privilégiée. Une cartographie de l'état de contrainte dans l'ESP est présentée dans la figure 3.

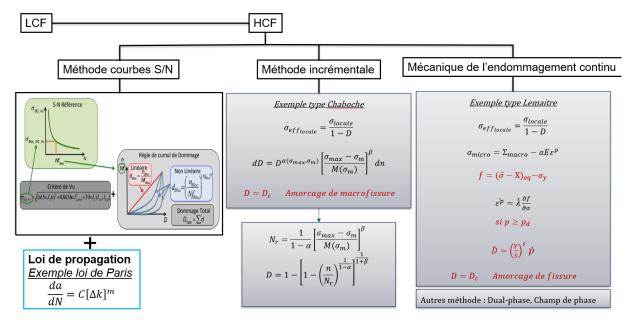


Figure 7 : Approches pour le calcul de la durée de vie en fatigue

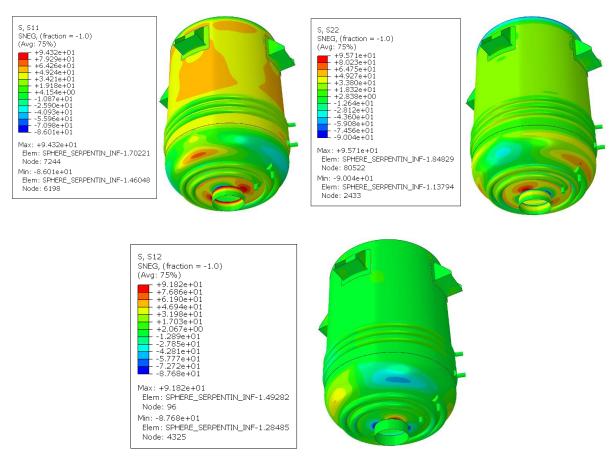


Figure 3 : Cartographie de l'état de contraintes dans l'ESP

D'après les premiers résultats de calcul, la concentration de contraintes se localise dans des zones soudées sur le bas de l'équipement. L'état de contrainte présent est multiaxial simple. C'est pourquoi, les méthodologies et les approches simples présentes dans le CODAP seront appliqués en premier. Pour les zones soudées, la grandeur qui pilote la durée de vie à l'amorcage en surface est la contrainte

géométrique aux points chauds, déterminée à partir des recommendations de l'IIW équation (I). Cette contrainte est à comparer à la courbe S-N caractéristique du détail soudé étudié.

$$\sigma_{hot-spot} = 2.52 \ \sigma_{0.4t} - 2.24 \ \sigma_{0.9t} + 0.72 \sigma_{1.4t}$$
 (I)

Dans le cas d'un soudage bout à bout, des correction d'imperfection de forme seront à prendre en compte. Dans les zones sans soudure, l'étendue de la contrainte effective totale calculé à travers la contrainte géométrique et la correction plastique, est prise en compte équation (II). Une courbe de basquin correspondante leurs sera attribué.

$$\Delta \sigma_{T,eff} = \frac{K_f}{K_t} \Delta \sigma_T$$
 (II)

 $K_t$ : Coefficient global de concentration de contraintes théorique

 $K_f$ : Coefficient global de concentration de contrainte effective

Des approches multiaxiales seront à aborder, si les approches simples ne sont pas suffisamment robustes pour prédire une durée de vie correcte.

Les calculs de fatigue se feront pour l'amorçage et la propagation de fissure, couvrant ainsi la totalité de la durée de vie.

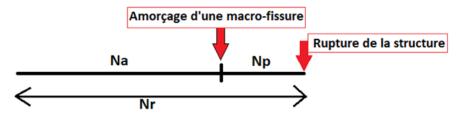


Figure 4 : Exemple de répartition de la durée de vie totale, entre amorçage et propagation

Le modèle boite blanche sera alimenté, à travers des capteurs connectés, par des données d'entrées (pression, température, déformations...) dans le but de prédire le niveau d'endommagement de l'ESP et sa durée de vie résiduelle.

Une partie des travaux consiste à améliorer et mettre au point un code de placement de capteurs intelligent (développer par l'IMT Nord Europe), dans le but de minimiser le nombre de capteurs nécessaire pour suivre l'état de santé de l'équipement. La figure 4 donne une idée sur le fonctionnement du code.

L'usage de ce code montre qu'à travers un nombre modéré de capteurs (inférieur à 5), il est possible de reconstruire correctement le champ de contraintes dans l'équipement. Il peut donc être considéré comme une technique d'optimisation de l'instrumentation et de réduction de modèle.

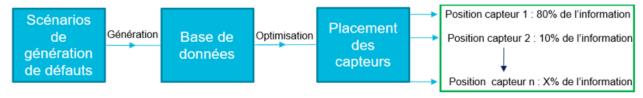




Figure 5 : Fonctionnement du code de placement de capteurs

#### 1. Objectifs du Jumeau Numérique (boite grise)

- Améliorer de manière significative la fiabilité dans l'évaluation de la sécurité des équipements sous pression en service, comparée aux inspections de sécurité conventionnelles.
- Accroitre les performances des équipements en optimisant leur fonctionnement et leur disponibilité et en augmentant les niveaux de précision de l'évaluation de la résistance mécanique.
- Fournir des données d'intégrité structurelle et de performance de l'équipement pour démontrer la conformité aux codes et normes en vigueur, ainsi que pour soutenir une éventuelle prolongation de la durée de vie d'un appareil instrumenté, sans augmentation drastique des exigences en matière d'inspection ou d'opération de maintenance.

#### 2. Objectifs de la thèse (boite blanche)

- Conception d'un modèle EF 3D (modèle boîte blanche) pour le calcul du comportement mécanique en fatigue de l'ESP (calcul de contraintes, prédiction de la durée de vie, amorçage, totale et/ou tolérance au dommage).
- Calibrage du modèle par les données expérimentales obtenues « en laboratoire » à l'aide des capteurs intégrés.
- Génération de données numériques, notamment pour des cas de chargements complexes dans le but de la conception d'un jumeau numérique évolutif et anticipatif.

#### **Exploitation et valorisation**

Le CETIM, membre de l'Alliance Industrie du Futur, est un acteur majeur dans l'accompagnement des industriels pour la maitrise des technologies de l'industrie du futur.

Étant "l'outil R&D" de 7 000 entreprises mécaniciennes, le CETIM assure une forte présence au plus près de ses clients nationaux démultipliant son action avec un réseau de partenaires scientifiques et techniques.

Le CETIM souhaite fortement s'engager dans le projet JUNAP, jumeau numérique d'un appareil à pression, couplant Simulation, IoT, Intelligence Artificielle...qui s'inscrit pleinement dans ses axes de R&D stratégiques. Pour ce faire, le CETIM mobilise des moyens humains et matériels dans différents domaines d'expertise : équipements sous pression, mesures (capteurs connectés), essais multi-échelles, contrôle non destructif, matériaux, simulation numérique.

Au travers d'un tel projet, le CETIM accentue son implication dans la transition numérique afin d'accompagner les entreprises dans cette transformation. Par son rôle de diffusion et de transfert des

technologies, et par l'expertise acquise dans ce projet, le CETIM pourra accompagner d'autres entreprises françaises, mieux les conseiller et aussi développer son offre de service.

Pour cela, le CETIM amènera, dans ce projet, sa connaissance en mécanique et plus particulièrement des équipements sous pression, pour aider à définir le démonstrateur, son expertise en mesures, essais, loT et simulation pour développer le jumeau numérique de l'appareil choisi et les algorithmes associés, et hébergera les jumeaux physique et numérique.

Au-delà, le déploiement de cette technologie en usine participera à la réduction de l'empreinte environnementale et à la sécurité des agents de contrôle du CETIM en réalisant la surveillance des structures à distance et en temps réel.

#### Valorisation des travaux de thèse :

Publication de rang A prévue fin 2023.

Présentation à la conférence ESOPE en septembre 2023.

Présentation à la conférence Fatigue Design en novembre 2023

#### Publications / références

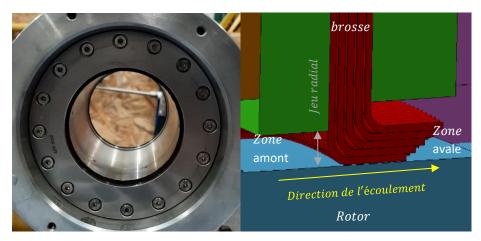
- 1- Mohamed Bennebach, Romain Duval, Philippe Amuzuga, Isabel Huther, Michel Marzin, Philippe Rohart, Zouhair Chaib, guide de dimensionnement en fatigue des composants et des structures, CETIM, collection fatigue, 2021
- 2- Elaheh Rabiei, A prognostics approach based on the evolution of damage precursors using dynamic Bayesian networks, 2016
- 3- Fabricio Dal Cero Coelho. Maîtrise de la tenue en fatigue des cordons de soudure. Autre. ISAEENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique Poitiers, 2014.
- 4- Grégory Barbier, étude expérimentale et modèle d'endommagement à deux échelles probabilistes.
- 5- Masataka Aibara, Motomichi Koyama, Shigeru Hamada and Hiroshi Noguchi, Analysis of fatigue crack configuration influence on fatigue life, 2018
- 6- Olivier Coudray, Philippe Bristiel, Miguel Dinis, Christine Keribin, Patrick Pamphile. Caractérisation de zones critiques pour le dimensionnement en fatigue d'une pièce mécanique Congrès de Maîtrise des Risques et Sûreté de Fonctionnement, Aug2020, Le Havre / Virtual, France.hal-03121282
- 7- S. HEDAN, V. VALLE, M. COTTRON, Calcul de l'intégrale J et détermination des zones 3D entourant la pointe de fissure. Application aux matériaux élastiques, 20ème Congrès Français de Mécanique, 2011
- 8- P. Carrara, M. Ambati, R. Alessi, L. De Lorenzis, A framework to model the fatigue behavior of brittle materials based on a variational phase-field approach, 2019.
- 9- Rajesh Kumar Neerukatti, Kuang C. Liu, Yingtao Liu, Aditi Chattopadhyay, Fatigue Life Prediction Using Hybrid Prognosis for Structural Health Monitoring, School for Engineering of Matter, Transport and Energy, Arizona State University, Tempe, AZ, 85281
- 10- François Hamon. Modélisation du comportement mécanique en fissuration d'alliages aéronautiques. Sciences de l'ingénieur. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique Poitiers, 2010. Français.
- 11- CODAP, Le code de construction des appareils à pression non soumis à l'action de la flamme, 2020.
- 12- A. Hobbacher, Recommendations for fatigue design of weld joints and components.
- 13- Akselos, 2020, Under Pressure digital twin, Article by Andrew Young

#### Modélisation du comportement des joints à brosse

Ala SOUISSI
Mihai ARGHIR (Pprime)
Didier LASSEUX (I2M)
Lassad Amami (CETIM)
Pôle Cetim FST
Nom du laboratoire commun LERDED

#### **Objectif**

Utilisé dans les turbomachines, les joints à brosse en carbone sont des dispositifs d'étanchéité qui ont pour but de diminuer les débits de fuites entre deux compartiments, amont et aval. Ce type de joint impose une géométrie particulière de nature à engendrer des diminutions de fuites. La perméabilité du joint est assurée par une brosse constituée de nombreuses rangées de fils en carbone très fins (diamètre 5µm) compactés entre deux plaques. L'étanchéité est assurée principalement par deux éléments : le comblement du passage étroit (jeu radial) entre le rotor et le stator et la géométrie poreuse de la brosse.



A ce titre, il est prévu de réaliser un modèle de joint à brosse qui permet de prédire les performances de ce dernier. La validation de ce modèle s'achève par un volet numérique développé à partir de notions théoriques et un volet expérimental obtenu grâce à des essais.

#### <u>Résumé</u>

La première partie des travaux consiste à caractériser le comportement de la structure filaire de la brosse. En vue du petit diamètre de chaque fil (5µm) et du grand rapport entre sa longueur et son diamètre, les fils de la brosse vont subir des grandes déformations. Le modèle développé permet la prise en compte de ces non linéarités tout en s'adaptant aux différents types de contacts. La structure filaire est définie par un ensemble de fils traités en grandes déformations soumis à plusieurs types de contacts. La deuxième partie se focalise sur l'écoulement dans la brosse. La structure filaire est considérée comme étant un milieu poreux. La caractérisation d'un écoulement dans un milieu poreux dépend fortement de sa perméabilité. Cette dernière a été déterminée pour deux types de géométrie. Cette partie consiste aussi à évaluer le modèle structurel par l'étude de l'interaction fluide-structure en phase de développement. En parallèle à ces parties, un dispositif expérimental statique (sans rotation du rotor) a été mis en place afin d'obtenir des résultats préliminaires de débits de fuite.

#### Méthodes et résultats

Le fonctionnement du joint à brosse se caractérise par deux phénomènes physiques couplés. La déformation de la brosse constituée de plusieurs fils et l'écoulement du fluide dans la structure filaire. Celui-ci génère des efforts aérodynamiques qui modifient la géométrie des fils. Ces deux phénomènes sont étroitement dépendants l'un de l'autre. Il serait bien complexe de développer le modèle entier sans procéder étape par étape. Il est donc nécessaire de diviser les différents problèmes à traiter.

#### • Déformation de la structure filaire et résolution des contacts :

La déformation d'un fil est décrite par une formulation éléments finis. La théorie de poutres de Kirchhoff nous permet de traiter en 3 dimensions des déformations non linéaires dues à la traction, compression et flexion. La condition C1 de continuité de la ligne moyenne de la poutre est assurée grâce à des fonctions de formes hermitiennes d'ordre 3. La représentation de la poutre à partir de deux nœuds est exprimé par :

$$\boldsymbol{r}_{h}(\xi) = \sum_{i=1}^{2} \boldsymbol{H}_{d}^{i}(\xi) \boldsymbol{d}^{i} + \frac{l_{h}}{2} \sum_{i=1}^{2} \boldsymbol{H}_{t}^{i}(\xi) \boldsymbol{t}^{i}$$

$$\tag{1}$$

 $\xi$  est un paramètre qui varie dans un intervalle de [-1,1] avec des valeurs nodales  $\xi^1=-1$  et  $\xi^2=1$ . Les vecteurs  ${m d}^i$ ,  ${m t}^i$  représentent le vecteur de positions et le vecteur tangent de chaque nœud. Une poutre déformée peut être décrite par :

$$\mathbf{r}(\xi, l) = \{x \quad y \quad z\}^T = \mathbf{H}(\xi, l)\mathbf{q}$$
 (2)

où q est le vecteur des coordonnées de la poutre déformée (3 translations et 3 rotations)

$$\mathbf{q} = \{x_1 \quad y_1 \quad z_1 \quad x_1' \quad y_1' \quad z_1' \quad x_2 \quad y_2 \quad z_2 \quad x_2' \quad y_2' \quad z_2'\}^T \tag{3}$$

et

$$x_{1}' = \frac{\partial x_{1}}{\partial s} = \frac{\partial x_{1}}{\partial s} \frac{\partial s}{\partial \xi}; y_{1}' = \frac{\partial y_{1}}{\partial s} = \frac{\partial y_{1}}{\partial s} \frac{\partial s}{\partial \xi}; z_{1}' = \frac{\partial z_{1}}{\partial s} = \frac{\partial z_{1}}{\partial s} \frac{\partial s}{\partial \xi}$$
(4)

Avec  $s = s_0 + (\xi + 1) l/2$ ,  $\partial s/\partial \xi = l/2$  où l est la longueur d'un élément.

Les fonctions de formes hermitienne  $H(\xi)$  sont donnée par :

$$\boldsymbol{H}(\xi) = \begin{bmatrix} H_d^1(\xi) & 0 & 0 & H_t^1(\xi) & 0 & 0 & H_d^2(\xi) & 0 & 0 & H_t^2(\xi) & 0 & 0 \\ 0 & H_d^1(\xi) & 0 & 0 & H_t^1(\xi) & 0 & 0 & H_d^2(\xi) & 0 & 0 & H_t^2(\xi) & 0 \\ 0 & 0 & H_d^1(\xi) & 0 & 0 & H_t^1(\xi) & 0 & 0 & H_d^2(\xi) & 0 & 0 & H_t^2(\xi) \end{bmatrix}$$
(5)

$$H_d^1(\xi) = \frac{1}{4}(2+\xi)(1-\xi)^2; \ H_d^2(\xi) = \frac{1}{4}(2-\xi)(1+\xi)^2$$

$$H_t^1(\xi) = \frac{1}{4}(1+\xi)(1-\xi)^2 \frac{l}{2}; \ H_t^2(\xi) = -\frac{1}{4}(1-\xi)(1+\xi)^2 \frac{l}{2}$$
 (6)

La résolution d'une poutre déformée est obtenue grâce à sa matrice tangente. La matrice tangente peut être déterminé avec une perturbation du vecteur résidu. Le vecteur résidu d'une poutre de section *circulaire* est donné par :

$$\delta R(\mathbf{r}, \delta \mathbf{r}) = \underbrace{\delta \mathbf{r}^{T} \mathbf{f} - \delta \mathbf{r}^{\prime T} \left( \frac{\mathbf{r}^{\prime}}{\|\mathbf{r}^{\prime}\|^{2}} \times \mathbf{m} \right)}_{forces\ et\ moments\ concentrés} + \underbrace{\int_{0}^{l} \left[ \delta \mathbf{r}^{T} \tilde{\mathbf{f}} - \delta \mathbf{r}^{\prime T} \left( \frac{\mathbf{r}^{\prime}}{\|\mathbf{r}^{\prime}\|^{2}} \times \tilde{m} \right) \right] ds}_{forces\ et\ moments\ distribués} - \underbrace{\int_{0}^{l} \left( \underbrace{\delta \mathbf{r}^{\prime T} E A \mathbf{h}_{1}}_{traction} + \underbrace{\delta \mathbf{r}^{\prime T} E I \mathbf{h}_{2} + \delta \mathbf{r}^{\prime \prime T} E I \mathbf{h}_{4}}_{flexion} \right) ds}_{efforts\ interns} (7)$$

f et m sont les forces et les moments appliquées suivant les axes x, y et z.

E et A sont le module d'élasticité et l'aire transversale de la section.

Les fonctions  $h_1$ ,  $h_2$  et  $h_4$  sont :

$$h_{1} = r' \left( 1 - \frac{1}{\|r'\|} \right); h_{2} = \frac{2r' (r'^{T}r'')^{2}}{\|r'\|^{6}} - \frac{r' (r''^{T}r'') + r'' (r'^{T}r'')}{\|r'\|^{4}}; h_{4} = \frac{r''}{\|r'\|^{2}} - \frac{r'' (r'^{T}r'')}{\|r'\|^{4}}$$
(8)

Le modèle d'un fil soumis à des grandes déformations a été implémenté dans un code de calcul. La résolution des équations non linéaires nécessite un calcul itératif en raison de la matrice de raideur qui évolue au cours du calcul et qui dépend des déplacements. La solution itérative est obtenue grâce à la méthode Newton-Raphson. Les contacts sont évalués à l'aide d'une fonction gap noté g. Il s'agit de la distance minimale entre deux éléments finis de deux fils exprimés par  $\xi_c$  et  $\eta_c$ . La condition de non-pénétration des deux fils est détectée par :

$$g \ge 0 \text{ avec } g \coloneqq d_{bl} - R_1 - R_2 \tag{9}$$

R1 et R2 sont les rayons de chaque fil. dbl est la distance entre les lignes moyenne de chaque fil. Dans le cas où la condition de non pénétration n'est pas respectée, le contact est modélisé grâce à la méthode de pénalité. La pénalité  $\varepsilon$  agit sur les raideurs des éléments en question afin de permettre la prise en compte du contact. La force de contact  $\mathbf{f}c\varepsilon$  et le vecteur normal  $\mathbf{n}$  sont déterminés par :

$$f_{c\varepsilon} = -\varepsilon \langle g \rangle n, \qquad n = \frac{r_1(\xi_c) - r_2(\eta_c)}{\|r_1(\xi_c) - r_2(\eta_c)\|}$$

$$(10)$$

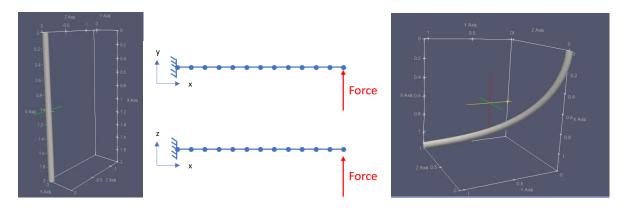


Figure 8 : Etat initial et déformé d'un fil

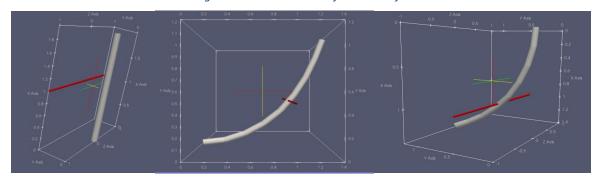


Figure 2 : Contact d'un fil en déformation avec la plaque aval

La figure 1 et 2 illustrent l'état initial et l'état déformé d'un fil encastré à une extrémité (en haut) et libre à l'autre extrémité. L'extrémité libre est soumise à une force nodale. On aperçoit la capacité du

fil à subir des grandes déformations. Sur la figure 2 le fil en déformation entre en contact avec la plaque avale (ligne rouge).

#### • Perméabilité d'un milieu poreux constitué d'une géométrie cubique centré :

La perméabilité permet de prédire la capacité de la brosse à s'opposer au passage d''un fluide. Celleci est fortement liée à la géométrie du milieu poreux. Cette dernière est associée à la porosité  $\phi$  qui est donné par :

$$\phi = \frac{V_{\beta}}{V} \tag{11}$$

 $V_{\beta}$  correspond au volume des pores et V correspond au volume total (pores+solide). Durant le processus de fabrication des joints à brosse, les fils sont compactés entre deux plaques. La forme cubique centrée représente l'arrangement le plus proche de la réalité. Autrement dit, cet arrangement permet la meilleure compacité des fils. Pour un écoulement rampant, la perméabilité K est calculée à l'aide de la loi de Darcy tel que :

$$\langle \boldsymbol{v} \rangle = -\frac{\boldsymbol{K}}{\mu} \nabla_{\boldsymbol{x}} \langle \boldsymbol{p} \rangle^{\beta} \tag{12}$$

où : K est le tenseur de perméabilité intrinsèque,  $\langle v \rangle$  est la moyenne de la vitesse du fluide appelé également vitesse de filtration,  $\mu$  est la viscosité dynamique et  $\nabla_x \langle p \rangle^\beta$  est le gradient de la moyenne des pressions dans les pores

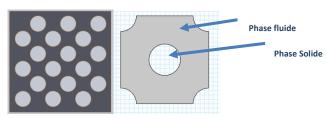


Figure 3 : Cellule unitaire pour des poutres parallèles, cylindriques à section droite circulaire, organisées sur un réseau cubique centré

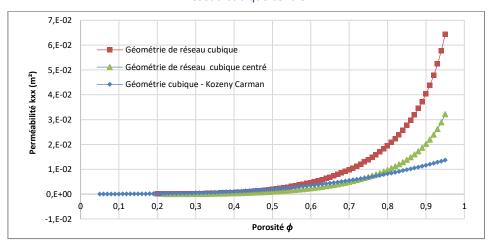


Figure 4 : Perméabilité en fonction de la porosité

Les simulations numériques menées montrent que le réseau cubique centré conduit à des valeurs de perméabilité moins importantes. En effet, cette disposition de fils procure des passages de fluide avec plus de déviations, ce qui engendre une chute de pression plus importante. La perméabilité d'un réseau de fil cubique centré est comparée avec un réseau cubique simple et avec la méthode de Kozeny Carman. En raison de l'optimisation du coût du calcul. D'autres travaux ont été faits afin d'évaluer l'influence du maillagesur les résultats ainsi que l'influence des conditions aux limites réelle (en 3D) sur une cellule unitaire en 2D. Il a été déterminé qu'à partir d'une longueur de fil 10 fois plus

importante que son diamètre, la cellule unitaire 2D peut être considéré comme étant infiniment long. Les résultats des calculs en 2D resteront valables pour les domaines en 3D.

• Dispositif expérimental d'évaluation de l'étanchéité des joints à brosse en régime statique Le besoin d'évaluer expérimentalement les performances du joint d'étanchéité à brosse a conduit à la mise en place d'un dispositif expérimental. Dans un premier temps, son objectif est d'explorer des résultats préliminaires (débit de fuite) sans rotation du rotor.

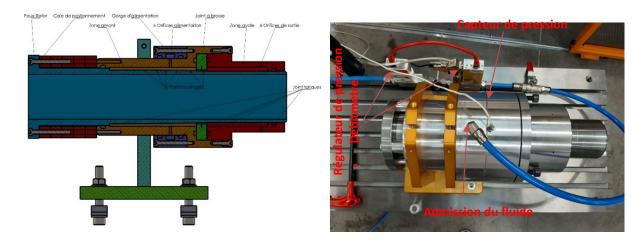


Figure 5 : Dispositif expérimental et instrumentation

Le dispositif comporte un rotor étagé qui permet d'avoir 6 postions axiales (figure 5). Le positionnement est assuré par le nombre de cales montées. Cela permet la translation du rotor pour centrer le joint avec l'étage du rotor correspondant. Chaque étage correspond à un jeu particulier entre le joint et le rotor et à une longueur de fils en interférence. Le tableau 1 illustre les interférences adoptées. La position 1 possède l'interférence la plus faible 'I1' et le jeu radial le plus important 'J1'. D'une position à une suivante l'interférence augmente et le jeu radial diminue.

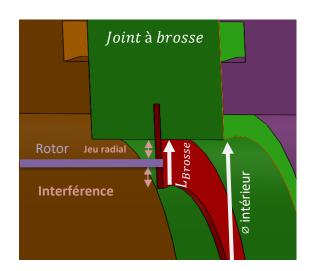


Figure 6 : Schéma des jeux et interférences Tableau 1 : Exemple de spécifications des interférences et des jeux

Positions		Joint à brosse :	
Rotor étagé	Interférence (mm)	Jeu radial (mm)	
Position 1	I1	J1	
Position 2	12	J2	
Position 3	13	J3	
Position 4	14	J4	
Position 5	15	J5	
Position 6	16	J6	

En raison du jeu très limitée sur les différents étages

du rotor, une mesure de circularité a été faite sur les joints à tester. Les essais préliminaires menés ont pour but d'explorer les plages des débits et des pressions que l'on peut obtenir avec ce dispositif

expérimental. Ces essais ont été faits avec de l'air. La plage de pression qui a été retenue pour les premiers essais varie entre 0 bar et 0.5 bar. Au préalable, ces essais nous ont permis de considérer un débitmètre avec une plage de mesure plus importante.

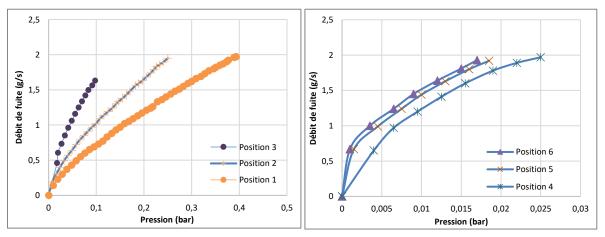


Figure 7 : Résultats des débits de fuite en fonction de la pression

Dans le cas où on a un jeu radial plus important et réciproquement une interférence réduite, on constate que les débits de fuite sont plus élevés. Sur la courbe correspondante à la « position 3 », on a remarqué quelques effets de compressibilité. En revanche, la courbe correspondant à la « position 1 » a moins d'effet de compressibilité et plus une allure linéaire (moins de compressibilité). Celle-ci correspond plus à un écoulement à travers un orifice. Potentiellement, d'autres effets introduisent des non-linéarités tel que la déformation de la brosse due à l'écoulement et la possibilité de la présence des effets inertiels. La différence entre les débits de fuite des différentes positions est considérable. Ces différences s'accroissent considérablement en augmentant les pressions.

La mise en place du banc expérimental a permis de considérer les modifications importantes qui lui seront apportés. Ces modifications nous permettront un montage et un démontage facile du joint et l'application d'une plage de pression plus importante.

#### Exploitation et valorisation

Le Cetim, en tant que partenaire de R&D, aux côtés des grands acteurs spécialisés, a pour mission de transférer le meilleur du savoir-faire scientifique et technique en potentiel économique pour l'industrie.

Le Cetim se positionne aussi à l'issue de ces travaux sur l'exploitation des résultats obtenus pour développer des bancs d'essais élémentaires déployables sur les technologies de TRL plus élevés permettant la caractérisation industrielle de systèmes d'étanchéités pour les fabricants et utilisateurs de machines tournantes et les fabricants de produits d'étanchéité. Les bancs développés pourront être adaptés et exploités dans le cadre de prestations de service d'essais de caractérisation de systèmes d'étanchéité.

Par ailleurs le Cetim mènera des travaux d'appropriation et d'adaptation des modèles théoriques afin de les appliquer aux cas concrets qui lui sont soumis par les industriels dans le cadre de développement de produits, d'intégration dans des ensembles mécaniques complexes ou du suivi en exploitation.

Le CETIM valorise ses travaux par la proposition de publier des articles scientifiques dans des revues internationales, des congrès et conférences.

#### Publications / références

Meier, C., Wall, W., Popp, A. "A Finite Element Approach for the Line-to-line Contact Interaction of Thin Beams with Arbitrary Orientation", Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, March 2016, DOI: 10.1016/j.cma.2016.05.12. (s.d.).

Lasseux, D., J. Valdés-Parada, F., "Upscaling techniques in continuum mechanics", June 2022. (s.d.).

Meier, C., Wall, W., Popp, A. "A Locking-Free Finite Element Formulation and Reduced Models for Geometrically Exact Kirchhoff\_ Rods", Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, March 2016, DOI: 10.1016/j.cma.2015.02.29. (s.d.).

Meier, C., Wall, W., Popp, A. "A Unified Approach for Beam-to-Beam Contact", Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, March 2016, DOI: 10.1016/j.cma.2016.11.28. (s.d.).

J.C.Craveur., P.Jetteur, "Introduction à la mécanique non linéaire, Calcul des structures par éléments finis", Dunod, Paris, 2010. (s.d.).

J.N.Reddy, "An Introduction to the Finite Element Method" McGraw-Hill Book Company, London. 1984.

# Effet du « temper bead welding » sur les contraintes résiduelles lors de la réparation par soudage d'appareils sous pression

Romain JEANPIERRE<sup>a\*</sup>, Dominique Deveaux<sup>b</sup>, Frédéric DESCHAUX-BEAUME<sup>c</sup>, Sébastien ROUQUETTE<sup>d</sup>,

Laurent JUBIN<sup>b</sup>, Fabien SOULIE<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, laboratoire LMGC, Université de Montpellier

<sup>b</sup>Responsables techniques, pôle IDA, CETIM, Nantes

<sup>c</sup>Directeur de thèse, laboratoire LMGC, Université de Montpellier

<sup>d</sup>Encadrants de thèse, laboratoire LMGC, Université de Montpellier

#### **Objectif**

Les traitements thermiques après soudage (TTAS) sont des opérations essentielles puisque celles-ci permettent la relaxation des contraintes résiduelles induites par le soudage ainsi que l'affinage ou le revenu de la région se situant au voisinage du cordon (Zone Affectée Thermiquement, ou ZAT). Cependant, ce sont des opérations particulièrement lourdes dont la réalisation n'est pas toujours possible ou même pertinente notamment sur site en phase de réparation ou de modification d'un équipement. Ainsi, des alternatives aux TTAS ont été développées et intégrées dans les codes de construction des équipements et appareils sous pression. Parmi celles-ci, on peut citer la technique de « temper bead », qui consiste en une opération de soudage multipasse dont l'apport de chaleur, induit par la pose de chacun des différents cordons, est judicieusement contrôlé pour réaliser un pseudotraitement thermique en ZAT. L'efficacité de ces techniques de « temper bead » dans la réalisation d'un revenu ou d'un affinage des grains étant bien établie, l'objectif de la thèse est d'étudier l'influence de ces dernières sur la relaxation potentielle des contraintes résiduelles induites par le soudage.

#### <u>Résumé</u>

Les premiers travaux ont tout d'abord consisté à construire la partie thermique du modèle numérique simulant les évolutions de températures lors de la pose d'un cordon sur une tôle en acier P355GH, nuance couramment utilisée dans la fabrication d'équipements sous pression (ESP). Cela a nécessité le renseignement de certaines propriétés matériau et l'intégration d'une source de chaleur modélisant l'arc électrique mis en jeu lors d'une opération de soudage. Afin d'alimenter la simulation et de valider les résultats obtenus, des premiers essais de soudage ont été réalisés, avec pour double objectif :

- De trouver des conditions et des paramètres de soudage qui permettent d'obtenir une ligne de fusion adéquate pour la mise en place de la technique de « temper bead ».
- D'obtenir des relevés de températures et des macrographies permettant le calage du modèle numérique à partir du dépôt de simple cordon dont les paramètres ont été validés précédemment.

#### Méthodes et résultats

Après une opération de soudage et du fait de leur composition, certains aciers non ou faiblement alliés peuvent potentiellement voir leur ductilité et leur ténacité radicalement chuter en zone affectée thermiquement. Cette zone est en effet le siège d'une réausténitisation totale ou partielle à la chauffe en fonction de la température maximale atteinte (Figure 1), puis de transformations métallurgiques

 $Adresse\ email: \underline{romain.jeanpierre@cetim.fr} - \underline{romain.jeampierre@etu.umontpellier.fr}$ 

<sup>\*</sup>Auteur correspondant Téléphone : 06 69 41 46 02

pouvant conduire selon les vitesses de refroidissement à la formation de ferrite, perlite, bainite, martensite ou d'un mélange de ces différentes phases.

Par conséquent, la totalité des codes de construction d'équipement sous pression nucléaire (ESP) exige que pour ces aciers un traitement thermique soit réalisé après soudage. Celui-ci aura alors pour objectifs de relaxer les contraintes résiduelles et de créer un effet de revenu en ZAT, améliorant ainsi sa ductilité et sa ténacité.

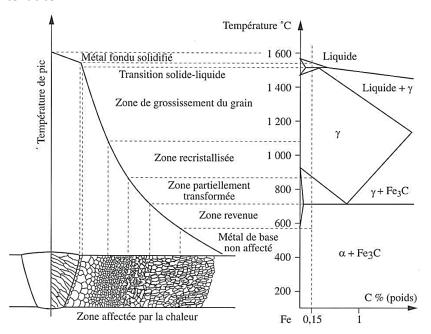


Figure 9: Présentation de la relation entre le diagramme de phase Fe-C et les évolutions à la chauffe de la ZAT d'un acier à 0,15 % carbone [2]

Cependant, les traitements thermiques après soudage (TTAS) ne sont pas toujours envisageables. C'est le cas notamment après une modification ou une réparation effectuée par soudage directement sur site :

- La taille ou la géométrie des composants concernés ne permet pas la réalisation d'un TTAS;
- Ou la réalisation de celui-ci pourrait affecter thermiquement des zones qui n'ont pas intérêt à subir un tel cycle thermique.

Par conséquent, des techniques de « temper bead » ont été développées et adaptées aux aciers faiblement alliés utilisés dans la fabrication des ESP et peuvent être utilisées en tant qu'alternatives aux TTAS, comme codifié par la section IX de l'ASME BPVC [3], par le tome IV du RCC-M [4] ou encore par le chapitre ANSI/NB-23 du NBIC [5].

Elles sont usuellement mises en œuvre au sein de l'industrie pour effectuer des réparations ou des modifications in situ sur des équipements sous pression déjà en service.

Les techniques de dépôt par « temper bead » consistent globalement en une opération de soudage multipasse durant laquelle le dépôt de chacun des cordons se fait à des niveaux d'énergie et à des positions précises établis au préalable. Le respect et le contrôle scrupuleux de ces paramètres permettront ainsi d'affecter thermiquement la ZAT du métal de base de manière à optimiser sa structure métallurgique afin d'obtenir des propriétés mécaniques adéquates. Les techniques de « temper bead » ont donc pour vocation d'éviter la réalisation d'un TTAS lorsque celui-ci serait jugé irréalisable, mais que des opérations de soudage seraient quand même nécessaires. Il est à noter qu'il existe une multitude de techniques de « temper bead », chacune adaptée aux différentes classes

d'aciers et aux besoins de chaque milieu industriel : certaines favorisent l'affinage des grains en ZAT, d'autres le niveau de résilience, certaines permettent de réduire le niveau de dureté maximale, etc. L'article [6] en offre un aperçu et un historique détaillé.

Dans le cadre de la thèse, l'étude porte sur un acier au carbone-manganèse d'appellation P355 GH, nuance largement utilisée dans la fabrication d'ESP et dont la soudabilité a été largement explorée. Les coupons soudés sont réalisés à l'aide du procédé de soudage 136, MAG avec fil fourré (ou FCAW). Couplé à un bras robotisé, ce procédé nous rapproche des caractéristiques géométriques de cordons obtenus avec le procédé de soudage à l'électrode enrobée (procédé 111 ou SMAW), très répandu dans le secteur du nucléaire, tout en assurant une excellente répétabilité opératoire. Par ailleurs, au vu des conditions de fabrication et d'utilisations des aciers faiblement alliées dans l'industrie nucléaire, décrites succinctement en [7], il est pertinent de chercher à former de la martensite revenue qui est la microstructure offrant les meilleurs niveaux de résilience en ZAT [8]. Pour ce faire, la technique de « temper bead » nommée « consistent layer » (ou CLTT) est la plus adaptée. En effet, le dépôt d'une première couche permet de créer dans le métal de base de la martensite, dont les niveaux de résilience seront augmentés par l'effet de revenu obtenu lors du dépôt d'une 2° voire d'une 3° couche, comme illustré sur la Figure 10.

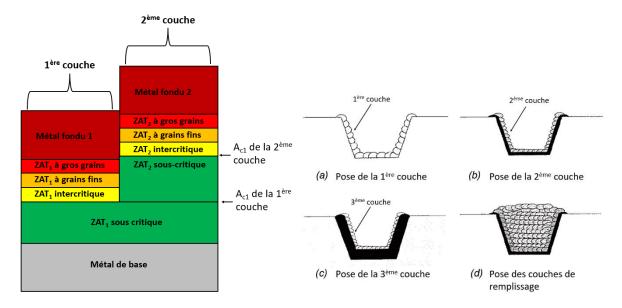


Figure 10: Représentation schématique de l'effet de la technique CLTT (gauche) et séquence de soudage associée (droite)

Une fois ce cadre identifié, les travaux ont débuté avec la construction du modèle numérique en utilisant le code par éléments finis *Code-Aster*. La modélisation se fera de manière progressive tout au long de la thèse en y intégrant consécutivement :

- Le chargement thermique induit lors de l'opération de soudage pour déterminer les évolutions de température au sein de la pièce modélisée ;
- Le modèle métallurgique du matériau permettant d'observer l'évolution de sa microstructure lors de l'application du chargement thermique ;
- Puis le modèle mécanique permettant de calculer les contraintes résiduelles issues du chargement thermique et des transformations métallurgiques.

Une géométrie simple avec la construction d'un seul cordon sur une tôle pleine est d'abord réalisée. Puis l'effet de cordon supplémentaire sera étudié tout au long de la thèse pour tendre vers un modèle représentatif des techniques de « temper bead ».

Le modèle thermique a été implanté dans le logiciel *Code-Aster*, qui permet la résolution de l'équation de la chaleur sur un volume représentatif par la méthode des éléments finis. Pour cela, la source de chaleur, reproduisant l'arc électrique, doit être modélisée, ainsi que les échanges convectifs et radiatifs à travers les surfaces, comme décrit dans [9]. La modélisation nécessite également de renseigner la conductivité thermique, la masse volumique et la capacité thermique du matériau, propriétés toutes trois fonction de la température, ainsi que les paramètres du modèle de source de chaleur, qui dépendent des paramètres de soudage. Ces données sont, dans un premier temps, issues de la littérature [10,11], pour des conditions de soudage similaires à celles visées par la thèse.

La figure 3 montre les résultats d'une première modélisation d'un chargement thermique appliqué sur une tôle de 300 mm x 50 mm x 30 mm, avec un plan de symétrie suivant la direction de soudage, contenant 157 000 éléments hexaédriques linéaires et 173 000 nœuds. On peut voir sur cette figure le maillage et la répartition des températures en Kelvin au sein de la tôle. La Figure 12 montre l'évolution de la température en fonction du temps en un point de la surface de la tôle situé directement sur la trajectoire de la source de chaleur.

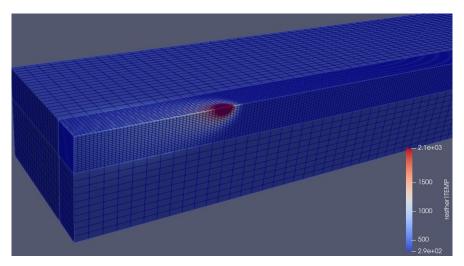


Figure 11: Résultats du modèle thermique, en degrés Kelvin, avec représentation du maillage

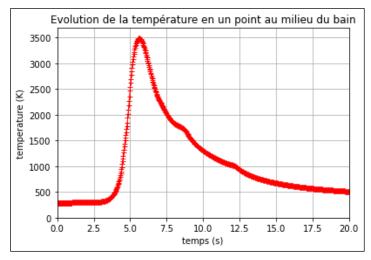


Figure 12: Evolution de la température en fonction du temps en un point se situant dans le bain de fusion

Pour qu'il soit le plus représentatif possible des conditions réelles de soudage, le modèle numérique doit être recalé avec des données expérimentales. Ainsi, deux campagnes de soudage ont été conduites :

- La première avait pour objectif de trouver des paramètres de soudage (intensité, tension, vitesse d'avance, gaz de protection et type de fil) permettant d'obtenir, lors du dépôt d'un simple cordon, une zone fondue de forme convexe, relativement peu pénétrée dans le métal de base, ainsi qu'un mode de dépôt stable lors du soudage ;
- La deuxième campagne avait pour objectif d'obtenir des relevés de températures en ZAT, au plus près de la zone fondue lors du dépôt de simples cordons utilisant les paramètres déterminés lors de la 1ère campagne.

Les Figure 13 a) et b) représentent respectivement la macrographie d'un des cordons réalisé avec les paramètres de soudage choisis présentés dans le Tableau 2, et les cycles de températures enregistrés en différents points. Ces mesures ont été faites dans plusieurs plans transversaux à la direction de soudage, directement en dessous de la ligne de fusion à différentes hauteurs. Le positionnement des thermocouples sous la ligne de fusion était délicat. Certains d'entre eux ont été détériorés durant les essais (car en contact avec le bain de fusion) et sont marqués par un point d'interrogation en légende sur la figure 5.

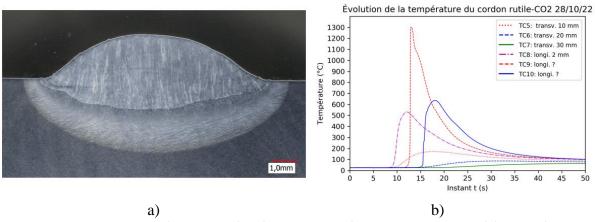


Figure 13: Macrographie d'un cordon déposé avec les paramètre de soudage retenus (a) et relevés de températures enregistrés lors du dépôt (b)

. ablead 2.1 alametres de soudage l'éteride					
Tension (V)	Intensité (A)	Vitesse d'avance (mm/s)	Gaz de protection	Type de fil (selon EN ISO 17632)	Énergie de soudage (kJ/mm)
25	188	6,7	100 % CO <sub>2</sub>	T46 Rutile	0,69

Tableau 2: Paramètres de soudage retenus

L'exploitation des relevés de températures et des macrographies afin de recaler le modèle thermique est en cours, et sera suivie par l'intégration d'un premier modèle métallurgique.

#### **Exploitation et valorisation**

Les objectifs de la thèse sont :

- D'évaluer les différentes techniques de "temper bead welding" et de définir les plus "efficaces" pour :
  - Limiter le grossissement / affiner la zone à gros grains située dans la ZAT,
  - Réaliser un adoucissement par revenu des zones réausténitisées lors des passes précédentes,
  - o Relaxer les contraintes au sein de la ZAT.

- Développer un dispositif expérimental de laboratoire pour étudier les différents phénomènes en fonction des paramètres procédés :
  - o Microstructure : caractériser la ZAT, la zone à gros grains,
  - L'effet d'adoucissement de la ZAT et son effet sur la dureté,
  - Relaxation des contraintes (mesures par diffraction de neutron par exemple).
- Établir une modélisation progressive de ces phénomènes pour :
  - Définir la taille (hauteur & largeur des cordons) et le séquençage des passes qui permettent de créer l'effet « temper bead welding » à l'aide d'une simulation thermométallurgique,
  - Prendre en compte l'effet de plasticité de transformation pour prédire le champ de contrainte résiduel,
  - Donner l'emprise ou la distance d'efficacité dans l'épaisseur par rapport aux conditions de dépôt.

Il est aussi prévu de présenter l'avancée des travaux lors de la participation aux congrès ESOPE ou ceux organisés par le Ma2JIC et par l'IIW.

#### Publications/références

- [1] "BPVC Section III NCA General Requirement for Nuclear Components ASME" [Online]. Available: https://www.asme.org/codes-standards/find-codes-standards/bpvc-section-iii-subsection-nca-general-requirements-div-1-div-2. [Accessed: 08-Dec-2022].
- [2] Blondeau, R., 2001, Métallurgie et mécanique du soudage, Hermès science publications, Paris.
- [3] "BPVC Section IX Welding, Brazing & Fusing Qualifications ASME" [Online]. Available: https://www.asme.org/codes-standards/find-codes-standards/bpvc-ix-bpvc-section-ix-welding-brazing-fusing-qualifications. [Accessed: 08-Dec-2022].
- [4] "RCC-M," AFCEN [Online]. Available: https://www.afcen.com/en/rcc-m/194-rcc-m.html. [Accessed: 08-Dec-2022].
- [5] "ANSI/NB23 | National Board Inspection Code | Document Center, Inc." [Online]. Available: https://www.document-center.com/standards/show/ANSI/NB23/history/2021%20EDITION. [Accessed: 08-Dec-2022].
- [6] Lundin, C. D., Wang, Y., and Batten, G., 2005, "Literature Survey of Ha'lf-Bead, Temper-Bead, Controlled Deposition Techniques for Improvement of Fabrication and Service Performance of Cr-Mo Steels," Welding Research Council Bulletin, (499).
- [7] McCracken, S. L., Smith, R. E., and Barborak, D., 2014, "Validity of Hardness Criteria to Demonstrate Acceptable Temper Bead HAZ Impact Properties for Nuclear Power Applications," American Society of Mechanical Engineers Digital Collection.
- [8] Lundin, C. D., and Mohammed, S., 1990, Effect of Welding Conditions on Transformation and Properties of Heat-Affected Zones in LWR (Light-Water Reactor) Vessel Steels, NUREG/CR-3873; ORNL/Sub-78-7637/1, Nuclear Regulatory Commission, Washington, DC (USA). Div. of Engineering; Tennessee Univ., Knoxville, TN (USA). Welding Research and Engineering; Oak Ridge National Lab., TN (USA).
- [9] Goldak, J. A., and Akhlaghi, M., 2005, Computational Welding Mechanics, Springer, New York.
- [10] Bjelić, M., Kovanda, K., Kolařík, L., Kolaříková, M., Vukićević, M., and Radičević, B., 2017, "Numerical Simulation of Hardness Distribution at the HAZ of P355GH Steel," p. 7.
- [11] Aloraier, A. S., and Joshi, S., 2012, "Residual Stresses in Flux Cored Arc Welding Process in Bead-on-Plate Specimens," Materials Science and Engineering A, **534**, pp. 13–21.

## Etude des pertes par traînée et des transferts thermiques au sein de paliers à éléments roulants

Florian de Cadier de Veauce <sup>a</sup>, Christophe Changenet <sup>b</sup>, Fabrice Ville <sup>c</sup>, Yann Marchesse <sup>d</sup>, Thomas Touret <sup>e</sup>, Luc Amar <sup>f</sup>, Charlotte Fossier <sup>g</sup>

- <sup>a</sup> Doctorant, laboratoires LabECAM et LaMCoS, Cetim
- <sup>b</sup> Directeur de thèse, laboratoire LabECAM, ECAM LaSalle <sup>c</sup> Directeur de thèse, laboratoire LaMCoS, INSA Lyon
- <sup>d</sup> Encadrant de thèse, laboratoire LabECAM, ECAM LaSalle
- <sup>e</sup> Encadrant de thèse, laboratoire LabECAM, ECAM LaSalle
- f Encadrant et Responsable technique, pôle TDP, Cetim
  - <sup>g</sup> Encadrante de thèse, NTN Europe

#### **Objectif**

Avec l'électrification des véhicules, des vitesses de rotation bien plus élevées sont atteintes au niveau des transmissions mécaniques. Cela a pour conséquence d'augmenter les pertes de puissance et les échauffements, notamment dans les paliers à éléments roulants où les sources de dissipation sont très élevées à haute vitesse. Il est donc important de s'intéresser aux pertes et aux transferts thermiques au sein des roulements afin de mieux les appréhender, et à termes mieux les maitriser, en fonction des roulements utilisés, de la charge appliquée et surtout de la lubrification. Afin d'étudier les pertes dans un roulement, la méthode des réseaux thermiques a été utilisée. Elle permet de simuler les flux de chaleur et l'évolution des températures de chaque partie du roulement. Parmi ces pertes se trouvent les pertes par trainée, encore mal prises en compte du fait des phénomènes complexes qu'elles impliquent, et qui augmentent rapidement avec la vitesse de rotation. Ces travaux se mènent en collaboration avec NTN-SNR et Valeo et font suite à deux travaux de doctorat réalisés dans le cadre du laboratoire commun TRANSMECA (A. Neurouth et D. Niel).

#### Résumé

Dans un premier temps, une recherche bibliographique a été faite sur différents points : (i) sur les transferts et les échanges thermiques en général et sur les réseaux thermiques en particulier ; (ii) sur les pertes de puissance dans les roulements ; (iii) sur la cinématique et la dynamique des roulements. Plusieurs modèles de pertes ont été étudiés, dont celui de Harris et de SKF. Ensuite, un nouveau code de simulation, réutilisant la méthode des réseaux thermiques, a été développé en Python. Celui-ci permet de calculer les pertes et les températures des différentes parties du roulement en prenant en compte le taux de pénétration du jet d'huile dans le roulement. Enfin, une campagne d'essais a été réalisée sur le banc roulement au LabECAM. Deux roulements à billes lubrifiés par injection ont été testés pour différentes conditions opératoires. Les résultats expérimentaux ont été comparés avec la modélisation.

#### Méthodes et résultats

Suite à l'utilisation de plus en plus forte des moteurs électriques, notamment dans les transports, des vitesses de rotation de plus en plus élevées sont atteintes par différents composants mécaniques. Cela pose des problèmes de pertes énergétiques au sein des transmissions mécaniques, notamment au niveau des paliers à éléments roulants. Le comportement thermique des roulements est un point important pour le développement des transmissions mécaniques à grande vitesse.

Quatre types de pertes sont présentes dans un roulement : le roulement hydrodynamique, les frottements au niveau des contacts entre les éléments roulants (billes ou rouleaux) et les bagues, les frottements sur la cage, et la trainée. Le roulement hydrodynamique est dû à l'accumulation d'huile à l'entrée du contact entre les corps roulants et les bagues. Le frottement est dû aux vitesses relatives

entre les corps roulants et les bagues au niveau du contact hertzien. Les frottements sur la cage sont dus au cisaillement d'huile dans le jeu entre les billes et la cage, ces pertes sont négligeables. La trainée correspond au déplacement des éléments roulants dans ce qu'on appellera plus tard le brouillard d'huile, et qui correspond à un mélange d'air et d'huile dans le roulement.

Ces pertes locales étant difficiles à calculer, et nécessitant une bonne connaissance de la géométrie interne du roulement, un modèle global de pertes a été utilisé. Plusieurs modèles existent comme celui de SKF qui donne différentes composantes de pertes, à savoir le « sliding », le « rolling » et le « drag » qui correspondent respectivement aux frottements, au roulement hydrodynamique et à la trainée [2], ou celui de Palmgren-Harris, qui est celui utilisé ici et qui calcule deux composantes M0 et M1 qui sont respectivement les pertes indépendantes et dépendantes de la charge [1] :

$$\begin{array}{c} M_0 = 10^{-7} f_0 \, (\nu \, n)^{2/3} \, d_m^3 \\ M_1 = f_1 \, F \, d_m \end{array}$$

Avec  $M_0$  et  $M_1$  les couples de dissipation exprimés en N.mm,  $\nu$  la viscosité cinématique en cSt, n la vitesse de rotation en tr/min,  $d_m$  le diamètre moyen du roulement en mm et F la charge appliquée en N. Le calcul de  $M_0$  est valable pour un produit ( $\nu$  n)>2000. Le paramètre  $f_0$  dépend du type de roulement utilisé, il vaut 2 pour des roulements à billes à gorge profonde. Dans le cas des véhicules électriques, il est important de s'intéresser aux roulements à billes à gorge profonde car ils sont adaptés aux hautes vitesses. Les pertes dépendent fortement des températures au travers des propriétés du lubrifiant qui seront modifiées, il est alors important d'utiliser un modèle qui couple le calcul des pertes et des températures.

Afin de simuler et de calculer les pertes et les températures au sein du roulement, la méthode des réseaux thermiques a été utilisée. Cela consiste en la discrétisation du système étudié en plusieurs nœuds considérés isothermes. Entre chaque nœud se trouvent des résistances thermiques afin de modéliser les échanges de chaleur. On peut trouver dans la bibliographie plusieurs réseaux déjà existants, l'un d'eux modélise chaque pièce et plusieurs contacts dans le roulement, calcule et injecte les pertes locales sur les différents nœuds appropriés (Figure 14) [3]. Ce réseau est très détaillé, afin de le simplifier un nouveau réseau a été créé en regroupant certains éléments dans un seul et même nœud comme par exemple la cage, les éléments roulants et les contacts avec les bagues dans un nœud appelé « élément central » [4]. Au réseau du roulement a été ajouté celui du carter et de l'environnement du roulement [5].

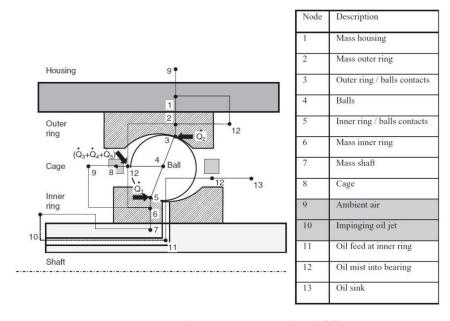


Figure 14 : Réseau thermique détaillé [3]

Pour modéliser les échanges, différentes résistances thermiques sont utilisées comme des résistances de conduction, de convection naturelle ou forcée, de contact et de rayonnement, etc.

Le LabECAM a développé et conçu un banc d'essais afin de tester des roulements et de pouvoir récupérer le couple de pertes et les températures en différents points. Ce banc d'essais a l'avantage d'être modulaire, différents roulements pouvant être testés sur le banc sans avoir à créer un nouveau banc. La ligne d'arbre possède donc deux roulements supports de part et d'autre du banc. Un bloc mesure peut être placé entre ces deux blocs supports avec un ou deux roulements à tester. La liaison entre ce bloc et la ligne d'arbre se fait avec des accouplements coniques. Un bloc mesure particulier (appelé bloc étalonnage) possède deux roulements identiques à ceux des blocs supports, cela permet de faire l'étalonnage des blocs supports et de caractériser leurs pertes, afin de les déduire du couple total de la ligne d'arbre pour ne conserver que le couple de pertes du bloc mesure lors des tests suivants (voir Figure 15).

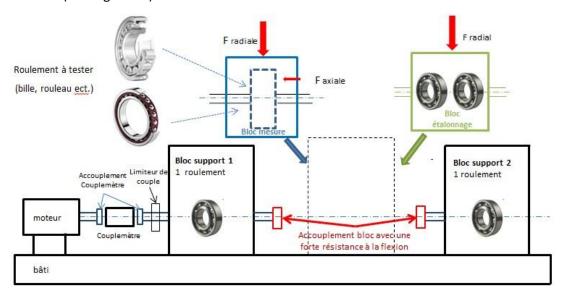


Figure 15: Principe du banc d'essais [4]

Le banc est composé d'un vérin hydraulique pour appliquer une charge radiale sur le bloc mesure, de réservoirs d'huile, de pompes et de débitmètres qui composent le réseau de lubrification, notamment pour injecter l'huile sur les roulements. Il possède aussi un couple mètre et plusieurs thermocouples pour mesurer les températures. La mesure du couple et de la température de la bague intérieure sont faites par télémétrie.

Plusieurs campagnes d'essais ont été réalisées, sur deux roulements à billes à gorge profonde différents, chacun lubrifié par injection, appelés roulement A et B par la suite. Les diamètres moyens des roulements A et B sont respectivement de 89 mm et 70 mm. Les roulements étaient peu chargés, avec une charge radiale inférieure à 10% de C<sub>0</sub>, et testés sur une plage de vitesse de 3200 tr/min à 9700 tr/min.

Le modèle de perte utilisé est celui de Harris. Le paramètre  $f_0$  dépend du type de roulement utilisé, il devrait valoir 2 selon ce modèle car il s'agit ici de roulements à billes à gorge profonde. Les pertes mesurées sont ensuite comparées aux pertes calculées avec le modèle en utilisant les températures mesurées des bagues comme données d'entrée (voir Figure 16).

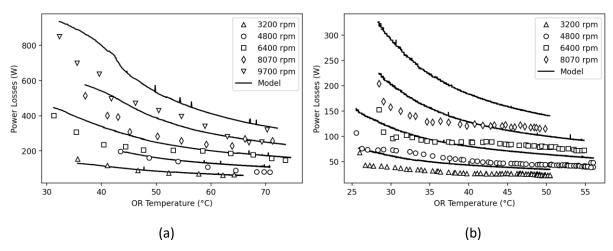


Figure 16 : Comparaison des pertes mesurées avec le modèle de Harris (f0=2) en fonction de la température de la BE et pour différentes vitesses. Pour le roulement A (a) le roulement B (b).

On observe que les pertes calculées sont surestimées par rapport aux pertes mesurées. L'écart relatif moyen entre la mesure et le calcul est de 18,8% pour le roulement A et de 46,4% pour le roulement B. Ceci montre que la valeur numérique de  $f_0$  doit être ajustée en fonction du roulement testé. Ainsi, la valeur du  $f_0$  a été déterminée expérimentalement, les valeurs obtenues pour le roulement A et B sont respectivement 1,65 et 1,40. Le modèle est à nouveau comparé aux mesures sur la Figure 17.

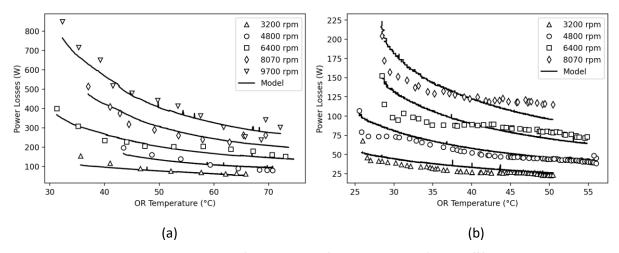


Figure 17 : Comparaison des pertes mesurées avec le modèle de Harris ajusté pour différentes vitesses. Pour le roulement A avec f0=1.65 (a) le roulement B avec f0=1.4 (b).

Avec les nouvelles valeurs de  $f_0$ , l'erreur relative moyenne pour le roulement A est de 11,1% et de 9,9% pour le roulement B.

Un exemple de simulation avec le roulement A à 6400 tr/min est présenté sur les figures 5 et 6. On constate un écart relatif moyen de 10,0% sur les pertes et des écarts de 2,4%, 3,3% et 3,8% respectivement sur les températures du carter, de la bague extérieure et de la bague intérieure (soit en absolu 1,3 °C, 2,0 °C et 3.7 °C).

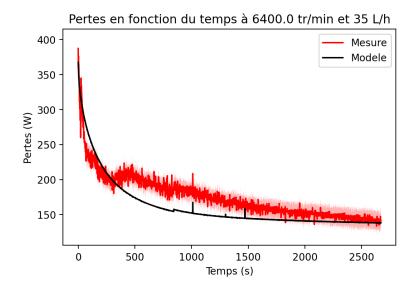


Figure 18 : pertes mesurées et simulées en fonction du temps pour le roulement A à 6400 tr/min

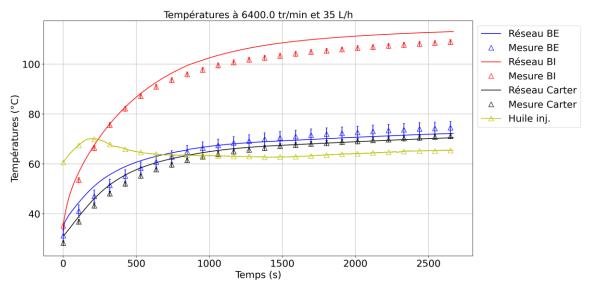


Figure 19 : températures mesurées et simulées pour le roulement A à 6400 tr/min

Ces résultats, très proches des valeurs expérimentales, montrent bien que le paramètre  $f_0$  nécessite d'être ajusté en fonction du roulement utilisé. L'influence du débit d'injection, de la charge et de la température d'injection a été étudiée. La valeur du  $f_0$  n'a pas eu besoin d'être modifiée pour ces différents cas. Le paramètre  $f_0$  semble donc être un paramètre essentiellement géométrique et très influent sur les calculs de pertes dans les roulements.

## Exploitation et valorisation

Le travail de doctorat a débuté en juin 2021, soit il y a environ 1 an et demi, il est donc encore trop tôt pour se positionner précisément sur l'ensemble des valorisations par le Cetim.

Néanmoins, certains travaux pourraient être valorisés face à la communauté scientifique :

- Études sur d'autres roulements et modes de lubrification, plus proche de l'application automobile ;
- Décomposition numérique et expérimentale des pertes aérodynamiques d'un roulement à bille à haute vitesse.

# Exploitation des résultats :

- Les résultats de cette thèse seront réutilisés dans le cadre de la chaire industrielle de recherche en cours de finalisation « THESEE » (CETIM, VALEO, NTN-SNR, ECAM LaSalle, INSA Lyon) dans le cadre de la modélisation thermique et énergétique d'un moteur électrique automobile et d'un eDrive (moteur électrique + transmission) ;
- À plus long terme, ce travail pourrait fournir des éléments d'argumentation sur des projets de normalisation sur la thermique des transmissions, ISO/TR 14179.

#### <u>Publications / références</u>

- 1. Harris, T. A. (2001). *Rolling Bearing Analysis*. John Wiley & Sons.
- 2. SKF Group. (2013). Rolling bearings. SKF Group.
- 3. Pouly, F. (2010). *Modélisation thermo mécanique d'un roulement à billes grande vitesse*. INSA Lyon.
- 4. Niel, D. (2019). Etude du comportement thermomécanique de paliers à roulements pour une application hautes vitesses. INSA Lyon.
- 5. Brossier, P. (2020). *Combined analytical and empirical modelling of power losses in Rolling Element Bearings*. INSA Lyon.

# Contribution au dimensionnement au flambement des équipements sous pression par des méthodes par des méthodes simplifiées

Gwladys Belone<sup>1</sup>, Philippe Le Grognec<sup>2</sup>, Philippe Rohart<sup>3</sup>, Samir Assaf<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Doctorante, ENSTA Bretagne, UMR CNRS 6027, IRDL, F-29200 Brest, France

<sup>2</sup>Directeur de thèse, ENSTA Bretagne, UMR CNRS 6027, IRDL, F-29200 Brest, France

<sup>3</sup>Co-encadrants, CETIM - Centre Technique des Industries Mécaniques, 5 avenue Félix Louat - BP

80067, F-60304 Senlis Cedex, France

## **Objectifs**

Les Equipements Sous Pression (ESP) sont des structures constituées d'enceintes fermées contenant des liquides ou gaz comprimés, et cette dénomination couvre tout un ensemble d'appareils pour des applications allant de l'environnement domestique à divers domaines industriels (pétrolier, nucléaire, ...). Les enjeux associés à ce type de structures s'avèrent extrêmement importants, du fait du danger potentiel qu'elles représentent intrinsèquement. L'énergie emmagasinée dans un ESP peut être très grande, entraînant, en cas de rupture ou d'explosion, etc. Le flambement (instabilité géométrique) est l'un des principaux modes de défaillance de ce type de structures minces, lorsqu'on est en présence de compression prédominante (sous pression externe/dépression, mais aussi pour d'autres chargements mécaniques ou par effet de dilatation thermique). Cette thèse s'intéresse donc principalement à la modélisation du flambement élastique/plastique d'ESP sous chargement de pression externe. L'idée générale est de contribuer aux méthodes existantes par l'obtention d'un maximum de nouveaux résultats analytiques permettant un dimensionnement sûr et optimal. L'objectif final est d'améliorer les performances (durée de vie, ...) des installations, dans des conditions d'utilisation de plus en plus sévères.

#### Résumé

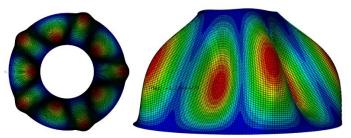
Pour débuter thèse, on se propose de s'intéresser aux coques coniques, structures complexes servant généralement de parties de transitions entre deux coques cylindriques. Un état de l'art sur les méthodes analytiques antérieurs a d'abord été réalisé, avant de développer une solution approchée adéquate pour les chargements critiques sous pression externe et force surfacique (caractérisant l'effet d'un fond), en régime élastique et plastique. Les résultats sont validés par des calculs éléments finis à l'aide du code commercial Abaqus. L'idée est de compléter les résultats déjà disponibles en et surtout d'apporter de nouvelles solutions dans le cas élastoplastique, pour lequel peu de solutions existent à l'heure actuelle dans la littérature.

#### Méthodes et résultats

A l'heure actuelle, quelques méthodologies de dimensionnement existent pour ces structures vis-à-vis du flambement, rassemblées dans des réglementations telles que le CODAP (Code de Construction des Appareils à Pression non soumis à l'action de la flamme). Ces règles sont soit analytiques (basées sur des abaques ou des formules) mais limitées en termes de domaine de validité, soit sous la forme de recommandations pour effectuer des analyses par éléments finis en présence de non-linéarités géométriques et matérielles et d'imperfections.

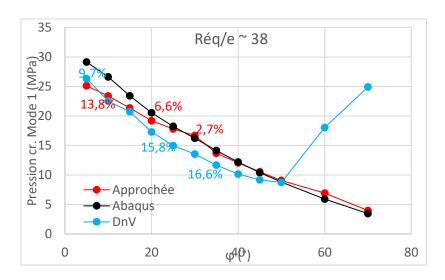
Dans ce travail, on fournira un certain nombre de solutions analytiques de pour les chargements critiques de structures minces sous diverses sollicitations.

Le calcul du chargement critique passe par la résolution de l'équation de bifurcation (découlant du principe des travaux virtuels), la cinématique est décrite par le modèle de coques minces de Love. Généralement, il est d'usage d'exécuter initialement une analyse de flambement linéaire (LBA) pour avoir une vue d'ensemble de la coque analysée, ainsi que ses modes de flambement, dont on doit extraire les déplacements dans toutes les directions du repère local.



On tente ensuite, de chercher les fonctions de formes adéquates correspondantes aux modes de flambement, avant de commencer le calcul analytique de bifurcation.

Ces solutions analytiques sont finalement validées numériquement en élasticité et plasticité (par calcul incrémental) pour des cônes courts et longs, de différentes épaisseurs, afin de déterminer un domaine de validité, qui servira pour le dimensionnement au flambement des cônes.



#### **Exploitation et valorisation**

La finalité technologique de la thèse est de développer des méthodologies innovantes de calcul et de dimensionnement pour des ESP en matériaux métalliques, dans un but d'optimisation de leur conception. De plus, améliorer les réglementations en vigueur (CODAP, Code de construction Des Appareils à Pression). En conséquence, elle s'inscrit dans la continuité de précédents travaux menés avec le CETIM dans cette optique.

#### Publications/références

- 1. Bylaard, P. P.; Buckling of Conical Shells under External Pressure. NASA TN D-1510, pp. 441-450. (External Pressure Analysis).
- 2. Mescall, John F.; Buckling of Thin Conical Shells under Uniform External Pressure. Watertown Arsenal Laboratories, WAL TR 836, February 1961. (External Pressure Analysis).
- 3. Singer, J.; Buckling of Circular Conical Shells under Axisymmetric External Pressure. J. of Mechanical Engineering Sciences, Vol. 3, No. 4, pp. 330-339, December 1961. (External Pressure Analysis).
- 4. Van-Dong Do, Philippe Le Grognec, Philippe Rohart, Closed-form solutions for the elastic—plastic buckling design of shell structures under external pressure, European Journal of Mechanics A/Solids, Volume 98, March—April 2023, 104861

# Caractérisation des matériaux

# Etude de l'effet de l'hydrogène sur les propriétés de fatigue d'alignement métalliques à basse température

Romain CHOCHOYa\*, Gilbert Hénaff<sup>b</sup>, Denis Bertheau<sup>c</sup>, Guillaume Benoît<sup>c</sup>, Pierre OSMOND<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, Institut Pprime, Isae-Ensma

<sup>b</sup>Directeur de thèse, Institut Pprime, Isae-Ensma, Chasseneuil-du-Poitou

<sup>c</sup>Encadrant technique, Institut Pprime, Isae-Ensma, Chasseneuil-du-Poitou

<sup>d</sup>Responsable technique, Pôle FOD, CETIM, Nantes

#### **Objectifs**

Les sujets portant sur le stockage d'énergie n'ont jamais été aussi important aujourd'hui dans le contexte de la transition énergétique et du développement d'énergie dites intermittentes. Le stockage de l'hydrogène sous sa forme liquide implique de descendre à des températures cryogéniques (- $253^{\circ}$ C). Dans ce cas, les matériaux composants les tuyaux de transport du gaz sont en acier inoxydable austénitique, c'est pourquoi il est nécessaire de caractériser leurs comportements sous hydrogène gazeux à basse température (- $120^{\circ}$ C). Il est primordial de caractériser ces matériaux en fatigue pour évaluer leurs durées de vie et le dimensionnement optimal des systèmes de stockage. L'objectif scientifique de la thèse est de comprendre les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène à basse température et pour des faibles niveaux de sollicitations (essais de fatigue en endurance). Cette thèse s'intègre dans le cadre du projet HyMEET du CETIM.

#### <u>Résumé</u>

La première partie de la thèse a consisté à effectuer un état de l'art des différents phénomènes de fragilisations par l'hydrogène sur les aciers inoxydables austénitiques (304L et 316L). C'est dans ce cadre qu'il a été étudié le comportement de l'hydrogène à l'intérieur du matériau, l'impact de la composition chimique sur les propriétés mécaniques sous hydrogène, la variation de comportement mécanique à basse température et sous hydrogène. En second partie de thèse, il a été lancé une campagne expérimentale de caractérisation des comportements mécaniques en fatigue des deux nuances de l'étude sous air et à température ambiante. Cette étape a pour objectif l'obtention de premières données de référence avant d'effectuer des essais plus spécifiques. Les étapes suivantes consisteront à réaliser des essais de fatigues à différentes amplitudes de contraintes imposées sous hydrogène et à des températures variées (de 100°C à -120°C).

# Méthodes et résultats

Dans le cadre du développement des nouvelles technologies de production d'énergies, il est nécessaire de développer des systèmes de stockage permettant d'assurer un approvisionnement énergétique plus constant et donc de palier à l'intermittence de ces nouveaux modes de production (solaire, éolien). L'objectif est que d'ici une dizaine d'année, le pourcentage d'énergie renouvelable en France passe de 20% à 30%. De plus, d'autres secteurs d'activités deviennent de plus en plus intéressés sur la question du stockage de l'hydrogène pour la production d'électricité. Le secteur du transport et plus spécifiquement le secteur de l'aviation prévoit des chaînes d'approvisionnement de l'hydrogène dans le contexte du développement de nouveaux moyens de transport émettant peu de carbone.

\*Auteur correspondant Téléphone : 03.44.67.33.80

Adresse email: philippe.rohart@cetim.fr

Dans le cas du stockage de l'hydrogène sous forme liquide (donc à très basse température), se pose le problème du comportement des matériaux sollicité cycliquement à basse température. Les travaux de recherches de cette étude se focalisent sur les matériaux constituant les tuyaux d'acheminements de l'hydrogène vers d'autres organes de stockage à des températures plus élevé. Par conséquent, la température à laquelle sont sollicités les matériaux est supérieurs à la température de liquéfaction de l'hydrogène.

C'est pourquoi il est nécessaire de caractériser le comportement de ces matériaux en fatigue (pour différentes durées de vie) sous hydrogène et à basse température (-120°C).

Le premier point à prendre en compte est la compréhension des différents phénomènes de fragilisation par l'hydrogène (FPH) :

- 1) Il existe différents types d'atomes d'hydrogène à l'intérieur du métal (figure 1)
  - Ceux en position réticulaire, il diffuse à l'intérieur du métal par série de « sauts » d'un site interstitiel à l'autre. Les atomes d'hydrogène peuvent également diffuser par les fissures de fatigue.
  - Ceux se retrouvant piégés réversiblement ou irréversiblement selon le type de piège à hydrogène présent dans le type d'acier. Le phénomène de piégeage a pour effet d'augmenter la solubilité apparente de l'hydrogène, de diminuer sa diffusivité apparente et de favoriser des phénomènes de surconcentration locale en hydrogène ce qui accentue l'effet fragilisant de l'hydrogène.

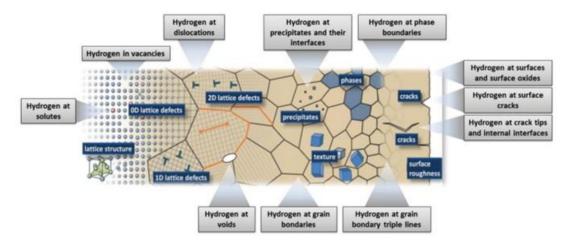


Figure 20 : Illustration schématique des types de pièges au sein du matériau [1]

- 2) Les vitesses de propagation des fissures de fatigues sont plus élevées lorsque les essais sont réalisés sous hydrogène gazeux. De plus, plus la fréquence de sollicitation est faible et plus les vitesses de propagation sont rapides. Ceci pourrait être expliqué par le fait que l'hydrogène à plus de temps pour diffuser à l'intérieur du matériau en pointe de fissure.
- 3) Dans la littérature, beaucoup des travaux rapportent une prédominance des surfaces de rupture intergranulaire dans la fissuration sous hydrogène.

Un des points critique lié à la fragilisation par l'hydrogène des aciers inoxydables austénitiques est la transformation de phase de l'austénite en martensite. En effet, la martensite est une phase métastable qui a comme propriété une plus grande diffusivité de l'hydrogène que la phase austénite. Dans un alliage d'acier de type 316L, la proportion de phase martensitique à température ambiante est quasiment nulle. Dans le cas des aciers 304L, il y a une plus grande proportion de phase martensite résiduelle. De plus, en dessous d'une température seuil  $M_{\rm S}$  (température théorique), l'entièreté des

phases austénitiques se transformerai en phase martensitique en dehors de toute sollicitation mécanique.

Si la température est entre  $M_s$  et  $M_{d30}$  (50% de transformation martensitique pour 30% de déformation), les sollicitations mécaniques induisent le changement des phases austénitiques en phase martensitique. C'est pourquoi il est essentiel de caractériser cette transformation sous air pour coupler cet effet en environnement hydrogène.

Pour évaluer au mieux le phénomène de fragilisation par l'hydrogène, il est intéressant de connaître la distribution de la concentration d'hydrogène en surface d'échantillon lors d'exposition à haute pression d'hydrogène (figure 2). On peut remarquer que l'hydrogène pénètre difficilement au cœur du matériau. Cependant, pour augmenter la diffusion à l'intérieur de l'acier, il peut être réalisé des chargements en hydrogène à des températures plus élevés.

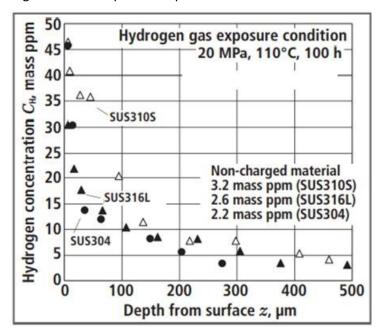
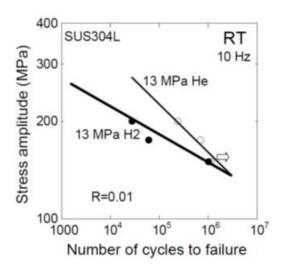


Figure 21 : Distribution de la concentration d'hydrogène en surface d'échantillon de nuances SUS304, de SUS316L et de SUS310S exposé à de haute pression d'hydrogène gazeux

Il est peut-être noté qu'à température ambiante, la tenue en fatigue sous une pression de 13 MPa d'hydrogène sous hydrogène est plus faible que sous hélium, considéré comme environnement neutre, mais cet effet tend à s'estomper à faible amplitude de contrainte.

Lorsque la température diminue, jusqu'à 190K, on note un durcissement mais les tendances restent globalement similaires à celles observées à température ambiante. Cependant, à température critique de transition de phase de l'hydrogène, soit 20K, les différences de comportements liés à la présence d'hydrogène disparaissent (figure 3).



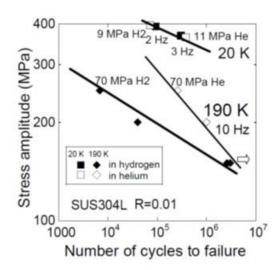


Figure 22 : Courbes de Wöhler pour différentes températures d'essais pour un acier SUS304L

Les études qui vont être menées lors de ces travaux de thèses ont pour objectif de caractériser plus précisément le comportement de deux nuances d'aciers inoxydables austénitiques en couplant les effets de température (basse température) avec les effets de l'hydrogène et des sollicitations mécaniques. Par conséquent, cette thèse s'inscrit dans l'amélioration des connaissances du comportement en fatigue (en visant des durées de vie longue) sous hydrogène à basse température sur des aciers inoxydables austénitiques très utilisés dans l'industrie (304L et 316L).

Pour la réalisation des essais, plusieurs campagnes vont être menées. La première campagne se focalisera sur la caractérisation du comportement de ces aciers sous air et à température ambiante pour fournir des premières données de référence servant à alimenter des comparaisons entre des paramètres d'essais (influence des niveaux de sollicitations, la température, de l'environnement). Les campagnes suivantes se focaliseront sur l'influence des différents paramètres évoqués précédemment. Cependant, la planification de ceux-ci n'est pas encore fixée du fait de l'attente de l'analyse des résultats de la première campagne.

Pour la réalisation des essais, il y a à disposition plusieurs sites pour les essais :

- Le site du CETIM de Senlis pour les essais sous air
- Le site du CETIM de Nantes pour les essais sous hydrogène et à basse température
- Le site de l'institut Pprime à Poitiers pour les essais sous hydrogène (plateforme HYCOMAT)

Les verrous scientifiques qui restent à lever sont les suivants :

- Identifier précisément les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène lors de sollicitations cyclique sur des aciers inoxydables austénitiques (HEDE, HELP, AIDE);
- Coupler la contribution de la température (à basse température) à celui de l'hydrogène dans l'amorçage de fissure de fatigue (interaction hydrogène microstructure) ;
- Evaluer la contribution de l'environnement (hydrogène gazeux) par rapport à l'hydrogène situé à l'intérieur du matériau (hydrogène réticulaire et piégé).

Les perspectives pour la suite de la thèse sont :

- La caractérisation du comportement mécanique des essais de fatigue réalisé sous air à température ambiante ;
- La mise en place de protocole d'essais sous hydrogène et à basse température ;
- La mise en perspective des résultats obtenus sous hydrogènes gazeux ;
- L'étude des variations microstructurales des essais menés sous air et sous hydrogène ;
- L'étude des résultats obtenus sous hydrogène à basse température ;

- Le couplage des comportements mécaniques avec et sans environnement hydrogène, à basse température et à température ambiante selon différents niveaux de sollicitation.

#### Exploitation et valorisation

Les travaux de thèse de R. Chochoy sont une réponse à l'objectif de montée en compétences du CETIM sur les activités « hydrogène ». Plus précisément, ces travaux contribueront à la compréhension des mécanismes d'endommagement en fatigue en environnement hydrogène des aciers inoxydables et au développement de stratégies et de méthodologies de caractérisation appropriées, permettant ainsi d'asseoir le rôle de prescription du CETIM dans le domaine du dimensionnement et de la caractérisation des matériaux à la fatigue.

En fonction de l'avancement des travaux de thèse, plusieurs publications pourront être envisagées, à minima une communication en congrès international et une publication dans une revue à comité de lecture.

#### Publications / références

- 1. H. Z. Hassan, "Energy Analysis and Performance Evaluation of the Adsorption Refrigeration System," ISRN Mech. Eng., vol. 2013, pp. 1–14, 2013, DOI:10.1155/2013/704340
- 2. M. Koyama, M. Rohwerder, C. C. Tasan, A. Bashir, E. Akiyama, K. Takai, D. Raabe, and K. Tsuzaki, "Recent progress in microstructural hydrogen mapping in steels: quantification, kinetic analysis, and multi-scale characterisation," Mater. Sci. Technol., no. March, pp. 1– 16, 2017, DOI:10.1080/02670836.2017.1299276
- 3. Z. Sun, C. Moriconi, G. Benoit, D. Halm, et G. Henaff, « Fatigue Crack Growth under High Pressure of Gaseous Hydrogen in a 15-5PH Martensitic Stainless Steel: Influence of Pressure and Loading Frequency », Metall. Mater. Trans. A, vol. 44, n°3, p. 1320-1330, mars 2013
- 4. C. San Marchi et B. P. Somerday, « Technical reference on hydrogen compatibility of materials », SAND2008-1163 Sandia Natl. Lab. Livermore CA, 2008.
- 5. T. Ogata, HYDROGEN ENVIRONMENT EMBRITTLEMENT EVALUATION IN FATIGUE PROPERTIES OF STAINLESS STEEL SUS304L AT CRYOGENIC TEMPERATURES, Aip Conference Proceedings 1219 (2010) 25-32

## Loi de vieillissement en lien avec la durée de vie et fiabilité » des élastomères

Oscar Péta<sup>1,2</sup> [Doctorant thèse CIFRE], Benoit Omnès<sup>1</sup> [Responsable Scientifique] Vincent Le Saux<sup>2</sup> [Directeur de thèse], Yann Marco<sup>2</sup> [co-Directeur de thèse] <sup>1</sup>Pôle Fluid & Sealing Technologies (FST), Cetim Nantes <sup>2</sup>(ENSTA Bretagne – IRDL Brest)

#### Objectif

Assurer la performance en étanchéité des systèmes notamment dans le temps, est un enjeu primordial pour le monde industriel. La transition énergétique qui constitue un enjeu majeur pour notre société en limitant l'impact environnemental implique, entre autres, la prolongation et le maintien en service des installations existantes. Dans les systèmes d'étanchéité statique, une utilisation répandue des joints toriques en élastomère (matériau organique) est constatée. Toutefois, leur comportement mécanique évolue au cours du temps pouvant induire une baisse des performances. Ce changement de propriétés qui est attribué conjointement à des effets viscoélastiques mais surtout au vieillissement doit être pris en compte dès la conception des systèmes par l'utilisation de modèles de prédictions spécifiques. De nombreux modèles existent dans la littérature pour la prédiction d'indicateurs ainsi que des critères de durée de vie. Cependant, ces modèles n'établissent pas de lien direct entre le vieillissement et la capacité d'un joint à étancher un fluide. L'objectif des travaux de thèse est de mieux comprendre le lien entre les évolutions mécaniques et chimiques qui s'opère au sein du matériau au cours du temps, et d'étudier leur impact sur les performances en étanchéité.

#### Résumé

Dans un premier temps, un état de l'art du vieillissement des joints d'étanchéité élastomère a été réalisé. Il a permis de répertorier les évolutions mécaniques et chimiques pouvant apparaître dans le matériau au cours du temps et en fonction de son environnement. Des géométries d'éprouvettes standards et complexes (produits d'étanchéité) ont été sélectionnées pour observer au mieux ces évolutions et une campagne conséquente de vieillissement accéléré par le biais de la température (considérant l'hypothèse entre le temps et la température) a été retenue. L'élastomère EPDM sélectionné est une formulation d'élastomère industriel connue. La phase de validation de cet élastomère a permis de mettre en évidence des évolutions notables, notamment au niveau des propriétés limites en traction et de ces performances en étanchéité. Pour la suite de l'étude, la campagne de vieillissement va être menée (1er semestre 2023) et les couplages entre la mécanique et la chimie du matériau seront étudiés, puis modélisés à l'aide d'une loi de comportement mécanique complexe et enfin implémentés dans le code de calcul industriel ABAQUS® (éléments finis) pour traiter des études de cas industriels.

La transition énergétique et environnementale implique l'étude de la prolongation et le maintien opérationnel en service des installations existantes. Les produits d'étanchéité sont omniprésents dans les systèmes industriels et sont sujets au vieillissement, notamment lorsqu'ils sont exposés à la chaleur ou à l'oxygène de l'air environnant. Cette sensibilité est rencontrée en particulier pour les joints toriques en élastomère, qui sont largement utilisés.

Cependant, bien que des outils de prédiction permettent de prédire les évolutions de propriétés mécaniques [1], [2], il existe de nombreux cas pour lesquels les modèles existants ne sont pas toujours pertinents [3], [4]. De plus, ces modèles ne permettent pas de prédire les flux de fuite avec le vieillissement qui pourrait apparaître à l'interface. Pour définir la fin de vie, des critères doivent être établis en s'appuyant sur certains indicateurs comme la Déformation Rémanente après Compression (DRC), l'élongation ou contraînte à la rupture, ou encore la relaxation de la force de réaction du joint (CSR) [5]–[7]. Le calcul de la *DRC* (en %) (Erreur ! Source du renvoi introuvable.) paraît pertinent dans le domaine de l'étanchéité puisque cette valeur traduit de manière souvent notable la capacité du joint

à exercer une pression de contact sur la cellule au cours du vieillissement, au travers de sa reprise élastique.

$$DRC = \frac{d_{init} - d_{final}}{d_{init} - d_{comprim\'e}} \times 100 \label{eq:drift}$$
 Équation 1

Avec  $d_{init}$  le diamètre de tore initial,  $d_{final}$  le diamètre de tore à la fin de la sollicitation et  $d_{comprimé}$  le diamètre de tore contraint en déplacement imposé. Les dimensions sont reportées sur la Figure 23.

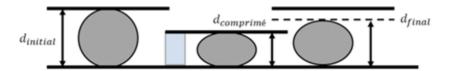


Figure 23. Détermination de la Déformation rémanente après compression (DRC)

Par ailleurs, la prise en compte des effets de l'oxydation représente également un enjeu pour les travaux de thèse, notamment pour considérer les effets de la Diffusion Limité par l'Oxydation et gradient de propriétés qui influent à une échelle très locale [8]–[11].

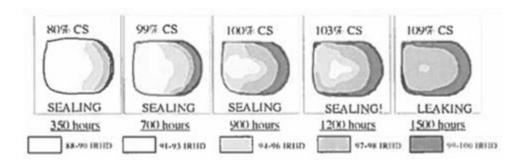


Figure 2. Cartographie des gradients de microdureté, valeur de DRC (eng. Compression Set : CS) et performance en étanchéité à l'interface au cours du vieillissement. [10].

Les travaux ont débuté par une sélection et une évaluation de l'élastomère qui sera étudié. Cette évaluation préalable est nécessaire pour ensuite menée la campagne d'essais conséquente qui intègre différentes sollicitations mécaniques et des durées de vieillissement imposées dans le cadre de l'équivalence temps-température. La période de vieillissement la plus longue visée étant de 2 ans.

L'élastomère envisagé est formulé et mis en œuvre par notre laboratoire partenaire Elanova Lab (ex-LRCCP). Cette démarche retenue pour la thèse vise à permettre d'accéder à la formulation de l'élastomère et d'être présent lors des étapes de mélangeage. Cette connaissance fine du matériau offre la possibilité de minimiser les incertitudes lors de l'analyse des résultats.

L'élastomère choisi est un EPDM (Keltan® 4450(S)) chargé de 45 pce\* de noir de carbone (N550) et réticulé au peroxyde. Il contient également des stabilisants (antioxydants) dont le rôle sera de ralentir les effets de l'oxydation [12].

-

<sup>\*</sup> pce : part pour cent d'élastomère

Pour l'étape de validation du matériau, un nombre limité d'éprouvettes de traction uniaxiale et de joints ont été vieillis. Le vieillissement accéléré a été fait à la température maximale envisagée pour l'étude soit 150°C à l'air ambiant (oxydatif) et sous surpression azote (inerté).

Des mesures de flux de fuite par méthode globale sous vide avec gaz traceur He, sont réalisées tout au long du vieillissement sur des joints toriques. Ces mesures ponctuelles (durée déterminées et courtes pour limiter le phénomène de perméation) sont obtenues par spectrométrie de masse hélium. Ces mesures sont obtenues sur une maquette d'essai simulant un système en service dans un joint torique de dimension 50.17x5.33 mm en compression (taux de compression 25%) installé dans une gorge standard (selon l'ISO 3601-2).

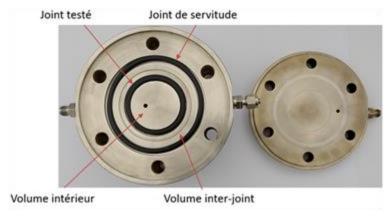


Figure 24. Maquette d'essai : pression d'hélium appliquée dans le volume intérieur ; mesure par spectrométrie de masse He dans le volume interjoint.

Une pression d'hélium de 2 bars relatifs est appliquée dans le volume intérieur de la cellule et la mesure est réalisée dans le volume séparant le joint de test et le joint de servitude (Figure 24). La fuite en elle-même est la somme de deux phénomènes qui sont la fuite à l'interface qui résulte d'une perte de contact entre le joint et la cellule, et la fuite par perméation qui apparaît lorsque le gaz d'essai traverse le matériau. Le premier phénomène est identifié par un pic de flux de fuite quasi-instantané après l'injection du gaz dans la maquette. Le deuxième phénomène est plus long et un temps d'induction est nécessaire au gaz pour traverser le joint ainsi la courbe en « S » de mesure est progressive avec une phase d'initiation, transitoire puis de stabilisation (Figure 25). La perméation est sensible à la température (comportement de type Arrhenius). Les deux phénomènes sont combinés et majoritaire en fonction des conditions.

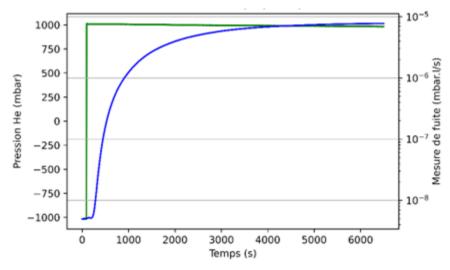


Figure 25. Mesure de fuite à l'ambiante après vieillissement avec en vert la pression et en bleu la mesure de fuite. Ici, seule une fuite par perméation est détectée.

Des joints sont également vieillis en montage de Déformation Rémanente après Compression (DRC) et d'autres sont libres ainsi que des éprouvettes de tractions. Plusieurs prélèvements sont réalisés au cours du vieillissement pour visualiser les évolutions ainsi que l'effet de l'oxydation par comparaison avec les éprouvettes inertées.

Les mesures d'étanchéité ont mis en évidence un risque de collage entre le joint et le plateau de la maquette qui empêche l'apparition de fuite à l'interface malgré une DRC importante. Pour limiter cet effet, il peut être envisagé de lubrifier les joints comme réalisé dans les travaux de [13]. Toutefois, cette solution peut induire un problème lors de la mesure en hélium (piège de gaz traceur). Par conséquent, il est prévu d'appliquer un décollement du joint selon une périodicité établie dans la campagne en s'appuyant sur les travaux de [14] et le retour d'expérience du département pour ce type de situation.

Les premiers résultats obtenus sur les éprouvettes de traction mettent en évidence que le vieillissement thermo-oxydatif provoque une chute des propriétés mécaniques à rupture et rigidifie le matériau. Cet effet n'apparaît qu'après la première semaine de vieillissement ce qui semble indiquer que les antioxydants remplissent leurs rôles de protecteurs. Cette hypothèse sera vérifiée par des mesures complémentaires, en s'appuyant par exemple sur des mesures du temps d'induction à l'oxydation par calorimétrie différentielle (DSC) [15].

Les analyses montrent que l'effet de l'oxydation est marqué par une chute de la rigidité suivie d'une re-rigidification sans chute de l'élongation à rupture, ce qui apparaît comme peu classique. Selon la littérature, [16] observe également cette perte de rigidité mais pas le phénomène de rigidification. Des analyses complémentaires, notamment des mesures de taux de réticulation par gonflement par solvant et de DSC devraient nous permettre d'obtenir des pistes sur l'origine de ce phénomène.

Les premiers essais visant à étudier l'impact uniquement de la thermique en limitant la thermooxydation, en inertant le vieillissement (sous azote), nous donnent des valeurs de DRC identiques à celles en environnement thermo-oxydatif (Figure 26). Toutefois, les mesures de traction à rupture montrent un effet de l'inertage dans cette campagne préalable.

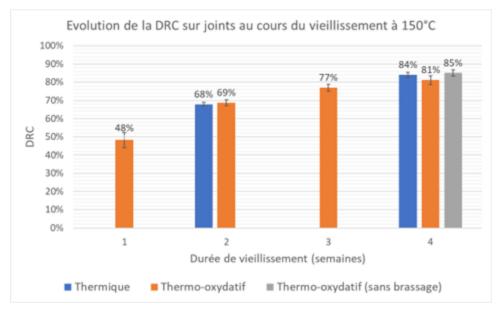


Figure 26. Evolution de la DRC sur joints au cours du vieillissement à 150°C avec un taux de compression de 25%

Aucune évolution de la microdureté en surface n'a été observée après vieillissement. Les mesures dans la section montrent quant à elles un gradient de dureté sur un joint vieilli en montage de DRC (Figure 27). La zone intérieure présente une dureté plus faible que la dureté sur la zone extérieure qui est plus

exposée au brassage de l'air et donc aux effets de l'oxydation. Un protocole d'essai par nanoindentation et microindentation est en cours de mis en place pour affiner la caractérisation de gradients de propriétés.



Figure 27. Mesure de dureté μDIDC dans la section d'un joint torique vieilli en montage de DRC.

#### **Exploitation et valorisation**

Dans le cadre de cette première année de thèse, une communication a été réalisée lors d'une session poster à la conférence « Vieillissement des polymères » qui s'est déroulée en juin 2022 à l'ENSAM de Paris. (website) ; DOI : 10.13140/RG.2.2.36830.10564

Trois communications sont envisagées au cours de la thèse en 2023-2024 :

- 1) Séminaire Européen annuel (3 jours) réunissant les doctorants œuvrant dans le caoutchouc : 19-21 juin 2023 à Hanovre (DIK hôte) (résumé + présentation orale)
- 2) Colloque national : 31ème DEPOS (DÉformation des POlymères Solides) organisé par l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux (I2M) du 2 au 5 Octobre 2023 Anglet, France (résumé + présentation orale)
- 3) Congrès européen : XIII European Conference on Constitutive Models for Rubbers (ECCMR 2022), in Istanbul, Turkey (article + presentation orale)

Il est également prévu de publier 1 à 2 articles scientifique de rang A au cours de la thèse (journal à identifier : Polymer testing, ...).

Le pôle FST améliore son expertise dans la prédiction de durée de vie des étanchéités par joints élastomère qui se base sur son expérience. De nombreuses études de R&D et affaires marchandes liées à l'étude de la tenue dans le temps de ce type d'étanchéité ont été menées depuis plus de 15 ans.

Ce travail de thèse s'inscrit dans la continuité et constitue un projet important, notamment au sein de l'axe porté par le pôle FST dans le projet DVR. Le pôle continue ses actions marchandes et sa R&D au travers des études avec l'ESA (European Sealing Association), Elanova Lab et au sein d'un projet multifinancé [Framatome-TechnicAtome] (CARE-E: Caractérisation et Anticipation de la Résistance des Elastomères -en Etanchéité [2022-2025]) en ambiance nucléaire.

La thèse alimentera nos réflexions dans le domaine expérimentale et numérique, ainsi que notre visibilité et notre capacité à étudier des sujets d'étanchéité complexes

#### Publications / références

- [1] S. P. Carfagno et R. J. Gibson, « A Review of Equipment Aging Theory and Technology », FRANKLIN RESEARCH CENTER, NP-1558, oct. 1979.
- [2] L. A. Escobar et W. Q. Meeker, « A Review of Accelerated Test Models », *Statist. Sci.*, vol. 21, n° 4, nov. 2006, doi: 10.1214/08834230600000321.
- [3] M. Celina, K. T. Gillen, et R. A. Assink, « Accelerated aging and lifetime prediction: Review of non-Arrhenius behaviour due to two competing processes », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 90, n° 3, p. 395-404, déc. 2005, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2005.05.004.
- [4] V. Le Saux, P. Y. Le Gac, Y. Marco, et S. Calloch, « Limits in the validity of Arrhenius predictions for field ageing of a silica filled polychloroprene in a marine environment », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 99, p. 254-261, janv. 2014, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2013.10.027.
- [5] R. Bernstein et K. T. Gillen, « Predicting the lifetime of fluorosilicone o-rings », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 94, n° 12, p. 2107-2113, 2009, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2009.10.005.
- [6] A. Kömmling, M. Jaunich, P. Pourmand, D. Wolff, et M. Hedenqvist, « Analysis of O-Ring Seal Failure under Static Conditions and Determination of End-of-Lifetime Criterion », *Polymers*, vol. 11, n° 8, p. 1251, juill. 2019, doi: 10.3390/polym11081251.
- [7] V. Plaček, T. Kohout, V. Hnát, et B. Bartoníček, « Assessment of the EPDM seal lifetime in nuclear power plants », *Polymer Testing*, vol. 28, n° 2, p. 209-214, avr. 2009, doi: 10.1016/j.polymertesting.2008.12.005.
- [8] M. Celina, J. Wise, D. K. Ottesen, K. T. Gillen, et R. L. Clough, « Oxidation profiles of thermally aged nitrile rubber », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 60, n° 2-3, p. 493-504, janv. 1998, doi: 10.1016/S0141-3910(97)00113-4.
- [9] P. Charrier et V. Le Saux, « Vieillissement thermo-oxydatif des pièces anti-vibratoires automobiles: du vieillissement accéléré au dimensionnement en fatigue », p. 11, 2013.
- [10] V. A. Coveney et R. Rizk, « Life Prediction of O-rings Used to Seal Gases », in *Elastomers and Components*, Woodhead Publishing, 2006, p. 141-151.
- [11] J. Wise, K. T. Gillen, et R. L. Clough, « An ultrasensitive technique for testing the Arrhenius extrapolation assumption for thermally aged elastomers », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 49, n° 3, p. 403-418, janv. 1995, doi: 10.1016/0141-3910(95)00137-B.
- [12] B. Fayolle et J. Verdu, « Vieillissement et durabilité des polymères organiques », p. 44.
- [13] A. Kömmling, « Alterung und Lebensdauervorhersage von O-Ring-Dichtungen / Aging and lifetime prediction of O-ring seals », Technische Universität Berlin, Berlin, 2017.
- [14] R. Andre et P. Malesys, « A general approach for quantifying the heat-ageing of gaskets », p. 8, 2004.
- [15] « NF ISO 11347-6: Détermination du temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme) et de la température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique) ». 2018. [En ligne]. Disponible sur: https://www.iso.org/fr/standard/72461.html
- [16] M. B. Hassine, « Modélisation du vieillissement thermique et mécanique d'une protection externe en EPDM de jonction retractable à froid », 2013.

# Caractérisation des mécanismes physiques et des mécanismes chimiques ainsi que de leurs synergies dans le procédé PEMEC

KRZAK Daniel RECH Joel, SALVATORE Ferdinando GERIN Stéphane, GIDON Antoine CETIM Saint-Etienne & Laboratoire de Tribologie de Dynamique des Systèmes (LTDS)

#### Objectif:

La fabrication additive a connu une croissance très rapide ces dernières années. Ce procédé de fabrication est devenu très populaire dans de nombreux secteurs tels que l'aéronautique, l'automobile ou le médical. Or la fabrication additive a un grand désavantage pour l'industrie : La qualité de surface en fin de fabrication est souvent trop rugueuse et imprécise, ce qui implique l'utilisation de procédés de finition pour adapter la pièce aux besoins de ces domaines.

L'ENISE en collaboration avec le CETIM a breveté une nouvelle technologie de polissage, appelée PEMEC, qui combine différentes technologies simultanément et avance des performances sans précédent. Elle est capable de réduire drastiquement le temps de polissage, améliorer le l'état de surface de la pièce et obtenir des résultats qui ne sont pas atteignables par les procédés de finition conventionnels.

Le projet de thèse se situe donc dans le contexte de la finition / du polissage des pièces issues de fabrication additive (SLM, MBJ). Le défi consiste à abaisser fortement la rugosité, voire la microrugosité, sans détériorer la forme et les arêtes des pièces.

#### Résumé:

Le travail de thèse porte sur 3 axes complémentaires de recherche :

<u>ler axe : Etude du procédé PEMEC à l'échelle macroscopique :</u> Le travail va consister à concevoir et mener des essais sur un banc d'essais semi-industriel en réalisant des études fines et complètes. Il s'agira notamment de mener, en environnement représentatif, des plans d'expérience des essais visant à étudier la sensibilité aux paramètres mécaniques, aux paramètres électrochimiques et surtout les couplages/synergies entre ces mécanismes.

<u>2ème axe : Etude du procédé PEMEC à l'échelle microscopique :</u> Le travail va se baser sur l'exploitation un banc d'essais miniature capable de reproduire le procédé PEMEC localement. Cet axe passera d'abord par l'étape de conception d'un tel banc miniature. Les mécanismes d'enlèvement de matière induits par l'action mécanique (micro-copeaux, fissuration, etc.) seront ensuite analysés grâce à ce banc d'essais.

<u>3ème axe : Scale-up de la technologie PEMEC :</u> Les deux axes précédents vont mettre en évidence les mécanismes permettant d'aboutir à une synergie optimale du procédé PEMEC. Il est connu que la transposition des paramètres vers une solution industrielle nécessite de voir les paramètres du procédé pour retrouver une synergie optimale. Le troisième axe portera donc le « Scale-up » du procédé PEMEC.

#### Méthodes et résultats :

#### Présentation des travaux et état de l'art

Le polissage de pièces métalliques très rugueuses ( $Ra > 10 \mu m$ ) et de formes complexes devient un sujet majeur de recherche dans l'industrie avec le développement des techniques de fabrication additive, et notamment la fusion sur lit de poudre (L-PBF). La fabrication additive permet de concevoir de nouvelles pièces avec des surfaces fonctionnelles complexes. Ces surfaces complexes sont difficiles

d'accès, ne peuvent plus être finis par les procédés d'usinage conventionnels. Or les surfaces sont très rugueuses et il est fréquent d'observer des surfaces avec des rugosités Ra allant de  $10-30~\mu m$  selon les zones concernées.

Afin de résoudre ce problème, de nouveaux procédés de polissage sont apparus avec l'objectif de réduire la rugosité des surfaces sans détériorer la forme des pièces. Ces procédés sont dénommés « hybrides » car ils combinent l'action simultanée et contrôlée de plusieurs mécanismes (physiques, chimiques, optiques, ...) et/ou des sources d'énergie/outils. L'objectif principal des procédés hybrides est d'augmenter l'enlèvement de matière durant le processus de polissage via un effet synergique entre les mécanismes.

Un nouveau procédé, dénommé PEMEC, a été récemment. Ce procédé combine une action d'abrasion et une action de dissolution anodique. Son originalité consiste à utiliser une cinématique de machine de Smurotropie qui lui permet de polir des surfaces complexes. Le principe de ce procédé est décrit en Figure 1.

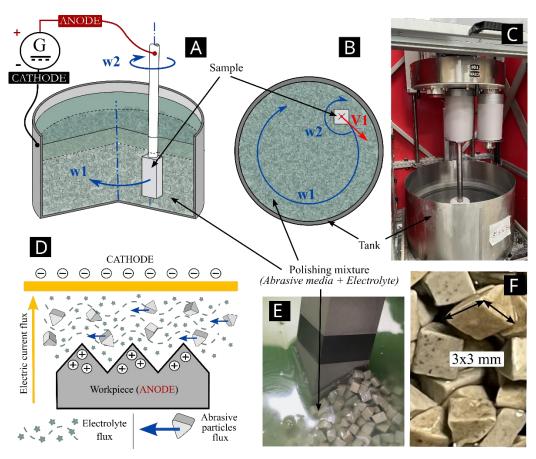


Figure 28: [A] Schématisation de la machine PEMEC // [B] Schématisation de la machine PEMEC // [C] Image de la machine PEMEC // [D] Principe de la technologie PEMEC // [E] Mélange de polissage (média abrasif + electrolye) // [F] Médias abrasifs

En ce qui concerne l'état de l'art, il existe multitude de travaux qui traitent les deux procédés de polissage combinés dans le procédé PEMEC.

D'un côté, le polissage électrochimique (PEC) est l'un des procédés de polissage chimique les plus communément utilisés pour les pièces métalliques à géométries complexes. Ce procédé consiste à dissoudre de manière contrôlée la surface de la pièce pour éliminer les aspérités et laisser place à des surfaces lisses et brillantes. Lorsque l'électropolissage est mis en œuvre, le courant passe de l'anode (la pièce à polir – Figure 1A) vers la cathode (la cuve de la machine – Figure A). L'ensemble anodecathode sont immergés dans un bain d'électrolyte dont la concentration et composition sont variables en fonction du métal à polir. Ce procédé nécessite de longues périodes de traitement. De plus la

concentration des lignes de courant électrique sur les arêtes vives induit une modification de la géométrie des pièces.

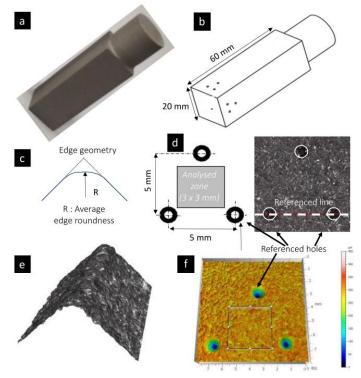
De l'autre côté, la tribofinition est un procédé de polissage mécanique qui permet d'améliorer la rugosité de la surface pour les pièces à géométries complexes. Les pièces sont traînées à travers un mélange composé d'un grand nombre de particules abrasives plongées dans un liquide. L'interaction entre les particules abrasives et la surface à polir induit 3 mécanismes : une déformation plastique des pics de rugosité, des rayures et enfin il génère des micro-copeaux, ce qui entraine une amélioration de l'état de surface. Or ce procédé nécessite aussi de longues périodes de polissage pour arriver à une rugosité faible. De plus les abrasifs sont particulièrement agressifs pour les arêtes vives, ce qui modifie la géométrie des pièces.

#### Méthodologie d'analyse

L'un des premiers travails effectués dans le contexte de l'étude PEMEC est une étude comparative entre les performances des procédés de polissage traditionnels et le procédé PEMEC. Pendant cette étude, la Smurotropie (ou drag-finishing), l'électropolissage et le procédé PEMEC ont été testés sur des échantillons identiques et en conditions égales. Ces essais avaient comme objectif principal de vérifier et quantifier l'existence d'un effet synergique dans le procédé PEMEC.

Les essais ont été menées sur des pièces parallélépipédiques en acier inoxydable 316L. Les échantillons ont été produits par fraisage + sablage avec de gros grains abrasifs afin de générer une surface rugueuse  $(Sa^{\sim}11\mu m)$  qui imite celles observées sur les pièces issues de fabrication additive (Fig. 2a-b). Ces échantillons permettent d'étudier l'évolution de la rugosité et l'évolution des arêtes vives. L'évolution de la topographie de surface a été caractérisée avant et après chaque essai grâce à un microscope confocal et le paramètre de rugosité Sa a été quantifié par le logiciel MountainMaps après application d'un filtre SL de forme conforme à la norme ISO25718.

De plus, 3 empreintes ont été réalisées sur chaque face (Fig. 2b-d). Ces 3 empreintes créent une zone de référence (Fig. 2d) qui servira pour étudier l'évolution de la surface moyenne et pour quantifier l'enlèvement de matière moyen Δh (Fig. 2 j). Cela permet d'analyser si le processus a affecté uniquement les pics ou s'il a dissous la surface de manière homogène. Cela devrait aider à comprendre les mécanismes prédominants (abrasion, dissolution chimique). En parallèle, l'arrondi des quatre bords est quantifié dans la zone inférieure des échantillons (Fig. 2 g-i)



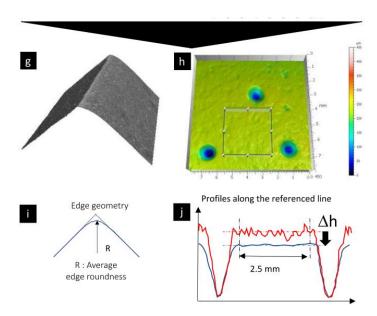


Figure 29: Description des échantillons et des méthodes de caractérisation de la surface de la rugosité de surface et de l'arrondi des bords

#### **Premiers résultats**

Les résultats après 120min de polissage PEMEC ont montré l'intérêt de cette technologie vis-à-vis des procédés de polissage « conventionnels ».

Par exemple, les topographies de surfaces traitées ont été mesurées toutes les 30 minutes sur les quatre faces de chaque échantillon. L'évolution des paramètres de rugosité moyenne Sa est représentée sur la Figure 3. Ce paramètre met bien en évidence l'efficacité du procédé hybride pour améliorer rapidement la rugosité de surface. Avec le procédé hybride PEMEC, la rugosité Sa est réduite de 11 à 3  $\mu$ m. Au contraire, le procédé de finition par traînage et le procédé ECP atteignent respectivement 6 et 8,7  $\mu$ m. En estimant le paramètre 2D Ra après l'application d'un filtre gaussien avec une coupure de 0,8 mm, les valeurs de Ra diminuent de 8 à 0,8  $\mu$ m pour le procédé PEMEC.

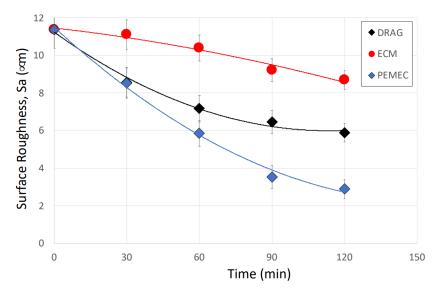


Figure 30: Evolution de la rugosité de surface Sa pendant les trois processus de polissage processus

Le reste d'analyses montrent aussi que le procédé PEMEC est plus performent que les procédés conventionnels. Ce procédé arrive à effacer complétement les profils de rugosité initiale,

contrairement à l'ECP et la Smurotropie, laissant place à des surfaces complétement lisses. Le procédé PEMEC a un impact plus faible sur la géométrie de l'échantillon, et détériore moins l'angle d'arrête.

Différents axes de travail ont été identifiés pour la suite des travaux :

- Etablissement d'une méthodologie de caractérisation des surfaces polies commune à l'ensemble des application PEMEC.
- L'étude des paramètres les plus influents dans le procédé PEMEC + Optimisation du procédé PEMEC à échelle réduite.
- Caractérisation des phénomènes électrochimiques mis en œuvre lors du procédé PEMEC
- Etude de l'influence de la microstructure et état de la pièce à polir sur les performances du procédé de polissage.
- Etude fondamentale des mécanismes d'enlèvement de matière et de la synergie entre les différents mécanismes.

# **Exploitation et valorisation :**

Cette thèse s'inscrit donc dans le projet commun entre le CETIM et l'ENISE qui est le développement de la technologie PEMEC et plus largement dans le développement de technologies de polissage hybrides. Ces technologies ont pour but d'être plus performantes et d'améliorer le polissage des pièces issues de fabrication additive. Les connaissances et procédés développés dans cette thèse seront utilisés par le CETIM pour proposer aux industriels des nouvelles solutions de polissage pour satisfaire leurs besoins.

#### Publications:

[1] Rech J, Krzak D, Roy F, Salvatore F, Gidon A, Guérin S. "A new hybrid electrochemical-mechanical process (PEMEC) for polishing complex and rough parts", CIRP Annals. (2022). https://doi.org/10.1016/j.cirp.2022.03.011.

#### Références :

- [2] Han W, Fang F. "Fundamental aspects and recent developments in electropolishing", International Journal of Machine Tools and Manufacture, Volume 139, ISSN 0890-6955. (2019). <a href="https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2019.01.001">https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2019.01.001</a>
- [3] Han S, Salvatore F, Rech J, Bajolet J, Courbon J. "Effect of abrasive flow machining (AFM) finish of selective laser melting (SLM) internal channels on fatigue performance", Journal of Manufacturing Processes, 59:248-257. (2020). https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.09.065
- [4] Lauwers B, Klocke F, Klink A, Tekkaya A.E, Neugebauer R, Mcintosh D. "Hybrid processes in manufacturing", CIRP Annals Manufacturing Technology 63(2):561-583. (2014).
- [5] Malkorra I, Souli H, Claudin C, Salvatore F, Arrazola P, Rech J, ..., Rolet J. "Identification of interaction mechanisms during drag finishing by means of an original macroscopic numerical model", International Journal of Machine Tools and Manufacture, 168, 103779.1. (2021). https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2021.103779

# Analyse physico-chimique des mécanismes de lubrification électrochimique des aciers inoxydables ; développement d'une approche expérimentale et numérique pour l'estimation de la durée de vie

Kaouthar BOUGUERRA¹ Caroline RICHARD² Yan-Ming CHEN³ Nadège DUCOMMUN⁴

Alexandre ROMAINE⁴ Pierre-François CARDEY ⁴

¹Doctorante, laboratoire GREMAN Université de Tours

²Directrice de thèse, laboratoire GREMAN, Université de Tours

³Expert, Pôle Matériaux Métalliques et Surfaces, Cetim – Senlis

⁴Expert, Pôle Matériaux Métalliques et Surfaces, Cetim - Nantes

#### Objectif

Les aciers inoxydables sont fortement utilisés pour la construction des structures de production de diverses industries. La raison essentielle de leur utilisation est leur capacité à former des films passifs protecteurs à leur surface, leur permettant ainsi une grande résistance à des milieux corrosifs. Cependant ces films protecteurs peuvent être endommagés sous des actions mécaniques d'usure et de frottement, notamment pour les pièces en mouvement et en contact relatif. L'objectif de l'étude est de trouver une voie permettant de maîtriser les phénomènes de tribo-corrosion pouvant être rencontrés afin de réduire la consommation d'énergie des pièces en frottement que l'on peut trouver, par exemple dans les paliers employés sur les chaines de production. Il s'agira donc d'identifier les mécanismes tribo-chimiques à l'interface plus particulièrement d'un couple d'aciers inoxydables austénitiques et d'un superalliages base nickel dans des milieux alcalins et acides. L'idée est notamment d'être en capacité d'aider au choix d'une nuance d'acier inoxydable adaptée à l'environnement rencontré pour assurer une réduction du frottement et de développer, d'un point de vue fondamental, le concept de « lubrification électrochimique ».

#### Résumé

Dans un premier temps, une étude bibliographique a été faite afin d'avoir l'état de l'art actuel sur le comportement des aciers inoxydables sous une sollicitation mécanique en milieu basique. Dans un second temps, des essais tribologiques ont été réalisé afin de mesurer le coefficient de frottement en fonction du temps. Ensuite, les pistes d'usure formées sur ces derniers ont été étudiées par différentes techniques de caractérisation macroscopiques et microscopiques à savoir (DRX, MEB, FIB, XPS, AFM, spectroscopie Raman, et mesures électrochimiques d'OCP). Afin de comprendre les mécanismes tribochimiques, les couches du film passif formé ont été analysées pour expliquer la chute du coefficient de frottement constatée. Les résultats démontrent que le film passif est composé d'oxydes/hydroxydes de chrome, d'oxydes/hydroxydes de fer, l'apparition d'une sous-couche riche en nickel, avec une faible conductivité électrique.

# Méthodes et résultats

#### Méthodes

Cette étude a été réalisée en utilisant dans un premier temps un tribomètre en mouvement alternatif (TE77), et dans un second temps un tribomètre en mouvement rotatif (UMT Bruker) (Figure 1), dans une solution de NaHCO<sub>3</sub> 5%, dans le but de comparer le coefficient de frottement ( $\mu$ ) entre deux surfaces en contact en fonction du temps, sous différentes conditions tribologiques.

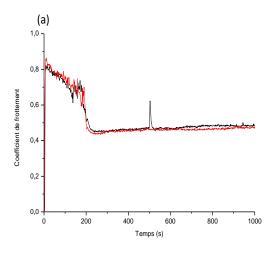


Figure 1 : Contact bille sur plan des aciers inoxydables de type 316L/316L
(a) en mouvement alternatif TE-77 (b) en mouvement rotatif UMR Bruker.

La face usée après les essais tribologiques a été étudiée par des techniques de caractérisations de surface macroscopiques et microscopiques telles que : la Microscopie Electronique à Balayage (MEB-EDX), la Microscopie à Force Atomique (AFM) en mode TUNA, la microscopie confocale, par Faisceau d'Ions Focalisés 'Dual-Beam' (FIB) pour des micro-sections et l'examen de sous-couches, la Spectroscopie de Photoélectrons induits par rayons X (XPS), la Diffraction des Rayons X (DRX), et la spectroscopie Raman afin d'identifier les mécanismes tribo-chimiques ou les composés lubrifiants qui provoquent la diminution du coefficient de frottement sous certaines conditions.

#### Résultats

La figure 2 montre l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps en mouvement alternatif et rotatif durant des essais tribologiques d'un couple d'acier inoxydable bille / plan (316L / 316L) dans la solution de NaHCO<sub>3</sub> 5%, il a été constaté le même effet de diminution du coefficient de frottement avec une répétabilité de ce dernier.



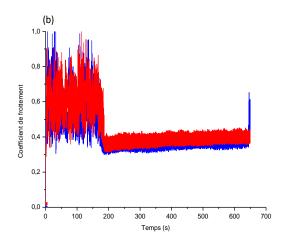


Figure 2 : Essais tribologiques (a) en mouvements alternatifs sur un tribomètre TE-77 (b) en mouvements rotatifs sur un tribomètre UMT-Bruker.

On constate que le comportement des coefficients de frottement sont très similaires pour les deux mouvements.

Pour l'essai alternatif : on note que les deux essais sont répétables, et que la valeur du coefficient de frottement baisse de 0,8 à 0,4 en 190 secondes environ.

Pour l'essai rotatif : on note également une diminution du coefficient de frottement qui est aux alentours de 0,8 et qui passe (brusquement) à 0,3 au bout de 180 secondes

Une stabilisation est observée pour chacun des essais après la chute du coefficient de frottement.

Pour expliciter le phénomène de la chute brutale du coefficient de frottement, des caractérisations de surface ont été faites. Il a été observé par FIB (figure 3) une couche enrichie en nickel et appauvrie en chrome, avec l'apparition des grains, et des joints de grain.

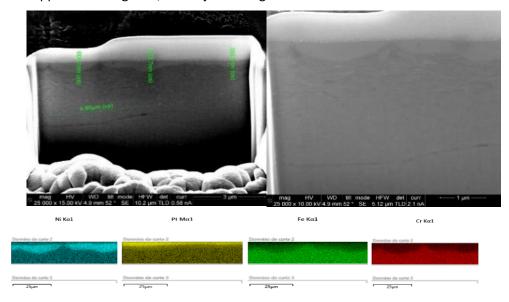


Figure 3 : Observation de la coupe transverse de la piste usée dans NaHCO3 5%

La figure 4 représente l'analyse par spectroscopie Raman de la plaque 316L usée dans NaHCO₃ 5%. Elle montre la présence de différents oxydes de fer, oxyde/hydroxyde de chrome, oxyde/hydroxyde de nickel, carbonates, etc.

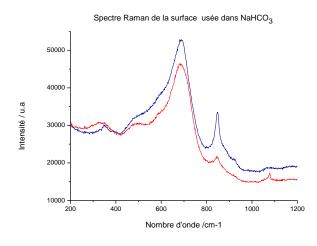


Figure 4 : spectre Raman de la piste usée 316L dans NaHCO3 5%

La figure 5 montre un profil 1D obtenu par AFM en mode TUNA sur la surface usée dans la solution NaHCO<sub>3</sub> 5%, permettant de caractériser les courants ultra-faibles au travers du film passif. Des zones claires conductrices apparaissent et d'autres, sombres recouvertes d'hydrogénocarbonate de sodium qui ne conduisent pas le courant ont été mises en évidence.

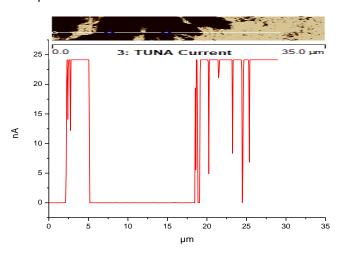


Figure 5: TUNA - courant

#### En conclusion de ces premiers travaux :

- Il a été constaté, d'après les essais tribologiques, une diminution significative du coefficient de frottement avec la solution de NaHCO₃ 5% dans des conditions spécifiques, à la fois sur un tribomètre alternatif et sur un tribomètre rotatif.
- Les résultats de la caractérisation de surface démontrent que le film passif est composé d'oxydes/hydroxydes de chrome et d'oxydes/hydroxydes de fer, oxyde/hydroxyde de nickel0
- L'apparition d'une sous-couche riche en nickel, ainsi qu'une faible conductivité électrique ont été mis en évidence.

C'est dans ce contexte que la thèse se positionne selon le plan suivant :

- 1. Définir des conditions tribologiques et chimiques de génération du phénomène de lubrification électrochimique.
- 2. Analyser les réactions tribo-chimiques durant le régime de lubrification électrochimique
- 3. Etablir un modèle de réactions tribo-chimiques
- 4. Réaliser des essais de tribo-chimiques pour valider les modèles
- 5. Appliquer les modèles à la conception des équipements agro-alimentaires pour réduire le frottement et augmenter la durée de vie
- 6. Développer un outil de simulation numérique pour estimer l'énergie dissipée et la durée de vie

#### En perspectives:

- Étudier le phénomène de diminution du coefficient de frottement dans d'autres milieux, et d'autres type de matériaux,
- Analyser la surface des films passifs formés (topographie de surface, épaisseur films d'oxyde et films absorbés) par Microscopie confocale, éllipsométrie, MEB, FIB, métallurgie matériaux

- de base) XPS, SIMS, AFM (caractérisation nano-électrique), DRX rasante, spectroscopie Raman et Infra rouge, aspect électrochimique,
- Modéliser les mécanismes mis en place.

#### Exploitation et valorisation

Communications orales:

# K. Bouguerra<sup>1</sup>, C. Richard<sup>1</sup>, Y-M. Chen<sup>2</sup> J. Delgado<sup>2</sup> P-F Cardey<sup>3</sup>. A. Romaine<sup>3</sup> et N. Ducommun<sup>3</sup>

- 1. Université de Tours, GREMAN UMR CNRS 7347, Tours / France
- 2. Centre Technique des Industries Mécaniques, Cetim, Senlis / France
- 3. Centre Technique des Industries Mécaniques, Cetim, Nantes / France
- Lubrification électrochimique des aciers inoxydables de type 316L/316L dans une solution d'hydrogénocarbonate de sodium

Les 33èmes Journées Internationales Francophones de Tribologie

- 1-3 juin 2022, LEM3, ENIM, Metz, France
- Tribocorrosion study of passive films formed on the surface of the stainless steel 316L/316L couple in a sodium hydrogen carbonate solution
- -The European Corrosion Congress
- 28th August 1st September 2022, Berlin Germany

#### <u>Références</u>

- [1] Y. S. Hedberg, I.O Wallinder, Metal release from stainless steel in biological environments: A review, Biointerphases 11(1), March 2016, doi.org/10.1116/1.4934628
- [2] J. Geringer, C. Richard, Managing tribocorrosion investigations by stress mapping: Dual mobility concept, hip implant, as required step, Chapter 4 In Mechanical and Electro-chemical Interactions under Tribocorrosion, Ed. Sci. J-P. Celis, P. Ponthiaux, Elsevier, 2021 ISBN: 978-0-12-823765-6
- [3] D. Thierry, D. Persson and A. Nazarov, Application of local electrochemical techniques and vibrational spectroscopy techniques to tribocorrosion. In Mechanical and Electro-chemical Interactions under Tribocorrosion, Ed. Sci. J-P. Celis, P. Ponthiaux, Elsevier, 2021 ISBN: 978-0-12-823765-6
- [4] C. Richard, J. Geringer, Tribocorrosion Techniques de l'Ingénieur, COR 60 Version 2, Novembre 2019.
- [5] M. Stemp, S. Mischler, D. Landolt, The effect of mechanical and electrochemical parameters on the tribocorrosion rate of stainless steel in sulphuric acid, Wear 255, 2003, 466–475, doi:10.1016/S0043-1648(03)00085-1
- [6] A. Borras Dalmau, Study of tribological, corrosion and tribocorrosion behavior of new martensitic stainless steels for aeronautical applications, Thèse, Université de Tours, 23 octobre 2015.
- [7] S. Cao, S. Mischler, Modeling tribocorrosion of passive metals A review, Current Opinion in Solid State & Materials Science 22(4), 2018, 127–141, 10.1016/j.cossms.2018.06.001

# Usure et durée de vies des étanchéités : Applications aux joints radiaux segmentés

Ibrahim DIALLO Mihai ARGHIR (Institut PPRIME) Mohamed ANDASMAS (Safran Aircraft Engines) Lassad AMAMI Pôle FST CETIM, NANTES

#### Objectif

Dans le contexte global du réchauffement climatique, l'industrie aéronautique française s'est lancé des défis tels que l'avion à bas carbone pour l'horizon 2030 et l'avion vert (avion décarboné) pour 2050. Pour relever ces défis, elle mise sur la recherche scientifique afin d'optimiser la motorisation et réduire la consommation du carburant. Une partie de cette recherche scientifique est dédiée à la tribologie des étanchéités dynamiques des moteurs. L'objectif est d'approfondir les connaissances et la maîtrise du fonctionnement des systèmes d'étanchéités aéronautiques, plus précisément être capable de prédire l'usure et la durée de vies des pièces. Les travaux de cette thèse sont consacrés au joint radial segmenté (JRS). Il assure l'étanchéité autour des roulements du rotor. Il doit empêcher l'air chaud, présent autour du rotor, de se mélanger avec le brouillard d'huile qui se trouve autour des roulements. Le contact du rotor avec le joint induit l'usure de ce dernier. Sachant que l'usure impacte la performance du moteur, il est important de la prédire.

#### Résumé

Cette thèse est la suite d'une série de travaux effectuée sur le JRS (Erreur ! Source du renvoi i ntrouvable. Erreur ! Source du renvoi introuvable. Erreur ! Source du renvoi introuvable.). Ces thèses ont fourni des modèles de fonctionnement des JRS accompagnés de programmes de simulations. La thèse actuelle doit venir donner une estimation de leurs durées de vie. Lors des derniers travaux Erreur ! Source du renvoi introuvable., il a été observé que l'usure du joint libérait une poudre en carbone graphité, matériau du joint. Cette poudre venait ensuite lubrifier la zone de contact, ce qui ralentit l'usure. Une estimation d'usure devra nécessairement passer par une compréhension et une quantification du rôle de la poudre.

La première partie du travail de thèse a consisté à faire un état de l'art sur la lubrification par poudre et son comportement. Un modèle de comportement a été choisi et un protocole expérimental est en cours d'être mis en place afin de déterminer les paramètres matériaux. Ces paramètres régissent le comportement de la poudre. Quant à la deuxième partie, elle est focalisée sur la modélisation numérique du contact entre le joint et rotor. Cette modélisation a pour but de reproduire numériquement des essais tribologiques pions sur disques, menés pour étudier l'usure du joint.

## Méthodes et résultats

## 1. Etat de l'art sur la poudre : lubrification et comportement

La lubrification désigne l'action d'introduire une substance, appelé lubrifiant entre deux surfaces en contact afin de réduire les frottements et de limiter le contact entre les deux surfaces. Ici en l'occurrence, le lubrifiant sera la poudre. La poudre est composée de petites particules dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres. Ces particules sont solides, molles, capables

d'adhérer aux parois et s'écoulent comme un fluide. Les poudres sont utilisées comme lubrifiants pour des environnements extrêmes (température et/ou charges élevées) où un lubrifiant conventionnel (huile, graisse) ne peut pas assurer ses fonctions **Erreur! Source du renvoi introuvable.**.

Le comportement d'une poudre est difficile à décrire puisqu'elle n'est ni solide à proprement parler (elle peut s'écouler comme un fluide et compressible) ni un fluide (elle peut se déformer comme un solide sous de faible charges). De plus, l'écoulement d'une poudre dépend de nombreux paramètres tels que la taille des particules, la porosité et les interactions entre particules. Sur la Figure 31, on peut voir les paramètres et propriétés qui régissent le comportement de la poudre Erreur! Source du renvoi i ntrouvable..

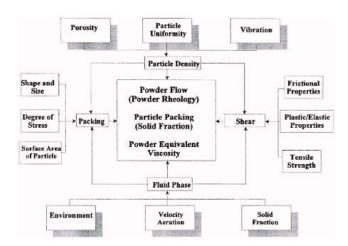


Figure 31 : Paramètres caractéristiques d'une poudre Erreur ! Source du renvoi introuvable.

Par exemple, on trouve dans la littérature, une relation qualitative entre la vitesse d'usure et la taille des particules **Erreur! Source du renvoi introuvable.** Il est montré que lorsque les particules sont de g rande taille (supérieures à 20  $\mu$ m) le comportement de la poudre est assimilable à celui d'un solide élastique. Pour ce cas, la vitesse d'usure augmente avec la taille des particules (usure abrasive). Lorsque ces dernières sont petites, inférieures à 5  $\mu$ m, la poudre tend à former un agrégat et se comporte comme un solide rigide ce qui se traduit par une usure forte (usure adhésive). Entre ces deux limites, la vitesse d'usure est faible et la poudre peut être considérée comme un lubrifiant **Erreur! S ource du renvoi introuvable.** 

En somme, la modélisation théorique du comportement de la poudre est très complexe à cause de ses multiples caractéristiques.

Toutefois, une autre approche est adoptée pour modéliser le comportement de la poudre. Elle consiste à combiner l'équation de conservation de la masse, la quantité de mouvement et de l'énergie. Le but est d'établir une équation constitutive pour la poudre. Cette équation relie le vitesse cisaillement à la contrainte de cisaillement. Dans la littérature consacrée à la lubrification Erreur! Source du renvoi i ntrouvable., on trouve deux modèles constitutifs pour la poudre cohésive. Le premier est dû à Chen et al. Erreur! Source du renvoi introuvable. et le second est dû à Heshmat Erreur! Source du renvoi introuvable.

Chen et al. **Erreur! Source du renvoi introuvable.** ont mené des expériences sur un rhéomètre. Ils ont p roposé une relation de degré deux entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement avec des coefficients empiriques :

$$\frac{\tau_{xr}}{\sigma_0} = a_0 + b_0 \left(\frac{du}{dr}\right) + c_0 \left(\frac{du}{dr}\right)^2 \tag{1}$$

Où  $\sigma_0$  est la contrainte de compression utilisé pour compacter la poudre. Le coefficient  $a_0$  est la tangente de l'angle de friction interne entre particule. Il est déterminé à partir du gradient de pression. Les coefficients  $\sigma_0 b_0$  et  $c_0 \sigma_0$  représentent respectivement la viscosité et un coefficient de correction. Les valeurs de b0 et c0 sont trouvées à partir de la corrélation entre les résultats expérimentaux et la courbe de tendance pour un a0 fixé **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** 

Heshmat **Erreur! Source du renvoi introuvable.** a proposé un modèle empirique similaire, avec 4 p aramètres. Il s'agit d'une relation polynomiale de degré 5 entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial u}{\partial y} = \phi(\tau) \tag{2}$$

$$\phi(\tau) = sign(\tau) \begin{cases} 0 & , si |\tau| \le \tau_y \\ \psi(|\tau - \tau_y|), si \tau_y < |\tau| \le \tau_L \end{cases}$$
 3a)

$$avec \ \psi(\tau) = \frac{\tau}{\mu_0} + \alpha \tau^3 + \beta \tau^5$$
 (3b)

Avec  $\mu_0$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\tau_y$  et  $\tau_L$  des paramètres matériaux à déterminer par des expériences spécifiques. Les paramètres  $\tau_y$  et  $\tau_L$  sont respectivement la contrainte de cisaillement seuil et limite. Le premier paramètre est la contrainte à appliquer afin de créer un taux de déformation dans la poudre. Le dernier est la contrainte limite. La poudre ne peut pas supporter une contrainte de cisaillement supérieur à cette valeur **Erreur! Source du renvoi introuvable.** Les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  sont des constantes matériaux. Pour le carbone graphité, on ne trouve pas d'informations dans la littérature scientifique sur ces paramètres.  $\mu_0$  est la viscosité dynamique de la poudre.

Au final, ces modèles sont complexes à cause du grand de paramètre à identifier. Cependant, dans la littérature, la poudre est souvent assimilée à un matériau viscoplastique, tel que la graisse ou la confiture Erreur! Source du renvoi introuvable.. Le modèle de Bingham, présenté par l'équation (4), e st un modèle simplifié utilisé pour décrire la graisse Erreur! Source du renvoi introuvable.. Il est aussi le modèle choisi pour modéliser le comportement de la poudre du carbone graphité:

$$\tau = \begin{cases} 0 & si |\tau| \le \tau_0 \\ \pm \tau_0 - \mu_0 \left(\frac{\partial u}{\partial y}\right) & si |\tau| \ge \tau_0 \end{cases}$$
 (4)

Avec  $\tau_0$  et  $\mu_0$  sont respectivement la contrainte seuil et la viscosité dynamique de la poudre. Cependant, il n'y a pas une méthode standard ou un protocole expérimental pour identifier les paramètres du modèle de Bingham. En effet, dans la littérature, les chercheurs font des essais puis identifient les paramètres matériaux. Ces derniers sont reliés aux paramètres d'essai à partir des équations et conditions limites. Les essais peuvent être soit un écoulement entre deux surfaces parallèles, dans un tube ou un écoulement entre deux cylindres coaxiaux **Erreur! Source du renvoi i ntrouvable.** 

Par ailleurs, les rhéomètres peuvent servir pour identifier les paramètres de la poudre, spécialement les rhéomètres rotatifs. Le principe d'un rhéomètre rotatif est de cisailler un fluide entre deux surfaces

séparer par une distance, appelée entrefer ou gap. Les deux surfaces sont en mouvement l'une par rapport à l'autre

Toutefois, il est difficile d'obtenir de la poudre graphitée par usure car sa quantité est très faible, des microgrammes. De plus, il est difficile d'en usiner à cause des tailles micrométriques des particules. Il a fallu donc adapter le rhéomètre pour les essais. L'adaptation du rhéomètre est présentée dans la Figure 33. L'essai va consister à faire frotter directement le disque en rotation, contre un anneau en carbone graphité, qui constitue l'échantillon. La goupille de centrage va assurer la même position de l'anneau après montage et démontage. Grâce à la précision du rhéomètre et la valeur très faibles des couples à imposés (10-9 Nm), on espère détecter les faibles vitesses de cisaillement. On pourra ainsi accéder à la valeur de la contrainte seuil puis déterminer la viscosité dynamique pour différentes valeurs de contrainte de cisaillement.

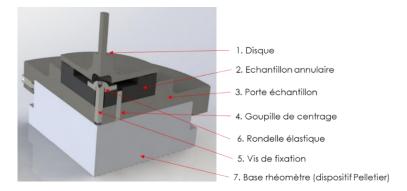


Figure 32 : Adaptation du rhéomètre avec l'échantillon

#### 2. La modélisation numérique du contact pion sur disque

Cette partie est destinée à modéliser les essais pion sur disques effectués au CETIM. L'objectif de ces essais était de déterminer le coefficient de frottement et étudier l'usure du carbone graphité. Un programme de calcul est en cours de développement. Il permet de simuler la déformation élastique des JRS en contact avec le rotor. Grâce à cette simulation, on détermine le champ de contrainte. La Figure 33 présente la modélisation du contact pion sur disque. En effet, le pion est soit parallélépipédique soit cubique et le contact avec le disque est modélisé par un appui plan. Le choix de modéliser le rotor par un appui plan vient du fait que l'acier a une dureté et un module d'élasticité largement supérieurs à ceux du carbone graphité. De ce fait, dans le contact JRS-rotor, seul le JRS se déforme. Ce choix réduit aussi l'effort de simulation de façon significative.

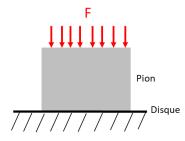


Figure 33 : Modélisation du contact pion/disque

Méthode des éléments de frontière ou Boundary Element Method (BEM) est la méthode choisie pour résoudre les équations d'élasticités. Cette méthode consiste à approximer les solutions d'un problème par des fonctions solutions **Erreur! Source du renvoi introuvable.**. Ces fonctions sont des solutions f

ondamentales des équations d'élasticités et elles satisfont les équations à l'intérieur du domaine d'analyse. Etant donné qu'elles sont valables en dans tout le domaine, il faut qu'elles vérifient aussi les conditions aux limites du problème. La méthode des éléments de frontières va renforcer la vérification des conditions aux limites par la solution numérique. Au lieu de vérifier les solutions partout sur la frontière, on se limite qu'à certains points, appelés points de collocations **Erreur! Source du renvoi i ntrouvable.** 

Le programme de simulation a été développé à partir de l'ouvrage Erreur! Source du renvoi i ntrouvable. et son programme. Ce programme était capable de simuler la déformation élastique d'un solide avec l'hypothèse des petites déformations. Il a fallu enrichi le programme pour prendre en compte le contact. La méthode pour traiter le contact s'est inspirée d'une méthode trouvée dans un article Erreur! Source du renvoi introuvable. Cet article traite le contact unilatéral pour des éléments d e frontière. Après développement du programme, celui-ci a été testé, en faisant une comparaison entre les résultats du programme et ceux de l'article Erreur! Source du renvoi introuvable. Sur Figure 34a, les deux images sont issues de l'article, elles représentent respectivement la structure avec ses conditions et sa déformation après simulation. L'image de la Figure 34b, c'est la déformation de la structure obtenue après simulation. On constate les mêmes déformations avec un décollement d'une partie de la surface de contact. La comparaison entre les résultats obtenus et ceux de l'article a permis de valider le programme développé.

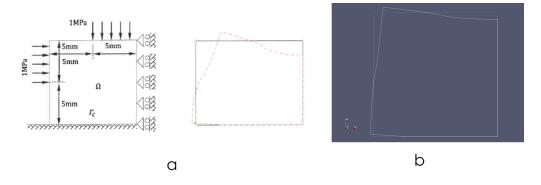


Figure 34 : a-Structure avec ses conditions limite et sa déformation [10] ; b-Déformation obtenue par nos calculs

Les premières simulations ont concerné les pions 2D tandis que la seconde les pions 3D. Une analyse de la sensibilité des résultats aux maillages a été menée et ainsi qu'une étude de convergence. L'analyse consistait à faire varier le nombre d'éléments afin de voir son impact sur l'évolution des résultats. Les résultats se stabilisent après une certaine valeur du nombre d'éléments.

Après l'étude de convergence, les profils de pression de contact ont été tracés à partir des premières simulations. La Figure 35 montre le pion avant simulation (en pointillé) et le pion déformé (trait continu). Les conditions aux limites sont un déplacement vertical sur la surface supérieure et un appui simple sur la surface inférieure. La figure de gauche montre le cas du contact sans frottement et celle de droite, le cas avec frottement. Le frottement est ajouté afin de simuler l'effet de la vitesse du rotor ou du disque.

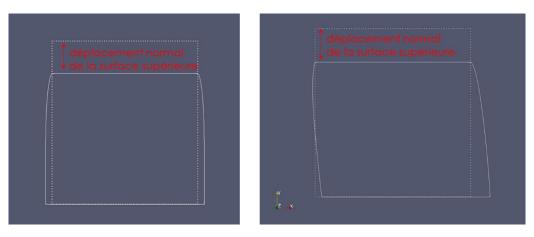


Figure 35 : Déformation du pion après simulation, sans frottement (gauche) ; avec frottement (droite)

Dans le cas du contact sans frottement, la pression de contact est quasiment constante contrairement au cas avec frottement. Les valeurs extrêmes sont situées aux bords du contact. La Figure 36 illustre les profils de pression de contact pour le cas avec frottement (Syy\_avec\_cf) et le cas sans frottement (Syy\_sans\_cf).

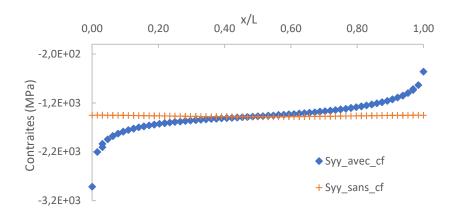


Figure 36 : Comparaison des pressions de contact avec et sans frottement

La *Figure 37* montre le pion 3D avec un déplacement imposé sur sa face supérieure et le pion déformé. La coloration indique le champ de déplacement.

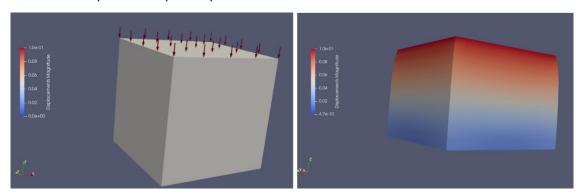


Figure 37 : Pion 3D avant simulation (droite) et après simulation (gauche)

Sur la Figure 38 à droite, on peut observer la déformation du pion.

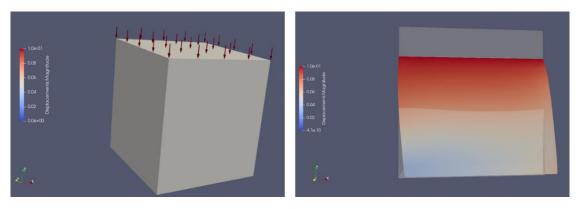


Figure 38 : Pion 3D avant simulation (droite) et après simulation (gauche) avec frottement

#### **Exploitation et valorisation**

Le CETIM, en tant que partenaire de R&D, aux côtés des grands acteurs spécialisés, a pour mission de transférer le meilleur du savoir-faire scientifique et technique en potentiel économique pour l'industrie et de présenter une offre globale et pluridisciplinaire pour transformer et pour mettre en œuvre les connaissances scientifiques en applications au service de l'industrie. Le CETIM se positionne aussi à l'issue de ces travaux sur l'exploitation des résultats obtenus pour développer des bancs d'essais élémentaires déployables sur les technologies de TRL plus élevés permettant la caractérisation industrielle de systèmes d'étanchéités pour les fabricants et utilisateurs de machines tournantes et les fabricants de produits d'étanchéité. Les bancs développés pourront être adaptés et exploités dans le cadre de prestations de service d'essais de caractérisation de systèmes d'étanchéité. Par ailleurs le CETIM mènera des travaux d'appropriation et d'adaptation des modèles théoriques afin de les appliquer aux cas concrets qui lui sont soumis par les industriels dans le cadre de développement de produits, d'intégration dans des ensembles mécaniques complexes ou du suivi en exploitation. L'ensemble des modèles et outils développés dans le cadre de cette thèse seront ainsi déployés sur d'autres technologies de systèmes d'étanchéité de l'industrie mécanique et de ses clients.

# Publications / références

- [1] MARIOT, A., 2015, "Analyse théorique et expérimentale des joints d'étanchéité à bague flottante et des joints rainurés segmentés," Université de Poitiers.
- [2] DAHITE, S., 2020, "Etude sur le fonctionnement du joint radial segmenté pour une application turbomachine," Université de Poitiers.
- [3] FOURT, E., 2021, "Etude de joints radiaux en carbone graphite avec application aéronautique," Université de Poitiers.
- [4] Wornyoh, E. Y. A., and Jasti, V. K., "A Review of Dry Particulate Lubrication: Powder and Granular Materials," J. Tribol., p. 12.
- [5] Heshmat, H., 2010, *Tribology of Interface Layers*, CRC press, Boca Raton (Fla.).
- [6] Chen, D., Klausner, J. F., and Mei, R., 2002, "A Fluid Mechanics Approach to Describing the Behavior of Pneumatically Conveyed Powder Plugs," Powder Technol., **124**(1–2), pp. 127–137.

- [7] Heshmat, H., 1995, "The Quasi-Hydrodynamic Mechanism of Powder Lubrication—Part III: On Theory and Rheology of Triboparticulates," Tribol. Trans., **38**(2), pp. 269–276.
- [8] Bird, R. B., Dai, G. C., and Yarusso, B. J., 1983, "The Rheology and Flow of Viscoplastic Materials," Rev. Chem. Eng., 1(1), pp. 1–70.
- [9] Beer, G., Smith, I., and Duenser, C., 2008, *The Boundary Element Method with Programming*, Germany.
- [10] Chen, B., Zhang, L., and Shu, K., 2021, "The Singular Boundary Method for Unilateral Contact Problems," J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng., p. 8.

# Etude de la sensibilité à la corrosion sous contrainte de joints soudés en aciers inoxydables

Laura DE LIMA E SILVA<sup>a\*</sup>, Nadège DUCOMMUN<sup>b</sup>, Laurent JUBIN<sup>c</sup> Eric ANDRIEU<sup>d</sup>, Christine BLANC<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Doctorante, laboratoire CIRIMAT, INP Toulouse ENSIACET, Toulouse

<sup>b</sup>Responsable technique, pôle MMS, CETIM, Nantes

<sup>c</sup>Responsable technique, pôle IDA, CETIM, Nantes

<sup>d</sup>Directeurs de thèse, laboratoire CIRIMAT, INP Toulouse ENSIACET, Toulouse

## **Objectif**

La corrosion sous contrainte (CSC) est la deuxième forme de corrosion qui affecte le plus les joints soudés des aciers inoxydables. Elle pénalise gravement le fonctionnement d'équipements industriels dans divers secteurs d'activité : énergie, transport, industrie chimique. Dans environ 80% des cas, l'endommagement se localise dans des joints soudés en acier inoxydable austénitique X2CrNi18-9 et X2CrNiMo17-12-2. La résolution des problèmes rencontrés en service est loin d'être triviale car la sensibilité à la CSC des joints soudés dépend de multiples variables liées au matériau et à son histoire de fabrication, au procédé de soudage, à l'environnement physico-chimique de la pièce, à la température et aux conditions de sollicitation mécanique. La thèse a deux objectifs. Le premier est d'étudier la sensibilité à la CSC de joints soudés en aciers inoxydables afin d'identifier les paramètres du premier ordre. Le second objectif est de proposer un test ou une série de tests discriminants permettant de classer les joints soudés en fonction de leur sensibilité à la CSC.

#### Résumé

La première partie de la thèse a consisté en la caractérisation des métaux de base, au nombre de trois. Les propriétés mécaniques de chacun d'entre eux ont été évaluées sur la base d'essais classiques de traction et de microdureté. Ces derniers essais ont notamment permis d'investiguer la variation des propriétés dans l'épaisseur de chaque tôle. La microstructure des métaux de base a été également analysée : l'objectif a été d'identifier les phases présentes et notamment d'analyser les inclusions et les précipités, et de déterminer la taille des grains. La composition chimique de chaque matériau a été déterminée pour calculer les Cr et Ni équivalents. Le même protocole de caractérisation est en cours sur les joints soudés. Les essais électrochimiques visant à analyser le comportement en corrosion des aciers de base et des joints soudés, et la première phase des essais de CSC sont aussi en cours.

#### Méthodes et résultats

Le CETIM est, depuis de nombreuses années, très sollicité par divers partenaires du secteur des industries mécaniques pour des dommages de CSC affectant des joints soudés en aciers inoxydables (Fig. 1). Cette forme de corrosion concerne différents secteurs et équipements industriels tels que des échangeurs, des ballons d'eau chaude, des équipements pour l'agro-alimentaire. Dans environ 50% des cas, les dommages ont été trouvés dans des joints soudés en acier austénitique X2CrNi18-9 (304L) et, dans environ 30% des cas, en acier austénitique X2CrNiMo17-12-2 (316L). L'équipement concerné avait parfois été utilisé pendant moins d'un an avant que la CSC ne se déclenche. Compte-tenu de tout cela, le CETIM a souhaité initier une thèse en collaboration avec le CIRIMAT sur la problématique de la sensibilité à la CSC des joints soudés en aciers inoxydables [1].

Adresse email: <u>laura.delimaesilva@cetim.fr</u> / <u>laura.delimaesilva@toulouse-inp.fr</u>

<sup>\*</sup>Auteur correspondant

# Corrosion sur les aciers inoxydables

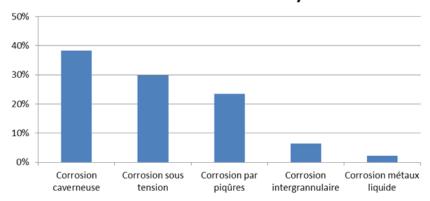


Figure. 39 : Formes de corrosion rencontrées sur les assemblages soudés.

Cette forme de corrosion dépend de nombreux paramètres. Les premières variables sont relatives au type de matériau utilisé dans les soudures. Dans le cadre de ce projet, il s'agit d'aciers inoxydables. Ce sont des aciers alliés basés sur les systèmes fer-chrome, fer-chrome-carbone et fer-chrome-nickel. Ils présentent une grande résistance à la corrosion généralisée car le chrome, présent en grande quantité, est capable de produire une couche d'oxyde protectrice, fine et adhérente. Pour cette raison, ces aciers sont utilisés dans une gamme variée d'applications telles que la production d'électricité, le traitement chimique, les équipements domestiques, l'automobile, les équipements industriels... Il existe plusieurs types d'aciers inoxydables qui diffèrent principalement par leur composition chimique, leur microstructure avec, en particulier, la nature des phases présentes. Il est courant d'utiliser des valeurs de chrome et de nickel équivalentes pour essayer de prédire la microstructure résultante à l'aide de diagrammes préexistants tels que le WRC-1992 (Fig. 2) [2].

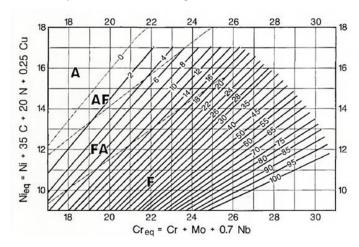


Figure. 40: Diagramme WRC-1992.

Dans le cadre de la thèse, les matériaux étudiés sont les aciers inoxydables austénitiques X2CrNi18-9 (304L) et X2CrNiMo17-12-2 (316L), et l'acier duplex austéno-ferritique X2CrNiMoN22-5-3 (2205). Ainsi, il y a trois variables qui sont fonction du type de matériau. On citera la composition chimique, la nature et la distribution des phases majoritaires mais aussi la présence de phases secondaires. La microstructure des aciers influencera très significativement leurs propriétés, que l'on considère leur tenue en corrosion ou leurs propriétés mécaniques. Par exemple, les teneurs en chrome, nickel, molybdène et azote différentes selon l'acier considéré conduisent à des propriétés différentes de la couche passive formée sur l'acier. Cette couche passive va aussi être très fortement influencée par la nature et la distribution des phases ainsi que l'état de surface initial de la tôle. Enfin, comme il s'agit d'aciers avec des niveaux élevés d'éléments d'alliage, il est possible d'observer des phases secondaires

telles que la phase sigma, la phase chi et des carbures de chrome qui peuvent avoir un effet néfaste vis-à-vis de la tenue à la corrosion des aciers [3]–[6].

Pour ce qui concerne la tenue à la CSC des joints soudés de ces aciers, il existe également des variables liées au procédé de soudage qui, dans ce travail, est le procédé TIG (Tungsten Inert Gas). Celui-ci se caractérise par la formation d'un arc électrique entre le matériau et l'électrode de tungstène qui est protégée par un gaz inerte. Pour cette raison, il est utilisé en particulier pour les aciers inoxydables, les alliages d'aluminium, de magnésium, le cuivre et d'autres matériaux réactifs. Ses avantages sont une qualité de soudure élevée, une déformation faible à modérée et un contrôle de la chaleur. L'inconvénient est le faible taux de déposition. Les variables du procédé de soudage qui seront étudiées dans la thèse sont l'énergie de soudage, fonction du courant et de la tension appliqués, et la nature du gaz de protection, qui peut être de l'argon pur ou un mélange entre argon, hélium et azote. Selon la manière dont le soudage sera conduit, on pourra observer des hétérogénéités dans les pièces en termes de précipitation, taille de grains et teneur en ferrite delta. Par ailleurs, au cours du procédé de soudage, une épaisse couche d'oxyde peut également se former dans les régions proches du cordon de soudure. Ce phénomène dépend de la protection gazeuse utilisée; cette couche d'oxyde, peu protectrice, peut ou non être éliminée par un décapage chimique ou un polissage mécanique. Enfin, des défauts, comme des fissures et des porosités de surface, peuvent être observés suite au soudage de même que des contraintes résiduelles [7].

Notons enfin que la CSC est un processus de détérioration local et discret sans perte ou gain significatif de masse qui se développe lorsque le matériau est soumis à un état de contrainte déterminée et à un milieu corrosif et se matérialise par l'amorçage et la propagation de fissures. Des processus de dissolution anodique mais aussi les interactions hydrogène/microstructure/plasticité doivent être considérés. Ainsi, la sensibilité à la CSC des joints soudés en aciers inoxydables dépend aussi des paramètres physico-chimiques du milieu et de l'état de contrainte. Pour ce qui concerne l'état de contrainte, il peut s'agir de contraintes résiduelles issues des conditions de fabrication du produit ou de la pièce ou de contraintes appliquées en cours d'utilisation. Par ailleurs, en raison de l'utilisation courante de structures mécano-soudées, les paramètres physico-chimiques devant être étudiés sont nombreux : il s'agit de la température, la concentration en ions chlorures et le pH [8].

Compte tenu de la complexité du sujet, la thèse a deux objectifs principaux. Tout d'abord, il s'agit d'étudier la sensibilité à la CSC des joints soudés en acier inoxydable dans des milieux contenant des ions chlorures en faisant varier le type de matériau, les paramètres physico-chimiques et les paramètres de soudage mentionnés précédemment. Cela permettra de déterminer quels sont les paramètres du premier ordre. Pour ce qui concerne le second objectif, il consiste à proposer un test ou une série de tests discriminants permettant de classer les joints soudés en fonction de leur sensibilité à la CSC.

Le planning expérimental de la thèse a été divisé en quatre étapes. La première étape, qui est actuellement en cours, concerne la caractérisation de la microstructure et l'évaluation des propriétés mécaniques des trois aciers retenus. Cette étape sera complétée par une analyse de la microstructure et des propriétés mécaniques des joints soudés de ces aciers. La deuxième étape est une étude à l'échelle macroscopique de la sensibilité à la CSC des aciers soudés et qui vise à identifier les variables du premier ordre pour l'endommagement. On étudiera en particulier l'influence de l'état de surface en travaillant avec des surface polies, décapées et brutes de soudage. Dans la troisième étape, il s'agira d'analyser les mécanismes de CSC à l'échelle de la microstructure des matériaux de façon à étudier en particulier l'influence des gradients de microstructure et de propriétés associés sur la sensibilité à la CSC. Enfin, avec l'ensemble des résultats obtenus, une quatrième étape consistera à développer des essais discriminants pour l'évaluation de la sensibilité à la CSC des joints soudés d'aciers inoxydables.

Pour ce qui concerne les résultats obtenus à ce jour, les essais de traction réalisés sur l'acier inoxydable austénitique 304L n'ont pas mis en évidence d'anisotropie significative. On note un module d'Young de 160 GPa, une limite d'élasticité de 325 MPa, une contrainte maximale à la rupture de 680 MPa et,

enfin, une déformation à rupture de 70% dans la direction longitudinale, parallèle à l'axe de laminage (direction choisie pour réaliser le soudage). Cependant, lorsque la dureté du matériau est mesurée sur l'épaisseur de la tôle, on observe une variation de la dureté (Figure. 41a). Cette variation de dureté peut être expliquée par la présence d'une zone de ségrégation à l'intérieur de la tôle qui présente une épaisseur d'environ 130  $\mu$ m (Figure. 41b) et qui, par l'analyse métallographique, semble correspondre à une zone de structure martensitique (Figure. 41c). En outre, le matériau présente globalement une structure austénitique avec des grains équiaxes d'une taille moyenne de 30  $\mu$ m. Il a été possible d'identifier la présence d'inclusions allongées dans le sens de laminage et de quelques précipités jaunes de forme rectangulaire qui semblent être des carbonitrures de titane (Figure. 41d). Les analyses effectuées avec la microsonde de Castaing ont montré que les chrome et nickel équivalents de la tôle ne présentaient pas de variations dans l'épaisseur.

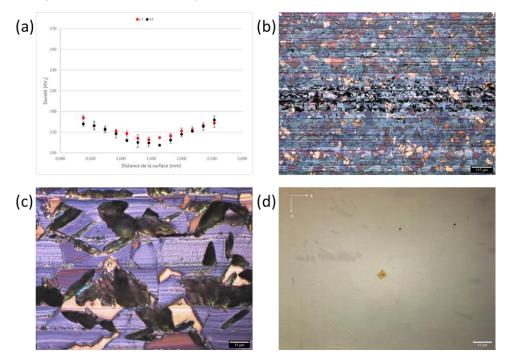


Figure. 41 : Caractérisation des propriétés mécaniques et de la microstructure du métal de base 304L.

Pour l'acier 316L qui est également un acier inoxydable austénitique, nous avons montré, comme pour l'acier 304L, l'absence d'anisotropie significative des propriétés mécaniques. Nous avons noté un module d'Young de 160 GPa, une limite d'élasticité de 300 MPa, une contrainte maximale à rupture de 650 MPa et, enfin, une déformation à rupture de 60% dans le sens longitudinal. Contrairement à l'acier 304L, aucune variation de dureté n'a été observée dans l'épaisseur de la tôle d'acier 316L (Figure. 42a) ; cependant, une zone de ségrégation d'environ 1200  $\mu$ m d'épaisseur perpendiculairement au plan de laminage a également été observée dans l'épaisseur de la tôle (Figure. 42b). Elle semble être formée par des grains allongés de ferrite delta (Figure. 42c). Le produit serait dans ce cas légèrement austéno-ferritique. L'acier 316L présente également une structure austénitique avec des grains de taille moyenne de 15  $\mu$ m. Seules des inclusions allongées dans le sens de laminage ont été observées (Figure. 42d). Comme l'acier 304L, aucune variation du chrome et du nickel équivalents n'a été observée dans l'épaisseur de la tôle.

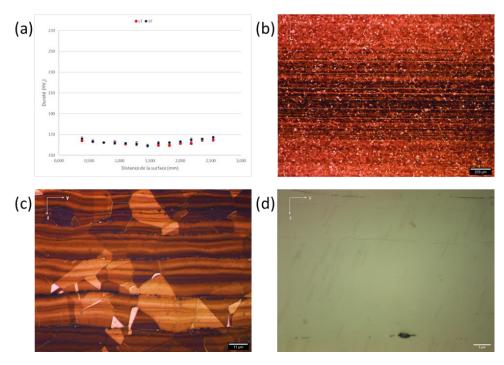


Figure. 42: Caractérisation des propriétés mécaniques et de la microstructure du métal de base 316L.

L'acier 2205 est un acier inoxydable duplex austéno-ferritique et, des trois matériaux de base, c'est celui qui a présenté la plus forte anisotropie de propriétés mécaniques. Dans le sens longitudinal, il présente les propriétés suivantes : un module d'Young de 200 GPa, une limite d'élasticité de 600 MPa, une contrainte maximale à rupture de 810 MPa et, enfin, une déformation à rupture de 35%. Aucune variation de dureté n'a été observée dans l'épaisseur de la tôle (Figure. 43a). L'acier présente une structure biphasée très texturée (Figure. 43b et 5c) dans toute son épaisseur et un pourcentage de ferrite égal à environ 50%. Seules des inclusions allongées dans le sens du laminage ont été observées (Figure. 43d). Enfin, les tests effectués avec la microsonde de Castaing ont montré des valeurs différentes de chrome et nickel équivalents pour chaque phase, comme prévu.

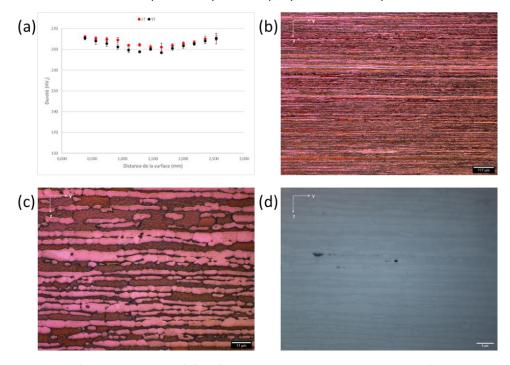


Figure. 43: Caractérisation des propriétés mécaniques et de la microstructure du métal de base 2205.

La caractérisation des métaux soudés, les essais électrochimiques sur les métaux de base et les tôles soudées, ainsi que l'étude paramétrique de la sensibilité à la CSC des joints soudés sont en cours de réalisation.

### **Exploitation et valorisation**

Les objectifs de la thèse sont :

- De renforcer les connaissances sur les domaines de sensibilité à la corrosion sous contrainte des assemblages soudés de différentes familles d'acier inoxydable
- De disposer d'un moyen d'essai permettant un meilleur accompagnement des industriels dans le choix des matériaux et des paramètres de soudage en fonction de leur application

Il est prévu de valoriser à court terme les travaux déjà réalisés par des communications orales dans deux congrès internationaux en 2023 : Eurocorr 2023 et 244th ECS Meeting 2023.

### Publications / références

Références d'articles utilisés

- [1] D. Le Bras and L. Jubin, "Assemblage par soudage ou brasage Principaux cas de ruine," 2013.
- [2] D. J. Kotecki and T. a. Siewert, "WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals: A Modification of the WRC-1988 Diagram," AWS Annu. Meet., pp. 171–178, 1992, [Online]. Available: http://www.aws.org/wj/supplement/WJ\_1992\_05\_s171.pdf.
- [3] F. M. F. Serafim *et al.*, "Stress corrosion cracking behavior of selected stainless steels in saturated potash brine solution at different temperatures," *Corros. Sci.*, vol. 178, no. October 2020, p. 109025, 2021, doi: 10.1016/j.corsci.2020.109025.
- [4] R. Nishimura and Y. Maeda, "SCC evaluation of type 304 and 316 austenitic stainless steels in acidic chloride solutions using the slow strain rate technique," *Corros. Sci.*, vol. 46, no. 3, pp. 769–785, 2004, doi: 10.1016/j.corsci.2003.08.001.
- [5] C. García, F. Martín, P. De Tiedra, S. Alonso, and M. L. Aparicio, "Stress corrosion cracking behavior of cold-worked and sensitized type 304 stainless steel using the slow strain rate test," *Corrosion*, vol. 58, no. 10, pp. 849–857, 2002, doi: 10.5006/1.3287668.
- [6] J. Johansson and M. Odén, "Load sharing between austenite and ferrite in a duplex stainless steel during cyclic loading," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 31, no. 6, pp. 1557–1570, 2000, doi: 10.1007/s11661-000-0166-3.
- [7] ASM, ASM Handbook Volume 6 Welding brazing and soldering, vol. 6. 1993.
- [8] E. McCafferty, *Introduction to corrosion science*. Alexandria: Springer Science & Business Media, 2010.

# Contrôles et Mesures

# Modélisation d'une chaine de mesure incluant un tomographe pour estimer les incertitudes de mesure dimensionnelle sur des pièces issues de fabrication additive

Malik ENNIAFA
Valérie Kaftandjian (LVA)
Anne-Françoise Obaton (LNE)
Sébastien Brzuchacz (Cetim MCO)
EME & MCO

# **Objectif**

L'objectif de cette thèse est de modéliser la chaîne de mesure complète d'un tomographe à rayons X industriel afin d'identifier les paramètres les plus influents sur les mesures dimensionnelles réalisées sur les pièces de fabrication additive et d'estimer les incertitudes de mesure associées.

#### Résumé

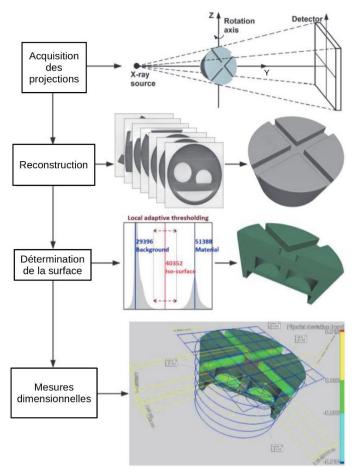
La tomographie, initialement développée pour le domaine médical, est de plus en plus plébiscitée par le secteur industriel pour réaliser des mesures tridimensionnelles aussi bien sur l'extérieur que l'intérieur des pièces. À ce titre, elle semble le moyen de mesures dimensionnelles idéal pour la fabrication additive. Dès lors se pose la question de l'incertitude des mesures associées et des limitations. Le premier objectif de la thèse est de modéliser la chaine complète de mesure par tomographie afin d'en maîtriser tous les aspects, en incluant en particulier la phase de segmentation des images (ou du volume) reconstruites par tomographie à partir desquelles les mesures dimensionnelles sont effectuées. Cette modélisation permettra d'identifier les facteurs les plus influents sur les mesures dimensionnelles, à travers une vaste étude paramétrique. Les résultats de cette étude seront ensuite mis en œuvre dans le calcul des incertitudes de mesure sur un équipement réel qui s'appuiera sur les méthodes habituellement utilisées pour les machines à mesurer tridimensionnelles. Un guide des bonnes pratiques sera finalement proposé, en incluant une méthode pour évaluer les incertitudes sur un tomographe.

#### Méthodes et résultats

La première phase de la thèse a consisté à réaliser un état de l'art sur la tomographie et une étude bibliographique sur les différentes méthodes d'évaluation des incertitudes déjà mises en œuvre sur le moyen, incluant les études paramétriques réalisées sur le sujet.

Une mesure par tomographie à rayons X comporte quatre grandes étapes [Her18] :

- 1. La phase d'acquisition qui consiste à réaliser un certain nombre de radiographies de la pièce à mesurer sur 360°, appelées projections
- 2. La phase de reconstruction qui consiste à inverser les projections enregistrées à l'aide d'un algorithme mathématique [FDK84] pour reconstruire des images en coupe de l'objet
- 3. La phase de détermination des frontières de l'objet (ou surface) sur les images reconstruites, consistant à séparer l'air et le matériau de l'objet scanné de manière la plus fine possible
- 4. La phase de mesure d'une caractéristique dimensionnelle de l'objet scanné qui consiste à sélectionner des points à la surface de l'objet préalablement établie (partitionnement) et évaluer la grandeur recherchée à l'aide des méthodes et outils mathématiques habituellement utilisées en métrologie.



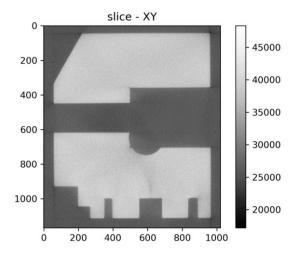
Quelques études sur l'influence d'un ou plusieurs paramètres existent, dont les plus récentes emploient la simulation. Parmi elles, une étude multi-paramètres [BD22] s'intéresse à l'influence de la taille de la source, mais des ambiguïtés sur l'influence de son spectre polychromatique perturbent les interprétations, raison pour laquelle ces études seront également réalisées pendant cette thèse. D'autres études s'intéressent à l'influence des défauts de position et d'orientation du détecteur ou du plateau rotatif sur des mesurandes [Reu+22]. Ces études ne discutent pas des possibles artefacts causés sur le volume qui peuvent fausser la détermination de la surface de façon locale ou dans certaines directions privilégiées. Cet aspect sera également étudié, en s'intéressant plus précisément aux conséquences sur l'étape de segmentation.

Il existe quatre méthodes différentes pour estimer les incertitudes de mesures :

- La méthode par modélisation analytique, consistant en une propagation de variance de différents paramètres dans un modèle analytique (décrit dans le guide des incertitudes de mesures abrégé GUM [BIP08a], puis dans l'ISO/TS 14253-2). La forme de l'incertitude résultante sera un intervalle de confiance que l'on peut ensuite élargir à 95%.
- La méthode empirique qui a recours à des étalons ou pièces de référence (introduit dans l'ISO 15530-3). La forme de l'incertitude résultante sera un intervalle de confiance que l'on peut ensuite élargir à 95%.
- La méthode par simulations statistiques, consistant en la propagation de densités de probabilité de différents paramètres dans un modèle (décrit dans le supplément au GUM [BIP08b], et les normes VDI/VDE 2617-7 et ISO/TS 15530-4). La forme de l'incertitude résultante sera une densité de probabilités sur laquelle il est possible de choisir un intervalle de confiance à 95%.
- La méthode combinant les méthodes précédentes.

La méthode la plus adaptée pour la tomographie à rayons X est la méthode empirique qui est très répandue pour d'autres machines à mesurer tridimensionnelles comme les MMT tactiles [VTS20]. La méthode analytique implique d'avoir une expression analytique du mesurande, ce qui parait très compliqué et qui est impossible à mettre en pratique tant le mesurande peut être variable. La méthode par simulation ne nécessite pas de poser l'expression du mesurande, mais nécessite une série conséquente de simulations à réaliser afin d'estimer l'influence de chaque paramètre sur la mesure. Outre la nécessité d'une similitude forte entre la simulation et la réalité (pas seulement en termes d'évolution de l'influence d'un paramètre, mais de quantification de son influence), le temps de calcul est bien trop long pour être praticable en industrie. Dans les deux cas, ces méthodes requièrent une connaissance des incertitudes des paramètres d'entrée, ce qui s'annonce compliqué là encore. Des utilisateurs de tomographie réalisant des mesures dimensionnelles ont été sondés à 2 reprises (2014 [Mül+13], 2017 [SDC17]). Le sondage montre que la méthode empirique est la plus utilisée, après celle consistant à utiliser les données constructeur. Dans les articles, les spécialistes du domaine recourent largement à l'iso 15530-3 qui est une méthode empirique (méthode de substitution par pièce de référence).

La modélisation de la chaine tomographique s'appuiera en grande partie sur les simulateurs du commerce déjà existant, en particulier pour la partie acquisition et reconstruction. Pour l'étape de mesurage, on utilisera également un logiciel du commerce dont certaines méthodes de calcul sont certifiées, ceci afin d'éviter tout biais ou erreur de mesure lors de comparaisons avec un moyen de mesure plus résolus, comme une MMT tactile par exemple. La détermination des frontières de l'objet dans le volume reconstruit fera en revanche l'objet d'une étude spécifique et d'une implémentation propre, afin de garder la maîtrise de cette étape cruciale dans le processus de mesure. Ce développement constitue l'originalité de cette thèse car cette étape de segmentation du volume est habituellement passée sous silence lors des études sur les incertitudes de mesure, comme s'il n'existait qu'un seul algorithme universel pour la segmentation du volume numérique fournissant toujours le même résultat.



affecter tout le volume reconstruit.

Comme on peut le constater sur la coupe d'un volume reconstruit par tomographie contenant une pièce mono-matériau (ci-contre), les niveaux de gris ne se résument pas uniquement à deux valeurs pour décrire l'air et la pièce. Ces derniers sont généralement décrits par un ensemble de niveaux de gris qui se répartissent de part et d'autre d'un valeur moyenne propre à chaque matériau. Cet étalement est provoqué par du flou et du bruit sur l'image, et se par des assombrissements et éclaircissements de ces niveaux de gris. Ces erreurs d'imagerie sont couramment appelées « artéfacts » en tomographie. Ces artefacts peuvent être présents sur l'image de façon très locale ou au contraire

Les mesures métrologiques sont réalisées à partir de points, qui peuvent définir des segments et des faces planes finies, formant la surface d'un corps et encapsulant son volume. Pour réaliser les mesures de formes mathématiques, on utilise l'approximation de fonction (au sens de la théorie mathématique). Les données d'entrées sont aussi des points. L'algorithme usuel utilisé par défaut pour déterminer la frontière entre l'air et le matériau de la pièce scannée est celui des « Marching Cubes » [LC87]. Ce dernier calcule un seuil de niveau de gris représentant une valeur équidistante des deux populations (air et matériau) de l'histogramme des niveaux de gris du volume reconstruit et appelé iso-valeur. La segmentation des voxels par ce seuil permet de poser des faces triangulaires entre les

deux populations uniformes, formant ainsi la surface d'une pièce. Ensuite, la position des points définissant les triangles est ajustée selon les niveaux de gris locaux et le seuil global (ou iso-valeur). Les logiciels du commerce semblent implémenter des étapes supplémentaires lors de la segmentation ou de l'ajustement des positions, comme l'utilisation du gradient. Dans tous les cas, la surface sera impactée par les artefacts présents sur les images reconstruites.

Les premières études de cette thèse concernent l'influence de la géométrie du tomographe, en particulier des défauts de position et d'orientation du détecteur ou du plateau rotatif dans le référentiel de l'équipement. La manifestation de ces défauts prend deux formes : une distorsion du volume et une dégradation des niveaux de gris à la frontière air-pièce. Une plaque avec des billes (5x5) est utilisée pour évaluer ces effets, car elle permet de mesurer les erreurs sur les distances dans tout le volume cylindrique causées par les distorsions, mais aussi de constater la dégradation de l'interface des matériaux (air-pièce) dans tout le volume et selon toutes les directions.

Si les distorsions sont facilement estimées par l'utilisation des distances entre sphères, l'influence de la dégradation du bord est plus difficilement quantifiable tant elle dépend à la fois de la détermination de la surface (son fonctionnement et ses paramètres) que de la définition du mesurande (bien trop souvent négligé dans la bibliographie). C'est pourquoi des critères numériques sur le volume ou les fonctions de bords seront utilisés pour quantifier la « qualité du bord » ou plutôt sa dégradation. De nombreuses études portent sur l'utilisation de la MTF avec la méthodologie proposée par l'ASTM [E0720]. Cette méthodologie à quelques limitations dont celle de nécessiter une forme de révolution (ajustée au préalable) pour calculer la fonction de bord. Dans cette thèse, une méthodologie alternative n'ayant besoin que des points de la surface sera mise en œuvre et évaluée. D'autres critères de dispersion globale ou locale, et d'estimation du flou présent dans le volume, seront investigués et corrélés aux études paramétriques et à la mesure pour déterminer leur fiabilité. L'idéale serait de fournir des termes d'incertitudes à partir d'un volume de tomographie.

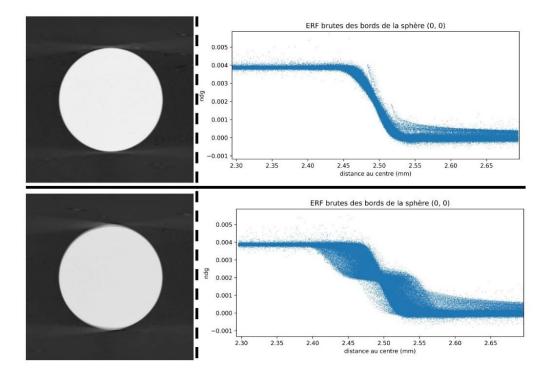


Figure 44 : Coupes XY du volume d'une bille située en haut à gauche de la plaque utilisée pour étudier les problèmes de géométrie d'un tomographe. A droite de chaque coupe est représentée sa fonction d'étalement du bord obtenue selon l'étape 7.1.1.4 de l'ASTM E1695-20. La ligne du haut résulte de la simulation d'un tomographe

à la géométrie parfaite. Sur la ligne du bas, la même simulation a été réalisée avec un détecteur incliné selon l'axe x

À partir de cette base de données de scans tomographiques, les surfaces seront extraites afin de réaliser des mesures dimensionnelles. L'étude paramétrique s'articulera davantage autour des paramètres de la phase de détermination de la surface qui sont moins souvent étudiés dans la littérature. En ce sens, une détermination de la surface a été développé et implémentée en Python, ce qui permettra d'en faire varier les paramètres. Comme expliqué plus haut, les mesures et les définitions de mesurandes seront réalisées avec un logiciel de métrologie certifié. L'étape de partitionnement qui consiste à sélectionner les points utilisés pour la mesure, sera réalisée par ce même logiciel de mesure, mais également par l'algorithme de détermination de surface développé pour cette thèse. Ce dernier peut en effet sélectionner des points selon leurs niveaux de gris en tenant compte de la qualité locale de l'image. L'avantage de cette approche est qu'elle permet de ne pas exclure les défauts de forme dans la sélection des points. Les premiers résultats obtenus sur le scan d'une pièce dont nous disposons d'une mesure de référence par MMT tactile font état d'une réduction de l'écart entre mesure par tomographie et cette mesure de référence en utilisant ce filtrage.

Mesure sur cylindre par ajustement aux moindres carrés					
	Non triés		Triés selon pente		
Méthode	Diamètre (mm)	Écart absolu (µm)	Diamètre (mm)	Écart absolu (μm)	
Marching Cube avec isovaleur 50 % (maximums)	15,304	71	15,271	38	
Marching Cube avec isovaleur 50 % (aires)	15,301	68	15,270	37	
Marching Cube avec isovaleur = Otsu	15,302	69	15,270	37	

Figure 45 : Comparaison du diamètre mesuré au sens des moindres carrés en utilisant une détermination de surface basée sur les Marching Cubes avec 3 différentes manières de déterminer l'iso-valeur (engendrant donc 3 seuils légèrement différents). Le filtrage des points selon la pente de leur fonction de bord associée permet de réduire l'écart à la valeur de référence. Un mauvais seuillage intervient comme un biais de mesure, tout comme le bruit et les artefacts sur les images reconstruites.

Pour l'évaluation des incertitudes, la méthode de substitution sera utilisée. La modélisation complète de la chaine de mesure tomographique permettra d'estimer les influences de chaque paramètre sur la mesure finale, mais également d'étudier la possible utilisation de critères numériques pour guider l'opérateur et idéalement proposer des termes supplémentaires pour estimer au mieux l'incertitude sur son équipement.

Actuellement, la finalisation et la présentation des résultats de l'étude paramétrique des défauts de position et d'orientation du détecteur est en cours, ainsi qu'une étude sur l'influence des paramètres de la détermination de la surface. Cette dernière doit permettre de valider l'algorithme finalement adopté pour le reste des travaux. En 2023, des simulations vont débuter afin d'investiguer l'influence de la taille de foyer émissif du tube à rayons X, ainsi que de son spectre polychromatique.

# Exploitation et valorisation (5 lignes) à réaliser en concertation avec le responsable thèse Cetim

Cette thèse fera l'objet de plusieurs publications, dont deux sont déjà prévues pour le congrès CIM et celui de la Cofrend, tous deux planifiés au premier semestre 2023. La thèse étant réalisée dans le cadre d'AFH, il est également prévu de publier un guide de bonnes pratiques pour la réalisation de mesures dimensionnelles en tomographie, incluant une méthode pour évaluer les incertitudes de mesure d'une machine. Enfin, les résultats seront mis en œuvre sur les tomographes du Cetim (MCO, EME et CSO) dont les mesures pourront enfin être assorties d'incertitude.

# Publications / références

- [BD22] Christian Baldo et Wim Dewulf. « Virtual CT test environment used to study the effect of individual influence factors ». In: (fév. 2022), p. 9.
- [BIP08a] BIPM JCGM. Évaluation des données de mesure Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure. 2008.
- [BIP08b] BIPM JCGM. Evaluation of measurement data Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" Propagation of distributions using a Monte Carlo method. 2008.
- [E0720] E07 Committee. Test Method for Measurement of Computed Tomography (CT) System Performance. ASTM E1695-20, juin 2020, p. 15. doi: 10.1520/E1695-20. url: http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E1695-20.
- [FDK84] L. A. Feldkamp, L. C. Davis et J. W. Kress. « Practical cone-beam algorithm ». In: JOSA A 1.6 (1er juin 1984). Publisher: Optical Society of America, p. 612-619. issn: 1520-8532. doi: 10.1364/JOSAA.1.000612. url: <a href="https://www.osapublishing.org/josaa/abstract.cfm?uri=josaa-1-6-612">https://www.osapublishing.org/josaa/abstract.cfm?uri=josaa-1-6-612</a>
- [Her18] Villarraga Gómez Herminso. « Studies of Dimensional Metrology with X-Ray Cat Scan ProQuest ». Thèse de doct. University of North Carolina, 2018. 670 p.
- [LC87] William E. Lorensen et Harvey E. Cline. « Marching cubes: A high resolution 3D surface construction algorithm ». In: ACM SIGGRAPH Computer Graphics 21.4 (1er août 1987), p. 163-169. issn: 0097-8930. doi: 10.1145/37402.37422. url: <a href="https://doi.org/10.1145/37402.37422">https://doi.org/10.1145/37402.37422</a>
- [Mül+13] Pavel Müller et al. « Coordinate Metrology by Traceable Computed Tomography ». Thèse de doct. Danmarks Tekniske Universitet, 2013. 181 p.
- [Reu+22] Tamara Reuter et al. « Influence of detector misalignments on different geometrical and dimensional measurands using a dedicated test specimen ». In : (fév. 2022), p. 7.
- [SDC17] Alessandro Stolfi, Leonardo De Chiffre et Lorenzo Carli. « Integrated Quality Control of Precision Assemblies using Computed Tomography ». Thèse de doct. Danmarks Tekniske Universitet, 2017. 213 p. url: <a href="https://orbit.dtu.dk/en/publications/integrated-quality-control-of-precisionassemblies-using-computed">https://orbit.dtu.dk/en/publications/integrated-quality-control-of-precisionassemblies-using-computed</a>.
- [VTS20] Herminso Villarraga-Gómez, Jeffery D. Thousand et Stuart T. Smith. « Empirical approaches to uncertainty analysis of X-ray computed tomographymeasurements: A review with examples ». In: Precision Engineering 64 (juill. 2020), p. 249-268. issn: 01416359. doi: 10.1016/j.precisioneng.2020.03.004. url:

# Analyse des donnés de structures soumises à chargement des tomographie RX et corrélation volumique : application à l'étude des matériaux composites

Samuel WANTZ<sup>a,b</sup>, Valéry VALLE<sup>a</sup>, Yannick PANNIER<sup>a</sup>, Romain BRAULT<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Institut Pprime, UPR 3346 CNRS – Université de Poitiers – ISAE-ENSMA, France

<sup>b</sup>CETIM Sud-Ouest, Pau, France

# Objectifs

L'innovation et l'évolution des procédés de fabrications conduit à l'émergence de matériaux de plus en plus complexes à caractériser, en particulier lorsqu'ils possèdent des propriétés anisotropes et/ou hétérogènes. Par conséquent, il est nécessaire de toujours progresser dans les méthodes d'analyses visant à maîtriser les paramètres clés de développement des nouveaux produits. Les récentes avancées de la recherche universitaire en corrélation d'images volumique permettent aujourd'hui de valoriser de manière innovante les données tomographiques au service de la compréhension du comportement mécanique des structures. Le principal objectif de ce travail doctoral est ainsi l'appropriation par le CETIM des méthodologies d'analyse en tomographie sous charge (in-situ et ex-situ). À ce titre, il est prévu d'intégrer de nouvelles méthodes de traitement en tomographie RX, et d'optimiser les couplages acquisition tomographique / corrélation volumique.

#### <u>Résumé</u>

La première partie du travail de thèse a consisté en l'établissement d'un état de l'art des différentes méthodes d'évaluation de l'incertitude liée à la corrélation volumique, notamment utilisée pour l'analyse des performances expérimentales. La méthode la plus répandue possède toutefois de nombreuses limitations, tel que la difficulté d'obtenir un nombre de points de mesure important et le temps d'acquisition tomographique nécessaire pour l'identification complète de l'incertitude. C'est pourquoi la deuxième partie du travail de thèse s'est concentrée sur le développement d'une nouvelle méthode de mesure de cette incertitude. Cette nouvelle approche, bien plus facile à mettre en œuvre que l'approche traditionnelle, permet d'augmenter considérablement le nombre de points de mesure en un nombre limité de tomographies, réduisant ainsi le temps d'acquisition nécessaire pour l'évaluation de la précision de mesure par corrélation.

# Méthodes et résultats

Les premiers développements de la corrélation volumique (DVC pour Digital Volume Correlation) datent des travaux de Bay en 1999 (Bay et al., 1999). La DVC rassemble les avantages de la corrélation d'images numériques 2D (CIN ou DIC pour Digital Image Correlation) dont elle est l'extension, ainsi que ceux de son association avec les méthodes d'acquisition de données volumiques permettant l'accès à une importante quantité d'informations, notamment à travers l'épaisseur de l'échantillon. Le principe est identique à la DIC : une discrétisation des volumes étudiés est effectuée pour construire une grille 3D, sur laquelle des déplacements entre un état initial et un état déformé sont recherchés. À partir des valeurs de niveaux de gris de chaque voxels (extension volumique du pixel) composant les différentes images volumiques disponibles, la corrélation est effectuée pour suivre la position des points de la grille au cours d'un essai pour en déduire les déplacements. Cette étape donne une précision correspondant à la taille du voxel, qui est la résolution spatiale de l'acquisition des volumes. Cette précision dites « grossière » est une approximation de la solution finale du champ de déplacements. Afin d'atteindre une précision supérieure, il est nécessaire de procéder à une interpolation des niveaux de gris des voxels du domaine de corrélation. Sur cette base, une précision très inférieure à la taille du voxel peut être atteinte, ce qui est indispensable pour étudier les phénomènes mécaniques où la

résolution des acquisitions est de l'ordre de grandeur des amplitudes des déplacements à étudier. Cette interpolation génère toutefois une erreur de mesure systématique, que l'on cherche à identifier.

La méthode utilisée classiquement pour identifier cette erreur systématique et ainsi évaluer la précision de mesure atteignable par une procédure expérimentale est largement employée en photomécanique expérimentale. Il s'agit d'effectuer des mesures complètes où la transformation mécanique entre deux états successifs est parfaitement connue et contrôlée. Un déplacement de corps rigide est la solution la plus simple et la plus efficace pour appliquer une transformation mécanique maîtrisée. Il a déjà été prouvé que l'évolution de l'erreur de mesure est fonction de la résolution de mesure (Bornert et al., 2009). Sur ce principe, il est suffisant d'appliquer des déplacements rigides dont l'amplitude reste inférieure à la taille d'un voxel. L'objectif est alors de tracer la courbe d'évolution de l'erreur en fonction du déplacement imposé, appelée régulièrement « courbe en S » du fait de sa forme sinusoïdale, comme illustré dans la Figure 1.

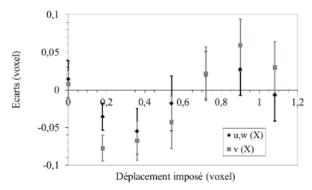


Figure 1 Exemple de "courbe en S" en tomographie RX (Germaneau, 2007)

La méthode la plus répandue consiste à effectuer un déplacement rigide par l'intermédiaire d'une platine de translation micrométrique et d'effectuer une série de mesure entre 0 et 1 voxel avec un pas de 0.1 voxel. La valeur de l'erreur globale de mesure  $E_g$  définie par l'équation ci-dessous, est alors calculée par l'écart entre la moyenne des résultats  $U_{mes}$  sur l'ensemble des n points de la grille de corrélation et la valeur théorique du déplacement imposé  $U_{imp}$  à chaque incrément.

$$E_g = U_{imp} - \frac{1}{n} \left( \sum_{1}^{n} |U_{mes}| \right)$$

La principale limitation de cette méthode est la difficulté d'obtenir un nombre de points important. En effet, chaque acquisition tomographique correspond à un point sur la courbe. En partant du principe que dix points sont nécessaires pour faire apparaître le profil d'une courbe en S, il faut compter une dizaine d'heures d'acquisition minimum (induisant des coûts supplémentaires), et une grande quantité de données à traiter pour valider (ou non) les performances d'un protocole expérimental.

D'autres méthode permettent de générer un nombre de points bien plus important en un nombre d'acquisition limité (Choi & Shah, 1997) : les auteurs ont utilisé une éprouvette de mortier chargée, et ont supposé que les déformations de l'éprouvette devraient présenter une variation linéaire tant que la charge se situe dans le domaine élastique. La déviation des déplacements verticaux mesurés le long d'une ligne verticale peut être ainsi utilisée pour estimer la précision du système de mesure (Figure 2). Les auteurs ont ainsi pu obtenir 144 points de mesure en seulement deux

acquisitions. La méthode est intéressante mais induit une hypothèse de linéarité dans la réponse du matériau ainsi que des incertitudes supplémentaires liées au système de chargement.

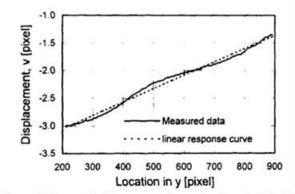


Figure 2 Réponse de l'éprouvette de mortier chargée (Choi & Chah, 1997)

La nouvelle méthode développée dans le cadre de la thèse, et présentée ci-après, ne fait pas appel à des hypothèses matériaux, ne nécessite pas de matériel supplémentaire par rapport à la méthode classique de déplacement rigide et permet d'obtenir plusieurs centaines de points de mesure en seulement deux acquisitions. Cette nouvelle méthode impose une rotation de l'échantillon suivant l'axe de rotation du tomographe. En pratique, un premier scan est effectué à une position donnée. Une rotation est ensuite appliquée à l'échantillon via la platine de rotation du tomographe, et un deuxième scan est effectué. La valeur de l'angle de rotation appliqué dépend des paramètres d'acquisitions et de la taille de l'échantillon. L'objectif est d'obtenir une amplitude de déplacement d'au moins 1 voxel au bord de l'objet (pour obtenir une sinusoïde).

Afin de valider cette nouvelle approche, la démarche suivante a été utilisée. À chaque étape, une comparaison entre la méthode classique et la nouvelle méthode a été effectuée :

- Vérification numérique 2D
- Vérification numérique 3D
- Vérification expérimentale 2D
- Vérification expérimentale 3D

Pour la vérification numérique 2D, un mouchetis généré numériquement (Figure 4) a été utilisé. 20 translations horizontales de 0 à 2 pixels avec un pas de 0.1 pixel ont été générées afin d'obtenir deux sinusoïdes pour la courbe en S avec la méthode en translation. Pour la nouvelle méthode, une rotation dans le plan a été effectuée afin d'obtenir également 2 pixels de déplacements au bord de l'image. Pour la vérification numérique 3D, une version volumique (200 x 200 x 200 voxels) du mouchetis précédent a été utilisée.

La vérification expérimentale 2D a nécessité la mise en place d'un banc d'essai composé d'une caméra, d'une platine de translation et rotation micrométrique ainsi que d'un mouchetis imprimé sur un support.

La vérification expérimentale 3D a nécessité l'utilisation du micro-tomographe de l'ENSMA. Pour le mouchetis, une éprouvette en polymère chargée de particules de cuivre a été utilisée.

Les cartographies de déplacements ont été obtenues par X-DVCORREL (Valle et al., 2019), logiciel de corrélation développé à l'Institut PPrime.

La méthode en rotation permet de générer deux cartographies de déplacements (Figure 3a et 3b).

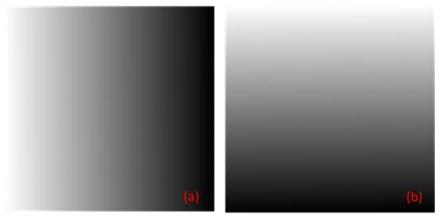


Figure 3 Cartographie de déplacement selon l'axe horizontal (a) et vertical (b)

Une courbe en S peut ainsi être tracée pour chaque ligne (ou colonne) d'une cartographie, avec un nombre de points égal au nombre de pixel de la largeur (ou hauteur) d'une cartographie, ce qui permet de mapper l'erreur de corrélation sur l'ensemble de la zone de corrélation en seulement 2 acquisitions (à comparer aux 10 points obtenus par la méthode classique en 10 acquisitions). Les résultats affichés sur la figure 4 proviennent de l'étude numérique préliminaire aux essais expérimentaux de validation. L'amplitude de l'erreur est cohérente avec les résultats obtenus par la méthode classique en translation.

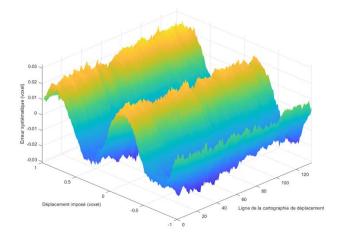


Figure 4 Cartographie numérique 2D de l'erreur de corrélation par la méthode en rotation

Les résultats expérimentaux 2D ont permis de valider la méthode dans des conditions réelles. Les résultats obtenus sont toujours cohérents avec les résultats obtenus par la méthode classique de translation.

Les résultats expérimentaux 3D au tomographe ont quant à eux permis d'identifier un phénomène supplémentaire : la distorsion du champ de déplacement généré par le capteur plan du tomographe, visible sur les bords de la cartographie de déplacement de la figure 5. Les ondulations centrales correspondent à l'erreur systématique de corrélation (courbe en S).

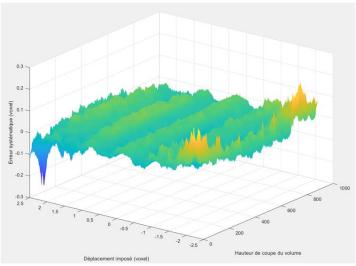


Figure 5 Cartographie de l'erreur de corrélation par la méthode en rotation

Les distorsions générées par le capteur plan avaient été identifiées par Lüthi (Lüthi et al., 2020) mais notre méthode en rotation est bien plus simple à mettre en œuvre et permet en plus d'identifier l'erreur globale de corrélation. L'identification et la caractérisation précise de cette distorsion est actuellement en cours.

La présentation de la méthode en rotation ainsi que la comparaison avec la méthode classique en translation feront l'objet d'un premier article, actuellement en rédaction.

#### Exploitation et valorisation

Le CETIM a orienté sa feuille de route R&D sur les méthodologies innovantes pour la caractérisation des matériaux et des structures mécaniques. Ces développements incluent des activités de recherche sur les moyens et outils pour l'évaluation de grandeurs cinématiques basées sur les acquisitions en tomographie RX. Cette thèse s'inscrit donc dans la volonté du CETIM de progresser dans ses usages de la tomographie RX au service du développement des produits industriels et dans la volonté de maîtrise scientifique et technologique des méthodologies employées.

#### Publications / références

- Bay, B. K., Smith, T. S., Fyhrie, D. P., & Saad, M. (1999). Digital volume correlation: Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Experimental Mechanics*, *39*(3), 217-226. https://doi.org/10.1007/BF02323555
- Bornert, M., Brémand, F., Doumalin, P., Dupré, J.-C., Fazzini, M., Grédiac, M., Hild, F., Mistou, S., Molimard, J., Orteu, J.-J., Robert, L., Surrel, Y., Vacher, P., & Wattrisse, B. (2009). Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors: Methodology and Results. *Experimental Mechanics*, *49*(3), 353-370. https://doi.org/10.1007/s11340-008-9204-7
- Choi, S., & Shah, S. P. (1997). Measurement of deformations on concrete subjected to compression using image correlation. *Experimental Mechanics*, *37*(3), 307-313. https://doi.org/10.1007/BF02317423
- Lüthi, M., Bircher, B. A., Meli, F., Küng, A., & Thalmann, R. (2020). X-ray flat-panel detector geometry correction to improve dimensional computed tomography measurements. *Measurement Science and Technology*, *31*(3), 035002. https://doi.org/10.1088/1361-6501/ab52b1
- Valle, V., Bokam, P., Germaneau, A., & Hedan, S. (2019). New Development of Digital Volume Correlation for the Study of Fractured Materials. *Experimental Mechanics*, *59*(1), 1-15. https://doi.org/10.1007/s11340-018-0415-2

# Manipulateurs parallèles commandés par câbles pour des opérations industrielles agiles

Marceau MÉTILLON<sup>a</sup>, Camilo CHARRONa<sup>b</sup>, Kévin SUBRIN<sup>a</sup>, Cédric DUMAS<sup>a</sup>, Sylvain

ACOULON<sup>c</sup>, Stéphane CARO<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Nantes Université, École Centrale Nantes, CNRS, LS2N, UMR 6004, F-44000 Nantes, France

<sup>b</sup>Université de Rennes, Laboratoire LS2N, Nantes

<sup>c</sup>Consultant Sécurité en Conception, pôle PID, CETIM, Senlis

#### Objectifs

L'objectif de cette thèse est de développer l'agilité des Robots Parallèles à Câbles (RPC). Un constat établit que ces robots sont très peu utilisés dans l'industrie bien qu'ils offrent des avantages notoires par rapport aux robots parallèles classiques. L'absence de normes réglementant leur conception et leur usage en milieu industriel est rédhibitoire à leur déploiement. De plus, à notre connaissance, peu de travaux ont été réalisés pour rendre les RPC collaboratifs et permettre une coopération hommerobot sûre et agile. L'objectif de cette thèse est de proposer des « cobots à câbles » capables de collaborer de manière sûre avec des opérateurs humains dans la réalisation de tâches industrielles complexes dans des usines de fabrication.

#### Résumé

Les premiers travaux de thèse ont porté sur la réalisation d'un état de l'art dans le domaine de la robotique parallèle à câbles mais également dans le domaine de la cobotique et de l'ergonomie. L'étude des facteurs humains est prépondérante lors du développement de lois de commande permettant de rendre les Robots Parallèles à Câbles (RPC) collaboratifs.

Un prototype, le robot CRAFT a été utilisé pour les travaux de thèse. Des travaux de modélisation avancée ainsi que l'identification des paramètres géométriques et élastiques du robot ont été menés. Enfin, trois manipulations expérimentales ont été mises en place afin d'éprouver des lois de commande permettant la collaboration humain-robot. Ces manipulations ont fait intervenir des participants volontaires afin d'étudier leurs performances et l'acceptabilité qu'ils ont du système robotique.

#### Méthodes et résultats

Les Robots Parallèles à Câbles (RPC) représentent une catégorie particulière de robot parallèles où les jambes du robot, reliant le bâti du robot à sa plateforme mobile, consistent en des câbles. Des moteurs dotés d'enrouleurs fixés sur le bâti du robot permettent de faire varier la longueur des câbles ce qui aura pour effet de déplacer et d'orienter la plateforme mobile dans l'espace de travail du robot. Les câbles sont routés depuis l'enrouleur jusqu'à la plateforme mobile via des poulies de renvois appelées points de sortie. Les points auxquels les câble sont attachés à la plateforme sont appelés points d'ancrage.

Adresse email: stéphane.caro@ls2n.fr

<sup>\*</sup>Auteur correspondant

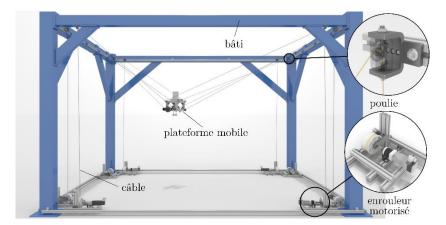


Figure 46 - Composants d'un Robot Parallèle à Câbles

Les RPC font l'objet d'un intérêt croissant au sein de la communauté des chercheurs en robotique. Au travers de la littérature de nombreux verrous scientifiques et techniques ont été levés. Les chercheurs ont travaillé sur les différents aspects robotiques de ce type de robot tels que la modélisation, la simulation, la conception et la commande.

Aujourd'hui, les RPC ne sont pas ou peu répandus dans le milieu industriel. Bien qu'ils offrent de nombreux avantages qui en ferait un système de manipulation extrêmement performant et peu couteux par rapport aux solutions robotique existantes. En effet, les RPC permettent de déplacer des charges importantes et/ou de grandes dimensions dans de grands espaces avec des dynamiques importantes. Ils sont relativement plus simples et moins couteux que les robots parallèles classiques.

L'incapacité de ce type de robot à travailler en collaboration avec un opérateur humain implique de devoir séparer les opérateurs du robot la zone de travail alors que ce n'est pas nécessaire.

Au travers de la littérature, on retrouve de nombreux RPC dans la réalisation de système haptique permettant de réaliser une interface entre un environnement virtuel et un utilisateur. Le robot est alors utilisé comme système permettant de faire ressentir des efforts et des mouvements à un utilisateur. Ces efforts et mouvements sont déterminés par des interactions de l'utilisateur sur l'environnement virtuel. Néanmoins ces systèmes ne sont pas adaptés à des tâches industrielles. Ces travaux de thèse ont vocation à contribuer dans ce domaine en apportant des solutions levants les verrous scientifiques et techniques s'opposant au développement de RPC collaboratifs pour l'industrie.

Les verrous scientifiques et techniques suivants ont été levés :

- Identification des paramètres géométriques, élastiques et dynamiques
- Modélisation de RPC en tenant compte de modèles complexes de câbles
- Mise en conformité des RPC sur les aspects sécurité pour la collaboration
- Détection et prévention des collisions
- Développement de stratégies de commande permettant la collaboration sûre humain-RPC

#### Identification

Les paramètres élastiques et géométriques du prototype CRAFT ont été identifiés. Les paramètres géométriques comprennent la position des poulies sur le bâti, la position des points d'ancrages sur la plateforme mobile et la position et l'orientation des enrouleurs motorisés par rapport au bâti du robot. Ces paramètres ont été identifiés lors de campagne de mesure faisant appel à un système de mesure extéroceptif laser.

La résistance mécanique ainsi que l'élasticité des câbles ont également été identifiées lors de campagnes expérimentales menées avec une machine de traction. Des échantillons de câble ont subi

des essais de traction jusqu'à la rupture afin de déterminer leurs résistance mécanique, nécessaire pour assurer le dimensionnement correct du robot et ainsi la sécurité des opérateurs travaillant en collaboration avec ce dernier. Des essais de traction cyclique ont permis d'identifier l'élasticité des câbles.

#### Modélisation

Des travaux de modélisation avancée de RPC ont été menés. La chaîne d'actionnement complète du robot a été modélisée. Différents modèles inverses ont été comparés. Chaque modèle prend en compte différents éléments de la chaîne d'actionnement de manière à étudier la sensibilité du modèle vis-à-vis des éléments considérés. Les éléments modélisés et analysés sont : la géométrie de l'enrouleur, la géométrie de la poulie, l'élasticité du câble, l'élasticité du joint d'accouplement mécanique ainsi que la distribution des tensions dans les câbles.

Des travaux de simulation ont permis d'identifier l'apport en matière de précision de positionnement de la plateforme mobile grâce à la modélisation des différents éléments susmentionnés. De plus une analyse de sensibilité permet de montrer la variation de la précision du robot en fonction de la variation des paramètres associés.

Une manipulation expérimentale a permis de valider les résultats de simulation. De plus la précision absolue du robot pour différents modèles a pu être évaluée et illustrée par la Figure 2.

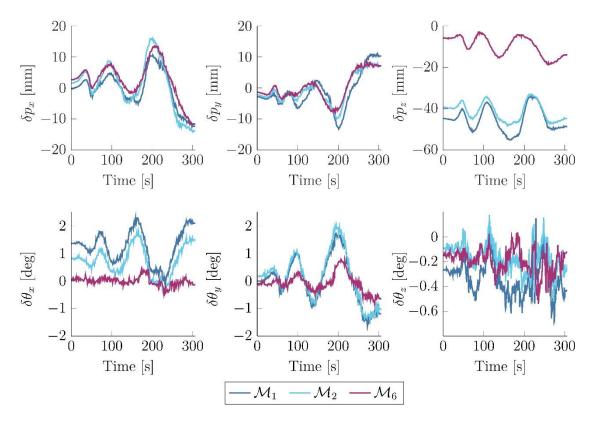


Figure 47 - Erreur de positionnement de la plateforme mobile du RPC pour différents modèles considérés dans la loi de commande

La même trajectoire a été répétée avec différents modèles, le modèle M6 prend en compte tous les éléments précédemment cités tandis que le modèle M2 ne prend en compte que la géométrie des poulies tandis que le modèle M1 néglige tous ces éléments. On peut noter une amélioration significative de la précision suivant l'axe Z du robot grâce au modèle M6. En effet, l'erreur moyenne selon Z est de 45 mm pour le modèle 1, 40 mm pour le modèle 2 et 12 mm pour le modèle 6.

# Expérimentations utilisateurs

A l'aide des modèles précédemment étudié, des stratégies de commande permettant la collaboration humain/robot ont été définies et éprouvées expérimentalement. Ces stratégies sont basées sur la « commande par impédance » telle que défini par Hogan\*. Ces stratégies permettent à l'utilisateur d'interagir physiquement avec le robot dans une interaction physique force/déplacement. Les efforts exercés par l'utilisateur sur la plateforme mobile sont mesurés et traduits en un déplacement de la plateforme dans la direction souhaitée par l'utilisateur.

Une première campagne expérimentale consistant en deux expériences a été mené pour évaluer la variation de la performance du couple humain-robot au cours du temps. La première expérience considère un cas de téléopération du RPC tel que présenté à la Figure 3. La seconde expérience considère un cas de co-manipulation du RPC tel que présenté à la Figure 4.

Figure 48 – Expérience 1 en téléopération

Figure 4 – Expérience 2 en co-manipulation



Il est demandé aux utilisateurs de déplacer le robot alternativement entre trois différentes cibles « A », « B » et « C » en se déplaçant en ligne droite entre les cibles. La performance est évaluée en termes de temps pour réaliser un déplacement ainsi que la distance moyenne au chemin idéal. Ces deux critères de performance ont été enregistré pour tous les participants et comparés entre eux comme présenté à la Figure 5.

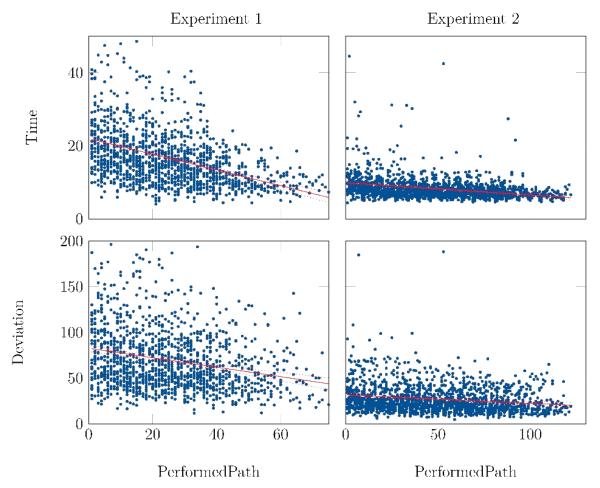
La Figure 5 présente l'évolution des critères de performance en fonction du nombre de segment complété. Pour l'expérience 1, on peut constater que les deux critères diminuent avec la pratique indiquant une amélioration de la performance de l'utilisateur. Dans le cas de l'expérience 2, on peut remarquer que l'amélioration est plus faible, il y a moins de progression. Comparativement, dans l'expérience 2, la performance est plus importante au démarrage de l'expérience que durant toute l'expérience 1. Ces profils de progression dénotent que la prise en main du système se fait plus rapidement avec la configuration de l'expérience 2 qu'avec la configuration de l'expérience 1.

# **Exploitation et valorisation**

Le CETIM participe à l'élaboration de normes de conception et de sécurité des robots collaboratifs. Cette thèse s'inscrit dans le travail du CETIM et se propose de développer les aspects collaboratifs et de sécurité dans la commande de robots parallèles à câbles. Les travaux développés dans le cadre du projet ANR-CRAFT permettront au CETIM de faire des propositions et de faire évoluer le cadre de normalisation de ces robots dans les milieux industriels.

<sup>\*</sup> Hogan, Neville: Impedance Control: An Approach to Manipulation: Part I—Theory, ds.: Journal of Dynamic Systems, Measurement, and Control 1/107 (1985), p. 1-7.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont été valorisé dans des publications scientifiques dans des revues et des conférences internationales avec comités de lecture.



# Publications / références

Marceau Métillon, Camilo Charron, Kévin Subrin, Stéphane Caro. Geometrical modelling of a Cable-Driven Parallel Robot Winch. *25ème Congrès Français de Mécanique Nantes*, Aug 2022, Nantes, France. (hal-03758222v2)

Marceau Métillon, Nicolò Pedemonte, Stéphane Caro. Evaluation of a Cable-Driven Parallel Robot: Accuracy, Repeatability and Long-Term Running. *In: Gouttefarde M., Bruckmann T., Pott A. (eds) Cable-Driven Parallel Robots. CableCon 2021. Mechanisms and Machine Science*, 104, Springer, pp.375-388, 2021, <a href="mailto:10.1007/978-3-030-75789-2">10.1007/978-3-030-75789-2</a> 30). <a href="mailto:4.03338533">(hal-03338533)</a>

Marceau Métillon, Camilo Charron, Kévin Subrin, Stéphane Caro. Stiffness and Transparency of a Collaborative Cable-Driven Parallel Robot. *Advances in Robot Kinematics 2022*, 24, Springer International Publishing, pp.101-109, 2022, Springer Proceedings in Advanced Robotics, <a href="https://doi.org/10.1007/978-3-031-08140-8">(hal-03758215)</a>

Marceau Métillon, Camilo Charron, Kévin Subrin, Stéphane Caro. Performance and interaction quality variations of a collaborative Cable-Driven Parallel Robot. *Mechatronics*, 2022, 86, pp.102839. <a href="mailto:documents-number-1018/j.mechatronics.2022.102839">documents-number-1018/j.mechatronics.2022.102839</a>). <a href="mailto:documents-number-1018/j.mechatronics.2022.102839">documents-number-1018/j.mechatronics.2022.102839</a>).

# Diagnostic acoustique et identification de défauts industriels en utilisant un système de détection par imagerie acoustique embarquée

Camille Leblanc (Pôle MCO, CETIM)
Jean-Daniel Chazot (Roberval, UTC)
Pedro Castillo (Heudiasyc, UTC)
Régis Marchiano (Institut JLRD, Sorbonne)
Thibaut Gras (Pôle MCO, CETIM)

#### Objectif:

Ce projet regroupe le CETIM, les laboratoires Roberval et Heudiasyc de l'UTC et l'institut Jean le Rond D'Alembert autour d'une thématique d'automatisation des procédés de monitoring acoustique d'infrastructures industrielles. L'objectif est de mettre en place un démonstrateur couplant une antenne acoustique MEMS avec un drone. Ceci permettra d'effectuer un diagnostic acoustique rapide et autonome de sites industriels de grande envergure.

Les verrous techniques du sujet concernent d'une part la gestion de la contribution sonore propre du drone, affectant les performances des algorithmes d'imagerie acoustique. D'autre part, l'intégration d'une antenne sur drone pour un traitement embarqué en temps réel constitue un défi technique qui devra être relevé.

Ce projet est financé par l'ANRT au travers d'une bourse CIFRE.

#### Résumé:

A neuf mois de thèse, une recherche bibliographique approfondie sur l'antennerie acoustique et son intégration pour un traitement en temps-réel a été réalisée.

De plus, des algorithmes d'imagerie acoustique issus de la littérature ont été réimplémentés dans l'optique de mener une étude comparative de leurs performances pour différents cas d'application. Ces derniers ont été validés pour une utilisation en temps réel avec une antenne microphonique MEMS de huit éléments.

Une première réflexion sur l'intégration de l'antenne sur le drone a été menée, et aboutira sous peu à une mesure de directivité acoustique du drone pour choisir la répartition optimale des microphones autour du drone.

#### Méthodes et résultats

Le domaine de l'imagerie acoustique captive l'attention du monde scientifique depuis près de 40 ans, engendrant un nombre très conséquent de publications de qualité. La quantité d'algorithmes développés au cours de ces dernières décennies rend complexe une étude comparative exhaustive de toutes les méthodes disponibles. Le choix a donc été fait de se limiter à l'étude de quelques algorithmes dont les preuves ne sont plus à faire. Ils ont été implémentés en python en vue d'une étude comparative, nommément :

- La formation de voies de Capon [1],
- La méthode MUSIC [2],
- La méthode de focalisation bayésienne [3].

L'approche par formation de voies consiste à tester la vraisemblance de la présence d'une source en une série de points de l'espace arbitrairement choisis. En testant un grand nombre de points, on obtient une cartographie du champ source dont les pics d'amplitude traduisent une forte probabilité de présence de sources.

L'algorithme MUSIC fait partie des méthodes de sous-espace, elle est basée sur la séparation du champ acoustique généré en composantes correspondant à la contribution de chaque source au champ global.

La méthode bayésienne propose de résoudre le problème dans un cadre mêlant les interprétations physiques et probabilistes, ouvrant ainsi la porte à l'utilisation de la formule de Bayes pour intégrer un a priori sur les sources dans la localisation.

Ces méthodes présentent chacune leurs spécificités et supposent des stratégies de pilotage du drone qui leur sont propres. En particulier, un compromis entre temps de calcul et qualité de l'imagerie est à trouver.

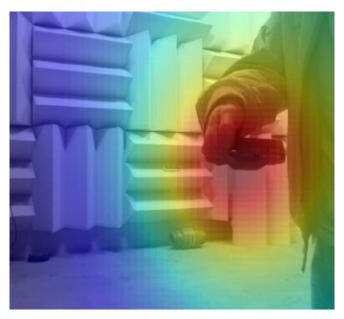


Figure 49 Exemple de résultat d'imagerie acoustique en temps réel (algorithme MUSIC, source sinusoïdale à 1kHz)

L'antenne utilisée est une antenne de microphones MEMS. Ces microphones présentent l'intérêt d'avoir un coût unitaire très faible, ainsi que de contenir un convertisseur analogique-numérique de très faible taille directement monté sur le PCB. Cela permet de traiter uniquement des signaux numériques et de réduire considérablement le poids, ce qui est primordial pour le système embarqué. Une première version à 8 microphones est présentée en Figure 2. L'institut Jean-Le-Rond D'Alembert a développé un système d'acquisition dédié aux microphones MEMS, ainsi qu'une bibliothèque en python permettant l'automatisation des acquisitions.



Figure 50 Antenne MEMS 8 microphones

En pratique, le bruit propre du drone entraîne une chute drastique des performances des algorithmes classiques, ce qui force l'intégration d'une brique de filtrage. Le bruit généré par le drone est un bruit non stationnaire à l'échelle d'une acquisition microphonique, constitué d'une composante tonale harmonique associée au passage des pales des systèmes de propulsion, et d'une composante largebande liée aux phénomènes de turbulences générées par l'écoulement. Il faut donc concevoir un filtre tonal adaptatif, puisque les vitesses de rotation des rotors varient constamment, ainsi qu'un filtre large bande. La littérature regorge de méthodes de filtrage, et une méthode en particulier [4] est pressentie pour notre application. Celle-ci consiste en l'enrichissement d'un algorithme d'imagerie type MUSIC par une mesure de proximité du bruit propre du drone. Cette information sur le contenu fréquentiel de la source sonore à filtrer permet de prédire son influence sur l'image acoustique finale et ainsi la neutraliser.

Une première expérience effectuée visant à caractériser la puissance acoustique rayonnée par le drone en vol à un chargement donné est présentée en Figure 3. Le drone est chargé d'une masse de 900 grammes afin de simuler le poids de l'antenne et sa carte d'acquisition. La position du drone est asservie grâce à un système de caméras infrarouges détectant des marqueurs optiques placés sur le drone. Le montage expérimental est basé sur la norme ISO 3744 adaptée à la mesure de puissance acoustique de drone telle que présentée dans [5].

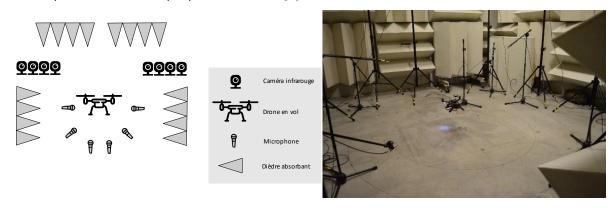


Figure 51 Mesure de puissance acoustique du drone en chambre semi anéchoïque

Un second montage expérimental verra le jour dans un futur proche (Figure 4). Son objectif sera de caractériser la directivité acoustique d'un drone stationnaire afin de déterminer la position optimale de l'antenne à embarquer. En effet, s'il s'avère qu'une zone autour du drone est particulièrement épargnée par le rayonnement acoustique de ce dernier, un positionnement avantageux de l'antenne pourra permettre d'améliorer le rapport signal-sur-bruit de notre problème. Pour ce faire, une antenne rotative de microphones en forme de demi-cercle balayera une sphère autour du drone, ouvrant ainsi la porte à un post-traitement adapté.

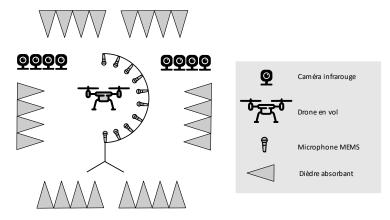


Figure 52 Mesure de la directivité acoustique d'un drone en position stationnaire en chambre full anéchoïque

# Exploitation et valorisation

Pour le CETIM, les enjeux de cette thèse sont nombreux, ils concernent à la fois le développement de méthodes d'imagerie embarquée mais aussi l'amélioration des systèmes de contrôle embarqué. L'ambition est de parvenir à un premier démonstrateur utilisable comme un outil de diagnostic lors de prestations chez un client.

De plus, l'enjeu pour le CETIM sera d'utiliser les méthodes et algorithmes développés dans cette thèse pour améliorer diverses applications de contrôle embarqué. Le CETIM pourra également consolider ses liens avec les laboratoires de l'UTC et développer de nouveaux liens avec l'équipe MPIA (Modélisation, Propagation et Imagerie acoustique) de l'Institut d'Alembert de Sorbonne Université.

Il est prévu de publier à minima un article de rang A et de participer à une conférence internationale pour présenter les enjeux du sujet de thèse.

# Transducteurs organiques piézoélectriques flexibles imprimés pour le contrôle non destructif

Ewen Raoul

Damien Thuau², Samuel Rodriguez³, Anissa Méziane³, Isabelle Dufour²

Fan Zhang¹

¹Pôle Cetim, ²IMS, ³I2M

#### Objectif

Une des limites actuelles de l'imagerie et du SHM (Structural Health Monitoring) ultrasonores concerne l'adaptabilité des transducteurs à la complexité géométrique de la structure inspectée. Le P(VDF-TrFE) est un polymère piézoélectrique donnant la possibilité d'imprimer par sérigraphie une nouvelle génération de transducteurs ultrasonores. Souples et d'une épaisseur de quelques micromètres, ils peuvent s'intégrer aux structures courbes pour offrir un contrôle in situ. Leur procédé de fabrication permet des géométries de surfaces actives complexes qui influencent directement l'information acoustique émise ou reçue par le transducteur. Après avoir montré la capacité de ces transducteurs à être utilisés en contrôle ultrasonore, la thèse cherche à étudier les propriétés particulières de ces capteurs pour offrir des performances optimales. Ce document présente une preuve de concept ainsi que le détail des outils développés pour ces recherches.

#### <u>Résumé</u>

Pour étudier leurs performances, les transducteurs sont collés sur une plaque en aluminium de 2mm d'épaisseur. Un transducteur plus traditionnel (en PZT) est aussi collé sur cette plaque pour les comparer aux transducteurs souples par l'émission et la réception d'ondes guidées. La communication entre les transducteurs en PZT et ceux en P(VDF-TrFE) est montrée ainsi qu'entre deux en P(VDF-TrFE). Pour l'exploration de géométries, un modèle d'un transducteur souple couplé à la plaque est construit et les champs rayonnés sont simulés. Le modèle est validé par comparaison quantitative des champs simulés avec ceux mesurés par un vibromètre LASER 3D. Dans un premier temps, la thèse s'est concentrée sur une géométrie circulaire, générant un rayonnement omnidirectionnel dans la plaque.

# Méthodes et résultats

Le domaine du SHM est une branche des techniques ultrasonores de contrôle non destructif (CND) cherchant à intégrer directement les capteurs dans la structure. Cela offre une évaluation in situ pendant toute la période de fonctionnement ce qui permet d'augmenter la longévité de machines, véhicules et appareils. Une multitude de techniques d'évaluation ont donc vu le jour : réseaux [1] et géométries [2] de capteurs, filtrage spatial, traitement de signaux pour l'imagerie ; permettant ainsi de sélectionner l'information recherchée. De plus en plus d'applications se développent et les transducteurs souples permettraient d'élargir ces possibilités [3],[4]. En effet leur adaptabilité à des surfaces courbes et la liberté en géométries qu'ils offrent suscitent beaucoup d'intérêts dans tous les domaines, malgré leur faible efficacité comparée à des transducteurs rigides à base de céramiques piézoélectriques. Les premiers travaux sur le projet s'orientent vers la compréhension d'un transducteur souple circulaire couplé à un plaque en aluminium de 2mm d'épaisseur. Ces transducteurs sont imprimés par sérigraphie en salle blanche. La sérigraphie permet d'étaler des encres aux propriétés recherchées à travers un écran définissant les motifs. Ces encres comptent le

PEDOT:PSS pour sa conductivité électrique qui joue le rôle d'électrodes et prennent en sandwich le matériau piézoélectrique P(VDF-TrFE). Différentes couches de ces encres peuvent être imprimées sur différents substrats et forment un transducteur allant de quarante à une centaine de micromètres. Le nombre de couches d'encres peut varier suivant l'épaisseur souhaitée.

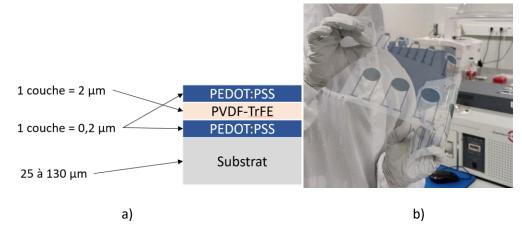


Figure 1 : a) Vue en coupe d'un transducteur et b) une photo d'une série de transducteurs souples imprimés sur le substrat dans l'équipement d'excellence ELORPrinTec

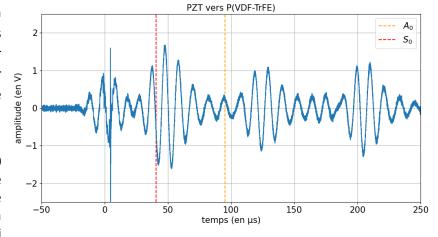
Dans un premier temps, on montre la capacité de ces transducteurs à communiquer avec un transducteur en PZT par émission et réception d'ondes de Lamb dans la plaque.

Un sinus de 5 cycles centré à 100 kHz fenêtré par une fenêtre de Hanning est généré à une amplitude de 130 Vpp. réception n'est ni filtrée ni moyennée mais amplifiée (en tension) d'un gain de 50dB. Le transducteur souple est d'un rayon actif

(électrodes) de 10 mm et d'une épaisseur de 4 um et le transducteur en PZT d'un rayon de 15 mm et d'une épaisseur de 2 mm. Ils sont tous deux séparés d'une distance de 220 mm. Les ondes de Lamb antisymétrique (Ao) et symétrique (So) sont données par des traits hachurés

verticaux.

Le premier signal de 5 périodes (centré en t = 0 s) est dû à un couplage électromagnétiqu e entre la génération et la réception. Il s'agit donc d'un artefact à négliger dans l'interprétation des mesures.



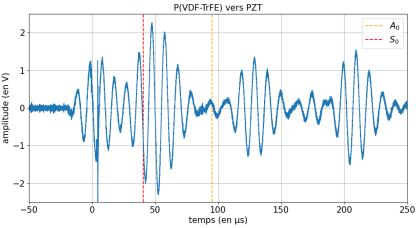


Figure 2 : Signaux d'une expérience d'émission et de réception d'ondes de Lamb dans une plaque en aluminium de 2 mm d'épaisseur, entre un transducteur rigide (PZT) et un transducteur souple (P(VDF-TrFE))

rapport signal sur bruit (SNR) par rapport à l'amplitude du mode So est comparé pour deux rayons de transducteurs souples, en émission et en réception. L'amplitude de la tension électrique d'émission ainsi que les épaisseurs de P(VDF-TrFE) restent constantes (4 µm) pour chaque rayon. Les comparaisons sont donc faites à champ électrique constant dans le matériau piézoélectrique.

SNR	P(VDF-TrFE) r = 5 mm	P(VDF-TrFE) r = 10 mm
PZT vers P(VDF-TrFE)	94	48
P(VDF-TrFE) vers PZT	20	59

Tableau 1 : SNR par rapport au mode S0 émis par un transducteur en PZT et reçu par un transducteur en P(VDF-TrFE), puis l'inverse, pour deux cas de rayon actif.

Le SNR en fonction des différents cas traités évolue de manière non intuitive. Il semble que les paramètres électro-mécaniques jouent tous deux un rôle important suivant le cas considéré. Cette variation est possiblement due à l'influence des propriétés électriques et de la grandeur électrique d'intérêt à l'émission et à la réception. En effet il est connu que l'utilisation d'amplificateurs de charges est optimale pour des matériaux piézoélectriques. Ici c'est la tension qui est amplifiée à l'émission et à la réception. Le développement de modèles qui simulent toute la transduction électro-mécano-acoustique du système étudié permettrait de mieux comprendre son comportement physique.

La preuve de fonctionnement des transducteurs en P(VDF-TrFE) est satisfaisante, d'autant plus que ce matériau est connu pour sa faible sensibilité comparée à des transducteurs en matériaux céramiques rigides comme le PZT. C'est pourquoi il est difficile de communiquer entre deux transducteurs souples en P(VDF-TrFE). Le facteur de sensibilité y est appliqué deux fois et le signal est noyé dans le bruit. En moyennant 500 fois et dans les mêmes conditions que les mesures ci-dessus, la figure suivante montre une émission d'un transducteur en P(VDF-TrFE) d'un rayon de 10 mm reçue par un autre d'un rayon de 5 mm. La distance de propagation entre les deux est de 16 cm et on observe uniquement le mode Ao. Le So est ici caché dans le couplage électromagnétique.

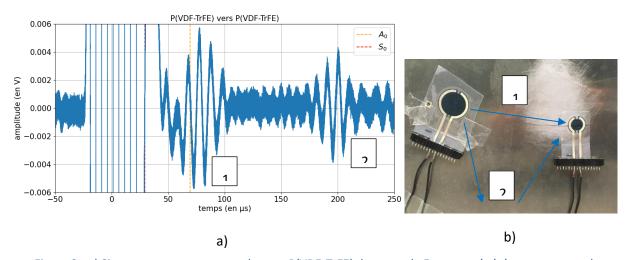


Figure 3 : a) Signaux reçus par un transducteur P(VDF-TrFE) de rayon de 5 mm et générés par un autre de rayon 10 mm et b) une photo des transducteurs collés sur la plaque.

Les deux signaux observables 1 et 2 correspondent à des temps d'arrivées du mode Ao, le deuxième étant une réflexion sur le bord de la plaque. Il est délicat de comparer ces signaux avec les expériences avec PZT puisque l'amplitude du mode Ao y est difficilement relevable. Cependant l'ordre de grandeur des signaux acoustiques détectés a diminué d'un facteur 100. Il est tout de même notable que l'information acoustique reçue est beaucoup moins fournie que dans les cas avec le transducteur en PZT. Il semblerait donc qu'un filtrage de modes serait possible uniquement par dimensionnement d'une simple géométrie circulaire. La modélisation du système aiderait à mieux comprendre les

mécanismes d'interaction mis en jeux. La suite du document explicite sa construction jusqu'à sa validation.

Un modèle numérique d'un transducteur piézoélectrique couplé à une plaque est donc développé. Ce modèle permettra de réaliser des calculs paramétriques pour explorer la réponse acoustique pour diverses géométries. Le modèle en question est construit sur Comsol Multiphysics afin de calculer par éléments finis les champs rayonnés par les transducteurs dans la plaque en aluminium.

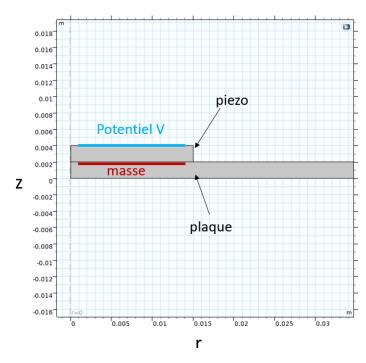


Figure 4 : Modèle 2D axisymétrique d'un transducteur cylindrique collé sur une plaque.

Le modèle est axisymétrique en deux dimensions autour de l'axe z en r = 0. En entrée, un potentiel électrique est appliqué sur la surface supérieure du transducteur. Un champ électrique est alors généré dans l'épaisseur du matériau piézoélectrique et engendre la transduction. Des contraintes et déformations apparaissent localement dans le matériau piézoélectrique et se transmettent à la plaque par continuité à l'interface. Les différentes ondes ainsi rayonnées interagissent entre elles et donnent lieu à la propagation d'ondes de Lamb. Aucune perte n'est simulée et aucune couche de colle à l'interface piezo/plaque n'est modélisée.

Dans la plaque, le maillage est réglé en fonction des longueurs d'ondes des modes de Lamb Ao et So. Dans l'épaisseur du matériau piézoélectrique, les mécanismes d'interaction avec la plaque sont à des

échelles spatiales plus petites. Il a donc fallu le mailler plus finement et adapter progressivement aux tailles d'éléments dans la plaque en champ lointain. Cela est nécessaire pour éviter toute dispersion numérique.

Le modèle est ici montré pour une géométrie de transducteur de 2 mm d'épaisseur. Ce sont les dimensions du transducteur en PZT utilisé dans les premières expériences d'émission et de réception (cf figure 2). Une étude de convergence est cependant réalisée avec le piézoélectrique P(VDF-TrFE) pour des épaisseurs d'utilisation de 2 à 10 µm. Il en retourne qu'à nos fréquences de travail, il suffit de mailler avec des éléments de taille caractéristique l'épaisseur du P(VDF-TrFE) (ordre du micron) avec une évolution continue de la densité de mailles vers le maillage de la plaque, typiquement de 4 éléments dans l'épaisseur (ordre de la centaine de microns). Cela permet de diminuer drastiquement les temps de calcul.

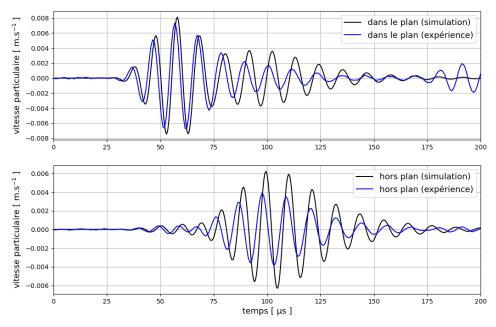
Une fois le modèle construit, il est important de le valider. Pour cela, les champs acoustiques rayonnés par un transducteur en PZT sont simulés temporellement et comparés de manière quantitative aux champs expérimentalement générés dans la plaque. Pour acquérir de tels champs, on utilise un vibromètre LASER 3D de la marque Polytec. Il permet de mesurer des champs de déplacement dans les trois dimensions de l'espace et sur des surfaces complexes. Dans notre cas d'une plaque, les champs de déplacement acoustique dans le plan et hors plan sont mesurés. Cette validation est faite avec le

transducteur en PZT car les signaux générés par les transducteurs en P(VDF-TrFE) sont faibles et donc très bruités. Ces comparaisons seront faites une fois leurs géométries optimisées.

La comparaison est faite dans les mêmes conditions expérimentales et numériques: potentiel électrique aux bornes du matériau piézoélectrique, dimensions transducteur, épaisseur de la plaque. La seule différence reste la taille de la plaque de 1 par 0.86 m dans l'expérience et de 2 m dans la simulation (pour s'affranchir des réflexions).

Pour illustrer cette comparaison, les signaux temporels ponctuels sont superposés sur les premiers temps d'arrivée des ondes de Lamb.

On voit sur ces signaux la séparation des deux modes Ao et So: un plus grand déplacement dans le plan pour le So et hors plan pour le Ao. Le signal généré aux bornes du transducteur est le même que pour les expériences d'émission réception. Le point d'observation est à 22 cm du transducteur.



Les signaux ne sont pas parfaitement superposés. Le déphasage entre simulation et mesure est

Figure 5 : Comparaison temporelle des déplacements hors plan et dans le plan du champ acoustique simulé et mesuré dans une plaque en aluminium d'épaisseur de 2mm en un point situé à 22cm de la pastille PZT

plus élevé pour le mode A0 qui s'est propagé plus longtemps. Cette différence semble avoir pour origine un écart de vitesse de phase entre le modèle et l'expérimental. Une caractérisation fine des paramètres matériaux (module élastique et masse volumique) devrait permettre de supprimer ce décalage. Malgré cet écart, l'amplitude générée dans la plaque est bien du même ordre de grandeur et permet donc de valider cette comparaison quantitative d'un modèle qui simule toutes les propriétés piézoélectriques, mécaniques et électriques. Le modèle servira à présent d'étude paramétrique pour diverses géométries de capteurs.

#### Conclusion:

Il a été montré que les transducteurs souples, malgré leur faible efficacité, pourraient un jour trouver leur place auprès des techniques de SHM. Même avec l'utilisation de transducteurs rigides, les structures équipées de ces transducteurs pourraient être monitorés dans des zones aujourd'hui inaccessibles. De plus, le modèle construit permettant de simuler toute la transduction piézoélectrique et la propagation des ondes de Lamb qui en résultent est validé.

# Perspectives:

L'étude paramétrique des transducteurs peut être lancée pour des géométries circulaires. Dans un premier temps, cela permettra de bien comprendre la physique de cette technologie en particulier couplée à une plaque et d'en optimiser les performances mécaniques. On a vu aussi que les propriétés

électriques pourraient bien jouer un rôle important dans cette optimisation. Si le temps le permet une exploration de cette dépendance pourra être envisagée dans cette thèse. Par la suite, des géométries plus exotiques pourront être imaginées pour développer des applications en SHM.

#### Exploitation et valorisation

Le monitoring de l'état de santé des structures (SHM) en service est un des axes prioritaires du CETIM. Pour cela, il s'intéresse à l'intégration des capteurs dans la structure de façon permanente, intelligente et autonome et plus particulièrement dans les réservoirs de stockage et de transport d'hydrogène en composite. Avoir des capteurs piézoélectriques souples qui peuvent être implantés sur ou dans le composite est particulièrement important pour détecter de manière précoce les éventuels endommagements et vieillissements au cours du temps à l'aide des techniques ultrasonores passives (émission acoustique) ou actives (reconstruction des ondes guidées). Le CETIM prévoit en fin de thèse fournir un cas d'usage pour tester et valider cette nouvelle technologie de capteurs.

# Publications / références

- 1. Passive guided wave tomography for structural health monitoring, Druet T., Recoquillay A., Chapuis B., Moulin E., The Journal of the Acoustical Society of America 2019.
- 2. An omnidirectional piezoelectric transducer for selective excitation and reception of high-order horizontal waves, Qiu H., Chen M., Li F., 2022.
- 3. Direct-Write Piezoelectric Transducers on Carbon-Fiber-Reinforced Polymer Structures for Exciting and Receiving Guided Ultrsonic Waves, Philibert M., Chen S., Wong V-K., Yao K., Constantinos S., Gresil M., IEEE 2021.
- 4. Investigation on in-situ, annealed and corona poled PVDF-TrFE coating for guided wave-based structural health monitoring: From crystallization to piezoelectricity, Li Y., Feng W., Tse K. M., Li Z., Huang L., Su Z., Guo S., ELSEVIER 2021.

# **Fabrication additive**

# Caractérisation accélérée de la fatigue à grand nombre de cycles de pièces de fabrication additive par thermographie infrarouge à détection synchrone et par machine de fatigue ultrasonique

Grégoire Brot<sup>(a,b)</sup>, Véronique Favier <sup>(b)</sup>, Imade Koutiri <sup>(b)</sup>, Vincent Bonnand <sup>(a)</sup>, Fabien Lefebvre <sup>(c)</sup>

<sup>a</sup>DMAS, ONERA, Université Paris Saclay

<sup>b</sup>PIMM, Arts et Metiers Institute of Technology, CNRS, Cnam, HESAM University

<sup>c</sup>CETIM Senlis

#### Objectif

Le premier objectif de la thèse est d'analyser et de comparer deux méthodes d'essai accéléré de fatigue : la fatigue ultrasonique et la détermination de limite de fatigue par mesure d'autoéchauffement. Les effets liés à la fréquence de sollicitation ainsi que la validité des deux approches sont au cœur de cette analyse. Pour mieux les comprendre, des essais de fatigue conventionnelle, c'est-à-dire à faible fréquence, seront réalisés. Ces essais cherchent aussi à caractériser la fatigue à très grand nombre de cycles du Ti-6Al-4V4, obtenu par procédé LPBF (Laser Powder Bed Fusion) ; matériau utilisé pour toute la thèse. Ainsi, le second objectif de la thèse est d'étudier les effets liés aux porosités et à la microstructure sur les propriétés en fatigue à très grand nombre de cycles du matériau. Pour cela, cinq nuances du matériau seront étudiées ayant différents taux de porosité et différentes microstructures.

#### Résumé

Les propriétés de fatigue à très grand nombre de cycle des matériaux obtenus par fabrication additive (FA) tels que le LPBF (Laser Powder Bed Fusion) restent mal comprises[1]. Ces propriétés sont complexes notamment à cause de l'anisotropie et de la porosité de ces pièces. De plus, de nombreux paramètres du procédé peuvent influencer le comportement en fatigue obtenu. Dans ce contexte, une détermination rapide des propriétés de fatigue à très grand nombre de cycle est nécessaire afin d'optimiser les paramètres du procédé par rapport à la réponse en fatigue. Pour cela, deux méthodes de détermination de la fatigue accélérée seront comparées : la fatigue ultrasonique et la détermination de limite de fatigue par mesure d'autoéchauffement. Pour étudier l'effet de la microstructure et des porosités sur les propriétés en fatigue et leur interaction avec la méthode d'essai ; cinq nuances ayant différentes microstructures et populations de pores sont étudiées en fatigue avec ces deux méthodes accélérées.

# Méthodes et résultats

L'un des objectifs de la thèse est d'analyser l'effet des pores et de la microstructure sur les propriétés en fatigue du Ti-6Al-4V par LPBF mais aussi leurs effets sur les résultats obtenus avec les deux méthodes de caractérisation accélérée. Pour étudier ces effets, les essais mécaniques seront réalisés sur cinq nuances du matériau d'étude : trois nuances de microstructures identiques mais ayant différents niveaux de porosité et d'autre part trois nuances de microstructures différentes avec un même niveau de porosité. Dans un premier temps, deux niveaux de porosité distincts sont obtenus par variation des paramètres de fabrication LPBF. Ces niveaux ne sont pas caractérisés seulement par le taux de porosité mais surtout par la distribution en taille et circularité des pores, informations plus significatives pour les propriétés en fatigue. Le troisième niveau de porosité, presque totalement dense, est obtenu par un traitement HIP réalisé après la fabrication additive. Les différentes microstructures sont obtenues grâce à des post-traitements thermiques. La stratégie d'obtention des différentes nuances est présentée dans la Figure 53.

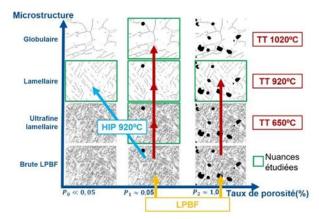


Figure 53 : : Stratégie d'obtention des différentes nuances étudiées. HIP correspond à la compaction isostatique à chaud et TT aux traitements thermiques.

La série de paramètres suggérée par le constructeur de la machine pour le TI-6Al-4V, est retenue pour obtenir un taux de porosité reproductible, appelé  $P_1$ , proche de 0,05 %. Avec une stratégie de balayage du laser en damier et en désactivant le mode sky-writing, un surplus d'énergie est apporté par le laser en chaque début et fin de vecteur-laser. Ainsi des porosités de type keyhole peuvent s'y former de façon quasi-homogène dans la pièce. En utilisant cette stratégie et avec les mêmes paramètres que pour la porosité  $P_1$ , des échantillons de porosité  $P_2=1\%$  sont produits. Après fabrication, traitement et usinage, la porosité de quatre éprouvettes a été analysée par microtomographie au laboratoire Navier avec une taille de voxel de 4\*4\*4 µm3 sur un volume total de 180 mm3. Les plus grands pores font 45, respectivement 250 µm, pour les nuances de porosité  $P_1$  et  $P_2$  avec en moyenne 1, respectivement 100, pores de taille supérieure à 10 µm par mm3. La distribution de la taille des pores est présentée en variable réduite de Gumbel sur la **Figure 54**. Cette variable de la statistique des extrêmes est calculée ici à partir de la taille maximale dans chacun des 60 sous-volumes du volume d'analyse.

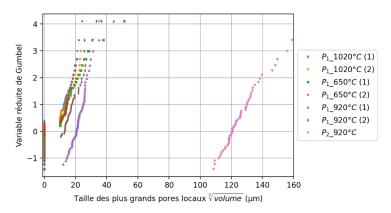


Figure 54 : Distribution de la taille des pores analysée par tomographie X et présenté selon la variable réduite de Gumbel. Eprouvettes issues de nuances différentes ont été analysées.

Le but des post-traitements thermiques est d'obtenir trois microstructures les plus différentes possibles à partir de la microstructure brute de fabrication Figure 4. Le premier traitement choisi est un traitement de relaxation des contraintes de 3 h à 650°C suivi d'un refroidissement à l'air. Ce traitement ne modifie pas la morphologie de la microstructure mais il convertit en partie la phase martensitique  $\alpha'$  en phases  $\alpha + \beta$ . La microstructure est donc ultrafine lamellaire avec une largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  est de 0,4  $\mu$ m. La phase  $\beta$ , qui n'a pas pu se former en lamelles, est présente sous forme de micro-grains equiaxes. La deuxième microstructure est obtenue soit avec un traitement

de 2h à  $920^{\circ}C$  suivi d'un refroidissement au four soit avec un traitement de HIP de 2h à  $920^{\circ}C$  et sous 2000 bars. Cette microstructure est lamellaire avec une largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  de 1,6  $\mu m$ . Ces lamelles sont entourées d'un fin liseré de phase  $\beta$ . Aucun pore n'est visible en micrographie après le traitement de HIP. La troisième microstructure est obtenue suite à un traitement de 2h à  $1020^{\circ}C$  suivi d'un refroidissement au four. C'est un traitement au-dessus de transus  $\beta$  donnant une microstructure composée de colonie de lamelles  $\alpha + \beta$  ayant une orientation unique. Ces grains de 100 à 300  $\mu m$  de large sont equiaxes. Ainsi les trois microstructures retenues présentent des tailles de grains variant de 0,4  $\mu m$  à plusieurs centaines de  $\mu m$ . L'objectif d'obtention de trois microstructures clairement distinctes est donc rempli.

Des essais de traction sur les cinq nuances ont montré un fort effet de la microstructure sur la limite d'élasticité suivant une loi de Hall-Petch  $\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$  avec  $\sigma_y$  la limite d'élasticité,  $\sigma_0 = 830~MPa$ ,  $k = 250~MPa\sqrt{m}$  et d la largeur de grain. L'effet de la porosité sur la limite d'élasticité est lui bien plus faible avec une perte de 50 MPa sur la limite d'élasticité lorsque la porosité passe de  $P_0$  à  $P_2$ .

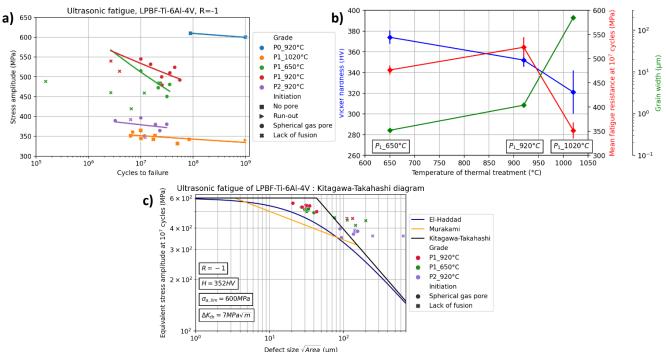


Figure 55 : Résultats des essais de fatigue ultrasonique. a) Courbes de Wöhler présentées en fonction de la nuance du matériau et du type d'amorçage de fissure. b) Effet de la température de traitement sur la dureté, taille de grain et limite de fatigue pour les nuances de porosité  $P_1$ . c) Diagramme de Kitagawa-Takahashi avec les modèles de Murakami et de El-Haddad pour les nuances avec amorçage sur un pore.

Les résultats des essais de fatigue ultrasonique, réalisés avec à une fréquence de  $20 \, \text{kHz}$ , sont présentés sur la Figure 55. Pour les nuances de même porosité, on remarque que la microstructure obtenue à  $920\,^{\circ}\text{C}$  donne la meilleure résistance en fatigue (Figure 55.b). Celle-ci ne varie pas de façon monotone avec la taille de microstructure ou la dureté contrairement à la majorité des métaux[2]. Ceci pourrait être lié aux contraintes résiduelles encore présentes après le traitement à  $650\,^{\circ}\text{C}$ . D'autre part, pour toutes les nuances, l'amorçage de fissure de fatigue s'est fait à partir de pore dès lors que la taille de grain était plus petite que celle des pores présents. Ainsi aucun pore n'est visible à l'amorçage pour les nuances  $P_0$ -920 $^{\circ}\text{C}$  et  $P_1$ -1020 $^{\circ}\text{C}$  mais de larges facettes cristallographiques sont visibles sur les faciès de rupture de cette dernière nuance. Comme attendu, la résistance en fatigue diminue fortement avec l'augmentation de la porosité avec une perte de résistance de 250 MPa entre les nuances  $P_0$ -920 $^{\circ}\text{C}$  et

 $P_2$ -920°C. De plus, la forte dispersion des résultats pour les nuances  $P_1$ -650°C et  $P_1$ -920°C est directement liée au type de défaut à l'amorçage. Lorsque l'amorçage s'est fait sur un manque de fusion, c'est-à-dire un pore large et de forme irrégulière, la durée de vie est fortement réduite (Figure 55.a). L'effet de la taille des pores critiques sur la limite de fatigue peut être analysé avec le diagramme de Kitagawa-Takahashi (Figure 55.c). Les résultats des nuances ayant un amorçage sur un pore y sont présentés. Ces résultats correspondent mieux au modèle de El-Haddad qui prend en compte les effets de fissures courtes ayant lieu pour des tailles de défaut proches ou inferieures à la taille critique ( $a_0 = 43 \ \mu m$ ) contrairement au modèle originel de Kitagawa-Takahashi.

Une éprouvette par nuance a été testée par essai d'autoéchauffement avec une mesure par thermographie infrarouge à détection synchrone. Le traitement de ces essais s'est principalement reposé sur l'analyse de la deuxième harmonique du signal de température  $A_{2f}$  lorsque l'éprouvette est sollicitée de façon cyclique avec une amplitude de contrainte  $\Delta\sigma$ . La première harmonique  $A_f$ , synchrone avec le signal d'effort, reflète le couplage thermoélastique tandis que la seconde harmonique rend compte de non-linéarités que l'on suppose liées aux sources de dissipation. Cependant, la courbe  $A_{2f}=f(\Delta\sigma)$  ne présente qu'un régime d'auto-échauffement et ce quel que soit la nuance testée. Ce régime est en loi puissance de paramètre 1,9 pour tous les essais. Ceci empêche la détermination d'une limite de fatigue à l'aide de cette méthode. C'est pourquoi la suite de la thèse va se concentrer sur la modélisation de ces essais, la réalisation d'essais d'autoéchauffement complémentaires et à la comparaison avec des mesures thermiques réalisées lors des essais de fatigue ultrasonique. D'autre part, des essais conventionnels de fatigue, servant de référence dans l'analyse des méthodes d'essais accélérés, sont en cours de réalisation au CETIM.

#### Exploitation et valorisation

Les essais de fatigue ont toujours été une expertise forte du CETIM. C'est dans ce cadre que s'inscrit cette thèse visant à comparer deux méthodes accélérées d'essais de fatigue. Cette thèse permet donc au CETIM d'étudier la validité de méthodes prometteuses mais pas encore utilisées dans l'industrie. D'autre part, la thèse s'inscrit dans la participation du CETIM au consortium AFH (Additive Factory Hub). Les procédés de fabrication additive permettent une réalisation rapide de nouvelles pièces. Pour permettre une utilisation rapide de celles-ci, une caractérisation accélérée de leurs propriétés mécaniques serait un atout majeur.

# **Publications**

- Présentation d'un poster à FatigueDesign2021, à Senlis. Article de conférence publié : *Brot, G. et al. 2022. Designing very high-cycle fatigue specimens of additively manufactured Ti-6Al-4V with different porosities and microstructures. Procedia Structural Integrity. 38, (Jan. 2022), 604–610.*
- Article prochainement soumis à International journal of fatigue : Brot, G. et al. 2023. Effect of microstructure and porosity on the very high-cycle fatigue of LPBF-Ti-6Al-4V.

#### Références

- [1] P. Li, D. H. Warner, A. Fatemi, N. Phan. Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti–6Al–4V and perspective for future research. *International Journal of Fatigue*, **2016**, *85*, 130–143.
- [2] Y. Murakami. *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions.*, Elsevier Science Publishing Co Inc, San Diego, **2019**.

# Relation microstructure – comportement mécanique a rupture de pièces SLM et WAAM

Leo Monier<sup>a</sup>, Arthur Despres<sup>b</sup>, Guilhem Martin<sup>a</sup>, Jean-jacques Blandin<sup>b</sup>, Muriel Veron<sup>b</sup>, Flore
Villaret<sup>c</sup>, Yang Shen<sup>c</sup>, Bernard Yrieix<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, laboratoire Simap, Grenoble-INP

<sup>b</sup>Encadrants de thèse, laboratoire SIMAP, Grenoble-INP

<sup>c</sup>Responsables entreprise, EDF R&D, Orvanne

# **Objectifs**

L'utilisation de la fabrication additive pour les industriels du marché de l'énergie est une opportunité importante. Cependant, l'utilisation de ces pièces présente encore de nombreuses difficultés à la fois aux niveaux des procédés, des propriétés obtenues et de leur qualification. Notamment, il est constaté que les propriétés mécaniques finales sont d'une part différente des homologues traditionnelles et d'autre part, anisotropes. L'origine de ces propriétés est la microstructure particulière héritée des spécificités des procédés, spécificités au premier rang desquelles on peut noter les vitesses de solidification, le caractère plus ou moins directionnel du dépôt. Pour pouvoir utiliser ces pièces dans des applications toujours plus importantes, il est nécessaire d'établir les liens de causalité entre la microstructure et les propriétés mécaniques. Ce besoin est partagé par les acteurs industriels du consortium AFH (Additive Factory Hub). Lors de cette thèse, il s'agira d'établir cette relation, de savoir prédire l'anisotropie des propriétés mécaniques et de vérifier la pertinence des lois de comportement habituelles et de les modifier si besoin, et ce, pour un alliage austénitique de type acier inoxydable.

#### Résumé

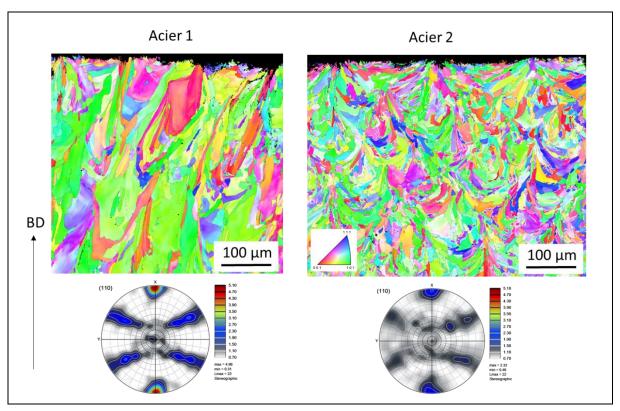
Dans un premier temps, seuls les matériaux issus de la technique L-PBF ont été analysés. Deux échantillons différents ont été élaborés au CEA Saclay avec des poudres différentes, et qui vont donner des microstructures différentes. Le choix de ces poudres s'est fait grâce aux travaux d'Aziz Chniouel au CEA Saclay [1]. Dans un premier temps, l'analyse microstructurale des deux aciers a été effectuée. Il en ressort que les aciers présentent des similitudes entre eux, mais aussi de grandes différences avec un acier forgé classique, comme une texture marquée, ou une structure intra-granulaire importante. Cependant les deux aciers présentent aussi des différences importantes comme une grande différence de taille de grain, de morphologie des grains et aussi de texture. Un lien entre ces particularités de microstructure et les propriétés mécaniques est proposé.

# Méthodes et résultats

Le 316L mis en forme par fabrication additive L-PBF est très étudié dans la littérature. Cependant, bien qu'il y ait toujours une description de la microstructure et des propriétés mécaniques associées, il manque une approche globale concernant l'impact des différents paramètres de la microstructure sur les propriétés mécaniques. Par rapport à la littérature, la force de ce travail est de comparer deux microstructures différentes issues de L-PBF. En effet, deux aciers sont élaborés au CEA Saclay dans les mêmes conditions de fabrications mais avec une composition de poudre différente. Après réception des échantillons, une analyse microstructurale multi-échelle a été effectuée :

- A l'échelle macro, pour voir l'empilement des cordons de fusion et l'étude des grains.
- L'échelle intra-granulaire et l'étude des cellules de solidification.
- L'échelle intra-cellulaire avec l'étude des particules de phase secondaire.

Des cartographies EBSD sur l'état brut de solidification sont présentées sur la figure ci-dessous pour les aciers nommés d'après le fournisseur de poudre SLM (acier 1) et pour l'autre Praxair (acier 2).



On peut observer plusieurs différences sur ces cartographies :

- Une taille de grain significativement plus grande dans Praxair que dans SLM.
- Une texture <110> selon la direction de fabrication plus prononcée dans SLM que dans Praxair.

Dans l'analyse des structures intra-granulaire, on retrouve des cellules de solidifications superposées à des cellules de dislocations comme observées dans la littérature. La taille de ces cellules est identique dans les deux aciers. De nombreux sous joints de grains sont aussi observés.

Pour l'analyse intra granulaire, des échantillons sont observés au TEM. Les principaux résultats de la littérature sont retrouvés tels que la ségrégation chimique aux joints des cellules ou la présence importante d'oxyde. Mais des éléments en plus sont apportés. De nombreux oxydes sont visibles et ceux-ci peuvent être assez petits <20 nm, les plus petits n'étaient pas forcément rapportés dans la littérature. Ces petits oxydes interagissent tous avec les nombreuses dislocations en présence dans le matériau et ils sont chargés en silicium et manganèse avec la plupart ont une structure amorphe.

L'analyse mécanique a été effectuée en prélevant des éprouvettes macroscopiques dans le cube dans différentes directions : selon la direction de fabrication donc verticale, ou orthogonale à celle-ci donc horizontale. On montre que dans les deux directions prélevées pour les deux aciers, les matériaux respectent les propriétés mécaniques imposées par la norme RCC-M du 316L faisant référence dans le domaine du nucléaire. Les deux matériaux présentent aussi une anisotropie mécanique, autant dans la limite d'élasticité que dans la ductilité : la direction horizontale est plus dure mais moins ductile. Ensuite, les deux matériaux ont une limite élastique bien plus grande qu'un acier forgé. Ceci est cohérent avec les données de la littérature qui explique cet effet durcissant par la quantité très importante de dislocations dans le matériau [2]. Les mécanismes de déformations sont étudiés et il est montré que les deux aciers se déforment aussi par maclage, ils possèdent donc le mécanisme de

déformation nommé TWIP. Des tests mécaniques sont aussi effectués sur différents traitements thermiques pour permettre de dissocier l'impact des oxydes, ou de la texture sur les propriétés mécaniques. Dans la littérature, il est souvent décrit que l'acier 316L élaboré par L-PBF est plus dur et plus ductile que son équivalent forgé [3], [4]. Ici, nous mettons plutôt en évidence que le 316 L-PBF est plus dur que son équivalent forgé, mais qu'il est moins ductile, et aussi que la différence de comportement entre les deux directions est essentiellement dû à la texture cristallographique.

#### **Exploitation** et valorisation

Le Cetim est un membre fondateur d'AFH (Additive Factory Hub) et aide depuis longtemps les entreprises à résoudre les problèmes liés à la fabrication additive. Acquérir des connaissances sur le lien entre le comportement mécanique et les microstructures héritées des procédés de fabrication additive est alors une thématique importante.

### Publications et références

- [1] A. Chniouel, « Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques. », Université Paris-Saclay, Paris, 2019.
- [2] T. Voisin *et al.*, « New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion », *Acta Materialia*, vol. 203, p. 116476, janv. 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2020.11.018.
- [3] Y. M. Wang *et al.*, « Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility *», Nature Mater*, vol. 17, n° 1, p. 63-71, janv. 2018, doi: 10.1038/nmat5021.
- [4] L. Liu *et al.*, « Dislocation network in additive manufactured steel breaks strength–ductility trade-off », *Materials Today*, vol. 21, n° 4, p. 354-361, mai 2018, doi: 10.1016/j.mattod.2017.11.004.

# Relation microstructure - comportement mécanique à rupture de pièces SLM et WAAM

Edouard de Sonis<sup>a,b</sup>, Sylvain Depinoy<sup>a</sup>, Anne-Françoise Gourgues<sup>a</sup>, Pierre-François Giroux<sup>b</sup>,
Laurent Chaffron<sup>b</sup>, Hicham Maskrot<sup>b</sup>, Flore Villaret<sup>c</sup>, Yang Shen<sup>c</sup>, Bernard Yrieix<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Centre des matériaux, Ecole Nationale des Mines de Paris

<sup>b</sup>CEA Saclay

<sup>c</sup>Département MMC, EDF R&D

#### Objectif

L'utilisation de la fabrication additive pour les industriels du marché de l'énergie est une opportunité importante. Cependant, l'utilisation de ces pièces présente encore de nombreuses difficultés à la fois aux niveaux des procédés, des propriétés obtenues et de leur qualification. Notamment, il est constaté que les propriétés mécaniques finales sont d'une part différente des homologues traditionnelles et d'autre part, anisotropes. L'origine de ces propriétés est la microstructure particulière héritée des spécificités des procédés, spécificités au premier rang desquelles on peut noter les vitesses de solidification, le caractère plus ou moins directionnel du dépôt. Pour pouvoir utiliser ces pièces dans des applications où les contraintes normatives sont fortes, il est nécessaire d'établir les liens de causalité entre la microstructure et les propriétés mécaniques à rupture. Ce besoin est partagé par les acteurs industriels du consortium AFH (Additive Factory Hub). Lors de cette thèse, il s'agira d'établir cette relation, de savoir prédire l'anisotropie des propriétés mécaniques à rupture et de vérifier la pertinence des lois de comportement habituelles et de les modifier si besoin, et ce, pour un alliage austénitique de type acier inoxydable.

#### Résumé

Dans un premier temps, seuls les matériaux issus de la technique L-PBF ont été analysés. Deux échantillons différents ont été élaborés au CEA Saclay avec des poudres différentes, et qui vont donner des microstructures différentes. Le choix de ces poudres s'est fait grâce aux travaux d'Aziz Chniouel au CEA Saclay. Dans un premier temps, l'analyse microstructurale des deux aciers a été effectuée. Il en ressort que les aciers présentent des similitudes entre eux, mais aussi de grandes différences avec un acier forgé classique, comme une texture marquée, ou une structure intra-granulaire importante. Cependant les deux aciers présentent aussi des différences importantes comme une grande différence de taille de grain, de morphologie des grains et aussi de texture. Comme l'anisotropie est plutôt un problème en fabrication additive, l'origine de ces microstructures très différentes a été étudiée. Enfin, les propriétés mécaniques de l'état brut de solidification ont été étudiées.

#### Méthodes et résultats

Le 316L mis en forme par fabrication additive L-PBF est très étudié dans la littérature. Cependant, bien qu'il y ait toujours une description de la microstructure et des propriétés mécaniques associées, il manque une approche globale concernant l'impact des différents paramètres de la microstructure sur les propriétés mécaniques à rupture. Par rapport à la littérature, la force de ce travail est de comparer deux microstructures différentes issues de L-PBF. En effet, deux aciers sont élaborés au CEA Saclay dans les mêmes conditions de fabrications mais avec une composition de poudre différente.

Une analyse microstructurale multi-échelle a été effectuée dans différents états :

- Après un revenu à 600 °C pendant 1 h
- Après un revenu à 600 °C pendant 1 h suivi d'un traitement d'hypertrempe à 900 °C pendant 1 h
- Après un revenu à 600 °C pendant 1 h suivi d'un traitement d'hypertrempe à 1200 °C pendant 1h

Ces différents traitements thermiques visent à permettre ensuite l'étude de l'effet des différentes échelles de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

La Figure 56 montre la disparition des cellules de dislocations, caractéristiques des fabrications LPBF, lors du traitement thermique à 900 °C pendant 1 h.

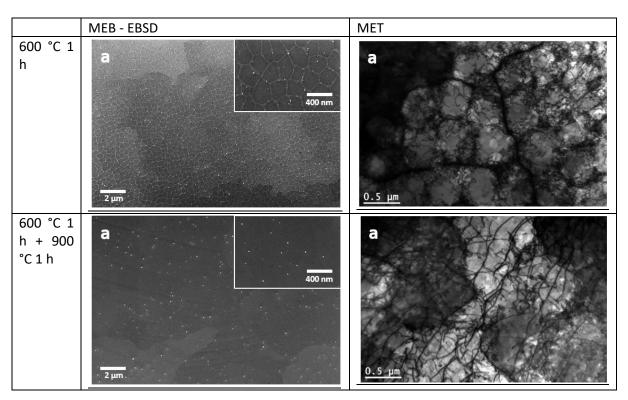


Figure 56 : évolution de la microstructure pour l'acier 316L après traitement thermique à 900 °C pendant 1h

La structure des grains n'est pas modifiée par ce traitement thermique à 900°C. Pour provoquer une recristallisation du 316L LPBF, il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique à plus haute température, 1200 °C par exemple (Figure 57).

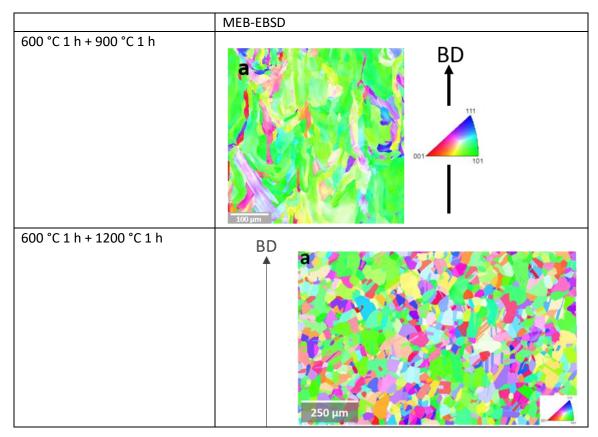


Figure 57 : évolution de la structure des grains après traitement thermique à 900°C ou 1200 °C pendant 1 h pour l'acier 316L.

Ainsi, la cinétique de recristallisation du 316L LPBF est très différente de celle d'un 316L fabriqué de manière conventionnelle.

L'obtention de ces différentes microstructures à partir d'un même échantillon par traitement thermique va ensuite permettre de séparer la contribution de chaque élément de la microstructure (cellules de dislocation et texture et morphologie cristallographique) aux propriétés mécaniques.

L'analyse mécanique est conduite en prélevant des éprouvettes dans un cube dans différentes directions : parallèle et perpendiculaire à la direction de fabrication. Les propriétés mécaniques à rupture sont évaluées à travers des essais de flexion par choc et de ténacité.

#### **Exploitation et valorisation**

Le Cetim est un membre fondateur d'AFH (Additive Factory Hub) et aide depuis longtemps les entreprises à résoudre les problèmes liés à la fabrication additive. Acquérir des connaissances sur le lien entre le comportement mécanique et les microstructures héritées des procédés de fabrication additive est alors une thématique importante.

# Maitrise de la fabrication additive de pièces métalliques de grande dimension en 1-4PH par Métal Binder Jetting (MBJ) pour l'industrie mécanique

Thomas CHENY<sup>a</sup>, Christophe COLIN<sup>b</sup>, Benoit VERQUIN<sup>c</sup>, Christophe REYNAUD<sup>c</sup>, Paul CALVES<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, Centre des Matériaux des Mines Paris, Evry

<sup>b</sup>Encadrant de thèse, Centre des Matériaux des Mines Paris, Evry

<sup>c</sup>Pôle 2AM, CETIM, Saint-Etienne

#### Objectif

Le sujet de thèse vise (i) à travailler sur la maîtrise dimensionnelle de pièces élaborées par Metal Binder Jetting (MBJ) en acier inox 316L et (ii) à augmenter la taille des pièces fabricables. Actuellement, la plupart des pièces produites en MBJ ont des masses relativement faibles (< 400g) et des tailles inférieures à un diamètre de 150mm. Ceci limite les cas d'emploi de pièces dans de nombreux domaines de la mécanique. L'objectif serait d'atteindre des pièces de près d'un kilogramme et de diamètre 200 mm, tout en contrôlant au mieux la répétabilité du procédé qui passe nécessairement par une optimisation de chaque étape : mise en couche, impression et séchage partiel, réticulation et fin de séchage, dépoudrage, déliantage et frittage naturel.

#### <u>Résumé</u>

La première année de thèse s'est articulée autour des problématiques de dépose de poudre, de mise en couche et d'impression du procédé MBJ. Les paramètres clés du procédé ont été définis et leur impact sur la qualité des pièces « à vert » (i.e. des pièces composées de métal et de ponts interparticulaires en polymère) a été quantifié. Des méthodologies ont été mises au point afin de mieux comprendre les phénomènes physiques qui interviennent dans les différentes étapes du procédé et en particulier comprendre les interactions poudre — liant au cours de l'impression et ainsi piloter plus finement le comportement des pièces « à vert » après les premières étapes du procédé. Tout l'enjeu de ce travail est de comprendre et d'optimiser les étapes clés du procédé afin d'obtenir une meilleure répétabilité, de meilleures propriétés mécaniques dans le cas des pièces à vert de « grandes » dimensions, mais aussi une plus grande maîtrise de l'évolution structurale et dimensionnelle des pièces de l'impression jusqu'au frittage.

### Méthodes et résultats

Le *Metal Binder Jetting* (MBJ) est un procédé d'impression 3D par projection de liant sur un lit de poudre. Après chaque mise en couche, une tête d'impression balaye l'ensemble du lit de poudre en projetant de fines gouttelettes de liant afin d'agglomérer les particules métalliques de façon sélective et ainsi obtenir un motif 2D de la forme souhaitée. Une fois la totalité des couches réalisées, la pièce 3D imprimée et entourée de poudre non imprimée est placée dans une étuve sous air à température contrôlée pour permettre la totale évaporation des solvants du liant et la réticulation du polymère. Après dépoudrage, une pièce « à vert » est obtenue. Cette pièce est suffisamment manipulable pour déterminer ses caractéristiques post-réticulation : dimensions, compacité, résistance en flexion quatre points ou encore fraction volumique de polymère au sein de la pièce. L'obtention de ses dimensions ainsi que de ses propriétés mécaniques finales s'effectue après une opération de déliantage puis de frittage. Le déliantage permet dans un premier temps de décomposer et d'éliminer complètement le polymère sans traces carbonées tandis que le frittage conditionne la densité et les propriétés mécaniques finales de la pièce.

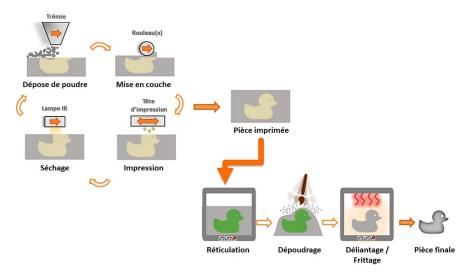


Figure 1 Schéma de principe du procédé Metal Binder Jetting (adapté de (Lores et al., 2019))

Le travail de thèse a commencé avec l'utilisation d'une poudre fine d'acier inox 316L (d10=3.74 $\mu$ m, d50=10.33 $\mu$ m, d90=21.59 $\mu$ m) afin d'optimiser au mieux toutes les étapes jusqu'à la réticulation. Cette poudre a été caractérisée par la recherche de la densité tapée/versée, la densité vraie au pycnomètre liquide et à gaz, la granulométrie laser en voie sèche et la morphologie en microscopie électronique à balayage.

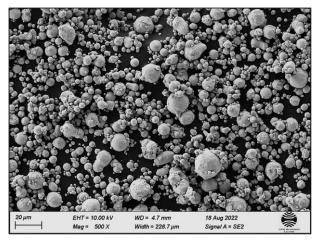


Figure 2 Imagerie MEB de la poudre de 316L utilisée (x500)

Tout d'abord, des méthodes ont été mises au point afin d'obtenir les grandeurs physiques pertinentes de l'étude de la dépose de poudre par trémie vibrante. La détermination du débit massique de poudre à différentes intensités de vibration de la sonotrode a été réalisée ainsi que l'étude de la diminution du débit massique au cours du temps d'écoulement et sa corrélation avec l'évolution décroissante de la pression s'appliquant sur la poudre. Des grandeurs physiques pertinentes telles que la masse surfacique de poudre déposée sur le plateau après passage de la trémie vibrante sur toute la longueur du plateau ont été introduites. De toutes ces grandeurs mesurées, l'épaisseur de poudre déposée peut être calculée en fonction de la vitesse de la trémie. Les irrégularités de dépose de poudre induites par le système de sonotrode ont été quantifiées. Une relation a été établie entre quantité de poudre déposée localement et compaction des échantillons par rouleau contre-rotatif, phénomène inhérent au mode de dépose par trémie mais pas ou peu étudié dans la littérature.

Concernant cet étalement/compaction de la poudre par rouleau contre-rotatif, les bénéfices apportés par la présence d'un système à double-rouleaux comparé à un simple rouleau ont été démontrés tant en termes de qualité des pièces « à vert » que d'homogénéité de leurs propriétés (compacité, résistance à la rupture...). L'influence des paramètres du procédé sur l'état de surface des pièces réticulées, sur le respect des cotes CAO, sur leur taux de porosité ainsi que sur leurs propriétés

mécaniques (flexion 4 points) a été étudiée. Le taux de porosité des pièces à vert est calculé à partir d'une nouvelle méthode développée au Centre des Matériaux. En effet, il a été démontré pendant les premiers mois de thèse que les méthodes traditionnelles de détermination de la porosité d'échantillons granulaires telles que la pycnométrie à gaz ou la méthode des trois pesées (méthode d'Archimède) n'étaient pas appropriées pour des échantillons réticulés dans lesquels des ponts de polymère sont présents. Le lit de poudre a lui aussi été caractérisé par l'évaluation de sa compacité. Une méthode dite « du creuset », tirée de la littérature (Elliott et al., 2016a) a été étudiée pour diverses géométries de creuset et améliorée afin de déterminer la compacité réelle du lit de poudre à différentes positions du plateau de fabrication. Des comparaisons entre lit de poudre et échantillons réticulés ont été effectuées. De nouvelles hypothèses ont alors été émises pour expliquer le comportement du liant aux étapes d'impression, de séchage et de réticulation et pour comprendre comment son interaction avec le milieu poreux entraîne des changements de cotes et de volume entre la pièce « à vert » et la pièce CAO désirée. De plus, de nouvelles réponses sont apportées afin d'expliquer le gradient de densité des pièces « à vert » dans la direction de fabrication (axe vertical Z) observé dans la littérature (Huber, Vogel and Fischer, 2021) mais aussi au cours de ces travaux. Une méthode est proposée pour améliorer l'homogénéité de la densité des pièces réticulées selon l'axe vertical de fabrication sur la machine ExOne Innovent+ du Centre des Matériaux, et l'effet bénéfique du système à double-rouleaux est une nouvelle fois démontré.

Cette étude de l'influence des paramètres du procédé sur les propriétés des pièces a permis de mettre en lumière les paramètres clés à prendre en compte lors de la fabrication de pièces réticulées. Si l'effet de paramètres tels que la vitesse d'avance des rouleaux contre-rotatifs ou la saturation en liant (définie comme le ratio entre le volume de liant et le volume de pores du lit de poudre) se retrouve déjà documenté dans la littérature (Chen et al., 2020; Sangouard, 2022), de nouvelles connaissances ont pu être apportées notamment sur l'évolution des propriétés mécaniques des pièces réticulées. Ces apports sont cruciaux pour la maîtrise de la fabrication de pièces de grandes dimensions pouvant facilement rompre sous leur propre poids à l'état réticulé. Le travail effectué a aussi abouti à la mise en évidence des compromis pertinents à identifier pour obtenir des pièces « à vert » manipulables, assez denses (~60% de densité relative) avec peu de surcotes et sans déformations, le tout en apportant une compréhension inédite de l'infiltration du liant dans le VER en conditions d'impression.

Pour finir, les impressions en MBJ faisant intervenir un liant composé de solvants et d'un polymère dissous, il a été nécessaire de caractériser les changements d'état du fluide par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) : évaporation des solvants, réticulation et déliantage du polymère. Cette analyse permet de déterminer les énergies massiques associées à chaque évènement thermique et les températures de début et de fin de ces évènements. Afin d'être au plus proche du procédé, cette DSC a été réalisée sur un ensemble liant+poudre à un niveau de saturation *vraie* en liant (saturation réelle indépendante des données machine) comparable à celui observé en cours d'impression.

DSC du liant sur un ensemble liant+poudre à saturation vraie de 74%

Essai	Température de début d'évènement (°C)	Température du maximum de l'évènement (°C)	Température de fin d'évènement (°C)	Aire du pic (J/g)	Phénomène
Poudre 316L (25,9 mg) +	25	40	66	-391	Evaporation
Liant Aquafuse (1,8	66	96	123	-79	Evaporation
mg) - Air ambiant	221	235	256	10	Réticulation
	306	348	380	548	Pyrolyse

Les perspectives de l'étude sont dans un premier temps de déterminer les dimensions et la forme du volume infiltré (i.e. du VER) par une goutte de liant en contact avec ses plus proches voisins dans les trois directions afin de prendre en compte l'effet des taux de recouvrement et du volume poreux réinfiltrable par le liant et ainsi mieux approcher la saturation en liant et donc l'excès de liant, la déformation et l'hétérogénéité spatiale de polymère réticulé dans la pièce « à vert ». En parallèle, il sera question de mettre en évidence les problématiques propres à la fabrication de pièces de grandes dimensions ainsi que de pièces étagées, tant aux étapes d'impression et de réticulation qu'au déliantage et au frittage. Il s'agira par exemple d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques des pièces « à vert » en fonction de leur taille ainsi que de déterminer la tenue mécanique minimale à assurer. L'influence du rapport surface/volume des pièces sur le temps de réticulation sera également étudiée. Enfin, il sera nécessaire de travailler sur le frittage de pièces de dimensions croissantes tout en reliant l'état du réticulé (déterminé par les conditions de mise en couche et d'impression) à l'état de la pièce frittée. La finalité est bien de maîtriser la chaîne du procédé afin d'aboutir à des pièces denses de grandes dimensions aux cotes et sans distorsions.

#### Exploitation et valorisation

Cette thèse permet de compléter les connaissances servant à comprendre l'influence des paramètres de fabrication et à dépasser les limites de taille des pièces actuellement obtenues par le procédé MBJ.

Les résultats contribueront à l'optimisation du design des pièces et à la définition des recettes de fabrication dans le cadre d'accompagnements au développement d'applications industrielles (prestations et études).

Des publications sont envisagées (articles et congrès).

#### Publications / références

- 1. Chen, H. *et al.* (2020) 'Packing quality of powder layer during counter-rolling-type powder spreading process in additive manufacturing', *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 153, p. 103553. Available at: https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2020.103553.
- Elliott, A.M. et al. (2016b) 'A Method for Measuring Powder Bed Density in Binder Jet Additive Manufacturing Process and the Powder Feedstock Characteristics Influencing the Powder Bed Density', in. University of Texas at Austin (2016 International Solid Freeform Fabrication Symposium). Available at: https://repositories.lib.utexas.edu/handle/2152/89652 (Accessed: 9 March 2022).
- 3. Huber, D., Vogel, L. and Fischer, A. (2021) 'The effects of sintering temperature and hold time on densification, mechanical properties and microstructural characteristics of binder jet 3D printed 17-4 PH stainless steel', *Additive Manufacturing*, 46, p. 102114. Available at: https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102114.
- 4. Lores, A. *et al.* (2019) 'A review on recent developments in binder jetting metal additive manufacturing: materials and process characteristics', *Powder Metallurgy*, 62(5), pp. 267–296. Available at: https://doi.org/10.1080/00325899.2019.1669299.
- 5. Sangouard, B. (2022) Compréhension et optimisation des premières étapes jusqu'au déliantage du procédé de Metal Binder Jetting pour la fabrication additive indirecte de pièces aéronautiques en IN718. Thèse. PSL.

# Multiaxial fatigue behavior of hight strenght steel obtained by additive manufacturing: influence of defects and microstructure

Sai Sreenivas PENKULINTIa\*, Nicolas SAINTIER<sup>b</sup>, Matthieu BONNERIC<sup>b</sup>, Thierry PALIN-LUC<sup>b</sup>,
Benoît VERQUIN<sup>c</sup>, Fabien LEFEBVRE<sup>c</sup>, Pascal GHYS<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Ph.D. student, I2M Bordeaux - ENSAM,

<sup>b</sup>Thesis supervisors, I2M Bordeaux - ENSAM,

<sup>c</sup>CETIM Managers,

<sup>d</sup>Senior Materials Expert, ALSTOM

### **Objectives**

Whether it's automotive, bio-mechanics, or aeronautical industry, additive manufacturing is already in reality due to its wide range of advantages. But limitations, like the influence of defects on the mechanical properties, mainly multiaxial fatigue behavior, are least addressed. The global objective of the thesis is to characterize and understand, along with the help of numerical models, the fatigue behavior of high-strength steel, known for its excellent tensile properties, as a function of defects under a multi-axial stress state. The subject is in collaboration with ALSTOM and from the industrial point of view, the purpose of this thesis is to use the results obtained after the fatigue test campaign and fractography analysis, and from the numerical simulations on standard and real component geometry, define a methodology to account for the specific defects that are critical for the fatigue behavior of the component fabricated additively.

#### <u>Summary</u>

An SLM (Selective Laser Melting - laser-based layer-by-layer additive manufacturing technique) process map study was carried out. At low energy density, LoFs (lack-of-fusion defects having complex shapes) and key-hole pores (defects having high sphericity/circularity) were observed. From the 2D statistical analysis of defects, one set of process parameters was chosen, which might be suitable for intentionally inducing the LoFs in the fatigue specimens and this will further be verified by the statistical analysis of CT scan data. In the second main part of the first-year thesis work, a fatigue test matrix was designed to address the following questions: influence of defect features and their anisotropy, and complex loading conditions on fatigue behavior. Using the already available defects' data on FA Ti64, to be familiar with the numerical tools, simulations are performed on real and ideal defects aiding to define a numerical methodology that will be used for the material studied in this project.

# Methodology and results

Additive Manufacturing (AM), continue to gain popularity in various industries like aerospace, automotive, naval, medical, etc. primarily due to its high degree of design freedom and resource efficiency compared to traditional techniques. Different AM techniques are the focus of interest from industry and academia. Particular importance is given to the SLM (Selective Laser Melting) process which uses metal powders and a high-energy laser source. Aside from the ability to make metal components out of a variety of alloys, the current success of this method can be attributed to the following factors: the ability to optimize the microstructure by altering the AM process parameters,

Email: sai\_sreenivas.penkulinti@ensam.eu

<sup>\*</sup> Corresponding author

high process flexibility, a short production time, and often considered as a material-saving technology because of the potential recycling of the raw material (e.g., reuse of unmelted metal powder).

Despite their high potential, one of the key challenges is mitigating defects, mainly when the additively manufactured structural parts are loaded under fatigue. SLM process parameters have a direct influence on the microstructure and formation of defects, and a few significant parameters are laser power (laser-related), scan speed and hatch spacing (scan-related), and layer thickness (powder-related parameters) [1]. There are several explanations for the formation of defects in the SLM process, and a few of the widely reported reasons are, at high laser power unstable vapour cavities are formed above the characteristic power density threshold leading to the formation of keyhole pores [2-4]. At high scan speed and low power and/or at constant power results in the formation of lack-offusion (LoF) defects due to the insufficient molten melt pool overlap resulting in unmelted particles (inclusions) and/or unfused regions [5]. A typical example of gas pore and LoF is shown in the below image. However, by keeping the hatch spacing and layer thickness constant and varying the laser power and scan speed, a region can be defined where supposedly fully dense specimens can be fabricated, it's often termed an "SLM processing window" and the process parameters are referred as "ideal process parameters".

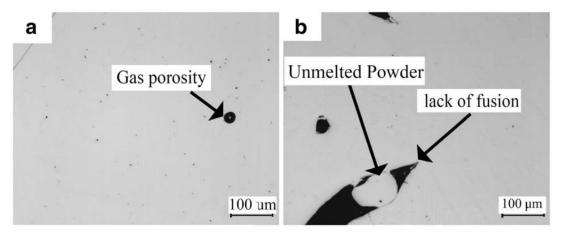


Figure 1 Optical microscope image of Inconel 718, (a) Gas pore and (b) LoF

Many studies [6, 7, 8, 9] have shown the detrimental effects of ideal/artificial defects under multi-axial loading, but the effects of complex-shaped defects are the least addressed. As mentioned in the 2D statistical analysis summary, choosing one set of deteriorated process parameters helps to induce LoF defects in the fatigue specimens, which are complex in shape. In doing so, the question of the effects of complex-shaped defects under multiaxiality will be addressed. Some of the results of multiaxial fatigue behaviour under the influence of defects extracted from the literature are:

- C36 steel specimens having artificial surface spherical and elliptical defects at different orientations were loaded under fully reversed tension and torsion loading. From the Kitagawa-Takahashi diagram, fatigue strength is decreasing as the defect size ( $\sqrt{area}$ ) is increasing and irrespective of the loading condition, defect geometry has no influence on the fatigue strength [6].
- 316L tubular specimens with artificial defects on the surface of the specimen were loaded under uniaxial and multiaxial loading conditions. It was observed that no critical defect size below which fatigue strength is unaffected was found whatever the loading condition may be. When the loading mode is changed from in-phase to out-of-phase, for the same defect size, fatigue strength is higher in the case of out-of-phase compared to in-phase loading, showing the influence of complex loading conditions on the fatigue strength in the presence of defect [10].

• Under combined tension-torsion loading at load ratio R = 0.1 and at the biaxial ratio of 1, a competition was distinguished between artificial and natural defects. As shown in the figure below, in lieu of an artificial defect, the specimen failed from a shrinkage cavity (complex-shaped defect) having a defect size less than the artificial defect [11]. This result also describes the criticality of complex-shaped defects compared to ideal/artificial defects.

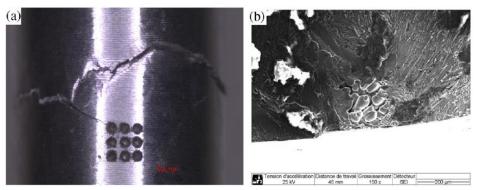


Figure 2 Material: Cast Al alloy (a) Specimen surface. (b) fracture surface [10].

An SLM process map study was performed to control the microstructure and defect population. To characterize the fatigue behavior as a function of defects, principally LoFs which are more critical than gas pores, just one defect population is inadequate. Moreover, the presence of defects is very unlikely when the specimens are fabricated using an ideal set of parameters and hence underlining the importance of fabricating the samples at different process parameters and understanding the resulting defects' density. Changing the volumetric energy density (ratio of laser power and product of scan speed, hatch spacing, and layer thickness) from low to high, small cubes for metallographic analysis and small cylinders for CT scans were fabricated. The results of the SLM process map are presented in the below image. The data points in the graph represent the power and scan speed parameters used to fabricate small cubes and small cylinders. And it can be noticed from the figure, at lower energy density, the wavy microstructure is observed, and the presence of numerous lack-of-fusion defects. At the ideal set of process parameters, VED of 65 J/mm3 in this case, melt-pool morphology is distinctly visible and defects (gas pore or LoF) are very low. Unclear melt-pool morphology at the highest energy density and there exists a high number of key-hole pores.

From the Vickers hardness measurements, the hardness value of the lowest VED specimen is 25% lower than the hardness value of the specimen fabricated using the ideal process parameter. It's 13.5% lower in the sample fabricated at the highest VED. This difference in hardness values indicates the impact of SLM process parameters on the microstructure.

It is widely reported in the literature that fatigue strength is mostly controlled by the defect population, especially the defect features that control the fatigue strength are size, position, morphology, and orientation. And the variation in this defect distribution leads to variation in fatigue strengths and hence the reason for scattering in fatigue strengths. Using standard experimental techniques to address the aforementioned problem, is time-consuming and not economically feasible. So, statistical analysis has proved successful to overcome such complexities.

Summary of the 2D statistical analysis of the defects:

- Probability of finding a large complex-shaped defect (LoF) in specimens fabricated at lower energy densities.
- One set of process parameters was chosen, which could be suitable for intentionally inducing LoFs in fatigue specimens. This is further verified by analysing the micro-CT scan data.

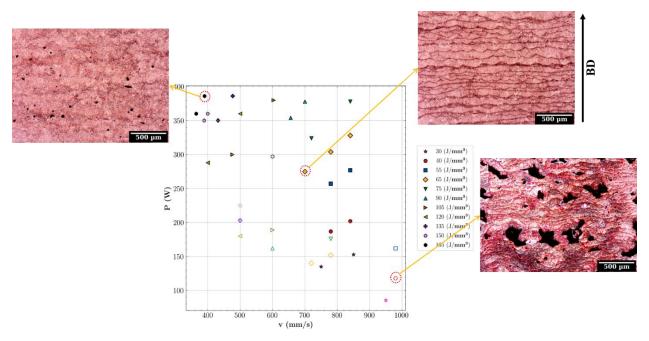


Figure 3 SLM process map of FA high-strength steel.

As a reminder, from the 2D and 3D statistical analysis of defects, one set of process parameters will be chosen to induce LoFs in one batch of fatigue specimens. Another batch of fatigue specimens will be fabricated using an ideal set of process parameters. All fatigue specimens will undergo stress relief, solid solution followed by tempering heat treatment and this not only allows for modification of the as-built microstructure but to have a similar microstructure between the 2 fatigue specimen batches even though they are fabricated at a different set of parameters.

The fatigue test matrix is designed to address the following questions: influence of defect anisotropy from the fabrication of specimens in the different build direction, influence of complex loading conditions on the fatigue strength. To be familiar with the numerical tools, using the Ti64 database, fatigue simulations are performed on real and ideal defect geometries at both uniaxial and multiaxial loading conditions. These simulations help to identify the defect features that are more critical for the fatigue strength and also to define an appropriate numerical methodology to be used for the alloy studied in this project.

It's also intended to study and understand the fatigue damage mechanisms under the Giga cycle fatigue regime, as fatigue strength decreases with an increase in the number of cycles and as industrial components are designed to last long, it's crucial to identify the damage mechanisms under very high cycle fatigue regime. And for the note, in the first place, Giga cycle fatigue specimens fabricated using ideal and deteriorated process parameters will be loaded only under fully reversed tensile loading conditions.

In the final part of the thesis, using the data of identified damage mechanisms from SEM, with the help of appropriate fatigue behavior prediction models, launching the numerical simulations on standard and real component geometry, in order to define a methodology to account for the specific defects, that are most critical for the safety and reliability of the structural component, in terms of size, morphology, position, and orientation.

#### **Exploitation and valorization**

The CETIM in collaboration with ALSTOM performed the mechanical characterizations (tensile, impact, hardness, and uniaxial fatigue tests) on FA high-strength steel samples, and the results made it possible to meet the criterion proposed by the ALSTOM for their structural part. This thesis, in

collaboration with CETIM and ALSTOM, continues the work to study the multiaxial fatigue behavior of FA high-strength steel parts under the influence of defects that are formed during the fabrication. The tools and models/methodologies developed in this thesis will be used by CETIM to offer ALSTOM to account for the specific defects that are most critical for fatigue behavior.

#### **References**

- [1] N.T. Aboulkhair, N.M. Everitt, I. Ashcroft, C. Tuck, Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting, Addit. Manuf. 1 (2014) 77–86.
- [2] C. Zhao, N.D. Parab, X. Li, K. Fezzaa, W. Tan, A.D. Rollett, T. Sun, Critical instability at moving keyhole tip generates porosity in laser melting, Science (80-.) 1086 (2020) 1080–1086.
- [3] R. Cunningham, C. Zhao, N. Parab, C. Kantzos, J. Pauza, K. Fezzaa, T. Sun, A. D. Rollett, Keyhole threshold and morphology in laser melting revealed by ultrahigh-speed x-ray imaging, Science (80-.) 363 (2019) 849–852, https://doi.org/10.1126/science.aav4687.
- [4] C. Zhao, K. Fezzaa, R.W. Cunningham, H. Wen, F. De Carlo, L. Chen, A.D. Rollett, T. Sun, Real-time monitoring of laser powder bed fusion process using high-speed X-ray imaging and diffraction, Sci. Rep. 7 (2017) 1–11, https://doi.org/10.1038/s41598-017-03761-2.
- [5] M. Tang, P.C. Pistorius, S. Narra, J.L. Beuth, Rapid Solidification: Selective Laser Melting of AlSi10Mg, Jom. 68 (2016) 960–966, https://doi.org/10.1007/s11837-015-1763-3.
- [6] Billaudeau, T., Y. Nadot, and G. Bezine (2004). "Multiaxial fatigue limit for defective materials: mechanisms and experiments". In: Acta Materialia 52.13, pp. 3911–3920. issn: 1359-6454. doi: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.05.006.
- [7] Roy, M.J. et al. (2011). "Multiaxial Kitagawa analysis of A356-T6". In: International Journal of Fatigue 33.6, pp. 823–832. issn: 0142-1123. doi: https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2010.12.011.
- [8] Dias, A.L., C. Bemfica, and F.C. Castro (2022). "Multiaxial high cycle fatigue of 304L stainless steel with a small defect". In: International Journal of Fatigue 156, p. 106698. issn: 0142-1123. doi: https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106698.
- [9] Guerchais, R. et al. (2015). "Influence of the microstructure and voids on the high-cycle fatigue strength of 316L stainless steel under multiaxial loading". In: Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 38.9, pp. 1087–1104. doi: https://doi.org/10.1111/ffe.12304.
- [10] Guerchais, R. et al. (2015). "Influence of the microstructure and voids on the high-cycle fatigue strength of 316L stainless steel under multiaxial loading". In: Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 38.9, pp. 1087–1104. doi: https://doi.org/10.1111/ffe.12304. eprint: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/ffe.12304.
- [11] Mu, P. et al. (2014). "Multiaxial fatigue design of cast parts: Influence of complex defect on cast AS7G06-T6". In: Engineering Fracture Mechanics 131, pp. 315–328. issn: 0013-7944. doi: https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.08.007.

# Procédé

# Mise en forme en température d'alliages d'aluminium à durcissement structural

Sylvain ROYNE<sup>a\*</sup>, Hervé LAURENT<sup>b</sup>, André MAILLARD<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, laboratoire IRDL UMR - CNRS 6027, Lorient, Université Bretagne Sud <sup>b</sup>Directeurs de thèse, IRDL UMR - CNRS 6027, Lorient <sup>c</sup>Responsable technique, pôle SPI - Métaux en feuilles, CETIM, Senlis

#### Objectif

Les industries automobile et aéronautique sont actuellement contraintes de trouver des solutions pour réduire l'impact environnemental des véhicules et des avions. Ceci est possible par une réduction de leurs poids et donc des émissions de CO2 en utilisant des alliages d'aluminium qui présentent un très bon rapport résistance/masse. Malheureusement, la formabilité des alliages d'aluminium est réduite à température ambiante et leur retour élastique est plus important que celui des aciers. Une solution est la mise en forme à mi-chaud (200°C environ) qui permet de réduire significativement ces deux défauts (H.Laurent, 2015) (Hui WANG, 2012). Cependant, avec ce procédé, les outils de formage sont plus complexes à réaliser avec des phases de mise au point plus longues que les outils classiques. La possibilité d'associer à la phase de conception de l'outil encore très empirique la simulation de l'opération permettrait alors d'accélérer leur développement et de réduire les coûts associés. L'objectif principal de la thèse est de proposer un outil numérique prédictif afin de pouvoir évaluer par anticipation et mieux concevoir l'outil de formage à mi-chaud. À ce titre, il est prévu de développer des simulations de l'emboutissage à mi-chaud, de réaliser des essais d'emboutissage expérimentaux sur les moyens d'essais multi-step du CETIM et des essais de caractérisation thermomécanique des matériaux.

### <u>Résumé</u>

La thèse est divisée en 3 grands points et se concentre sur l'étude d'un alliage d'aluminium 7075-T6 en température (TA à 200°C) sous différentes conditions. La première partie consiste en la réalisation d'essais expérimentaux et de simulation numérique pour étudier l'influence de différents paramètres sur le retour élastique. L'influence de la température, du coefficient de fortement et de la vitesse de déformation ont pu être établie (S Royne, 2022). La deuxième partie de thèse vise à étudier l'influence de la température sur les différentes caractéristiques mécaniques du matériau. Il a pu être montré que le temps de maintien maximum à 200°C est de 10 secondes afin de pouvoir conserver les caractéristiques mécaniques de l'alliage à l'état T6. Enfin, la dernière partie est l'étude expérimentale et numérique d'un godet en deux étapes. Les essais expérimentaux et la simulation numérique ont permis de déterminer que à TA, le godet n'est pas formable et se casse lors de la première étape alors que à 200°C l'emboutissage se réalise correctement.

#### Méthodes et résultats

#### Caractérisation thermomécanique

La première étape, afin de réaliser des simulations numériques, est d'obtenir le comportement thermomécanique du matériau puisque l'emboutissage est réalisé en température. Les essais de caractérisation thermomécanique ont été réalisés sur un aluminium 7075-T6 sur une machine de

Adresse email: sylvain.royne@univ-ubs.fr

<sup>\*</sup>Auteur correspondant Téléphone : 06 21 83 55 52

traction Gleeble 3500 équipée d'une cellule de force de 100 kN et qui chauffe la pièce par effet joule. Les déformations sont mesurées par un système de corrélation d'image (Aramis).

Le but de ces essais de caractérisation a été de mieux comprendre l'évolution mécanique du matériau en fonction de la vitesse de déformation, de la température et de la direction de traction. Pour cela, 4 températures ont été utilisées (Température Ambiante (TA),  $100^{\circ}$ C,  $150^{\circ}$ C et  $200^{\circ}$ C), 5 vitesses de déformation ( $2.10^{-4}~s^{-1}$ ,  $2.10^{-3}~s^{-1}$ ,  $2.10^{-2}~s^{-1}$ ,  $0.2~s^{-1}$ ,  $0.2~s^{-1}$ ) et 3 directions de traction (DL, DT et  $45^{\circ}$ ).

Ces essais ont montré que la réponse mécanique du 7075-T6 est dépendante des trois facteurs préalablement cités. En effet, plus la température augmente plus la limite élastique, Rp0,2, diminue tandis que l'allongement à rupture, A, augmente (VoirFigure 58 : Courbes contrainte-déformation vrai en fonction des 4 températures considérées pour une vitesse de déformation de  $2.10^{-4}\,s^{-1}$  Figure 58). Pour ce qui est de la vitesse de déformation, elle a peu d'influence à TA tandis que son influence augmente avec la température (Voir Figure). Ce qui se traduit par une augmentation du Rp0.2 et une diminution du A au fur et à mesure que la vitesse de déformation augmente. Enfin, la direction de traction a peu d'influence à TA mais à

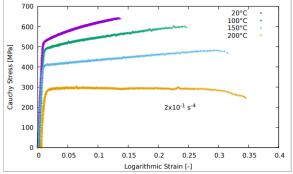


Figure 58 : Courbes contrainte-déformation vrai en fonction des 4 températures considérées pour une vitesse de déformation de  ${\bf 2.10^{-4}\ s^{-1}}$ 

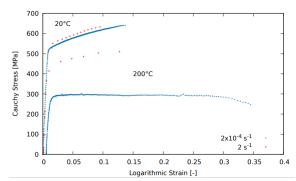


Figure 2: Courbes contrainte-déformation vrai pour 2 vitesses de déformation  ${\bf 2.10^{-4}~s^{-1}~et~2.s^{-1}}$  et pour 2 températures (TA et 200°C)

plus haute température, une élévation du Rp0.2 et une diminution du A est observée (Voir Figure 3).

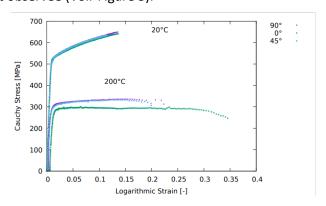


Figure 3 Courbes contrainte-déformation vrai suivant les direction DL, DT et DD pour 2 températures (TA et 200°C) pour une vitesse de déformation de  ${\bf 2.10^{-4}\ s^{-1}}$ 

#### Essais de conductivité/dureté

Le formage à mi-chaud fait intervenir la température lors du processus d'emboutissage. Température qui peut dégrader les caractéristiques du matériau en sortie de presse si les paramètres du processus (vitesse de chauffe, temps de maintien et vitesse de refroidissement) sont mal optimisés et cela afin d'éviter toutes reprises ultérieures par des traitements thermiques, augmentant considérablement le temps de fabrication et le cout de production.. (S.B. Pankade, 2018)

Pour analyser les effets de la température sur le comportement du 7075-T6 après emboutissage, des essais de dureté, de conductivité électrique et de traction ont été réalisés en faisant varier les paramètres cités ci-dessus. Pour cela des cycles thermiques représentatifs d'un procédé d'emboutissage en température ont été effectués sur la machine Gleeble. Les différentes combinaisons des essais sont résumées dans le tableau 1 et les courbes expérimentales des différents paramètres utilisés pour un temps de maintien de 10 secondes sont visibles figure 5.

	Vitesse de chauffe	Vitesse de refroidissement	Temps de maintien
Condition 1	250°C/s	2°C/s	1s , 2s, 5s, 10s, 30s,
			60s,120s et 600s
Condition 2	250°C/s, 6.6°C/s et 13.3°C/s	2°C/s	2s, 10s et 30s
Condition 3	250°C/s	2°C/s, 20°C/s et 50°C/s	2s, 10s et 30s

Tableau 1 Résumé des différentes conditions d'essais (Vitesse de chauffe, vitesse de refroidissement et temps de maintien) utilisées sur la machine Gleeble 3500.

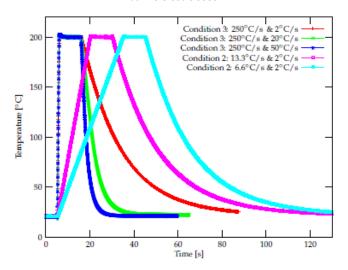


Figure 5 Température mesurée par le thermocouple TC1 pour un temps de maintien de 10s pour différentes vitesses de chauffe et vitesses de refroidissement

Il apparait qu'un temps de maintien inférieur à 10s permet de conserver les caractéristiques mécaniques qui restent en conformité avec un aluminium 7075 état T6 selon la norme NF EN 485-2 . De plus, ces essais ont permis de déterminer que la vitesse de chauffe et la vitesse de refroidissement avaient peu d'impact sur les propriétés mécaniques. Il est donc nécessaire, pour optimiser le processus d'emboutissage, de réduire au maximum le temps de maintien en température et donc par corrélation le temps d'emboutissage.

Modélisation numérique de l'emboutissage à chaud d'un godet en deux étapes et essais expérimentaux Une fois les propriétés thermomécaniques et les paramètres thermiques du procédé d'emboutissage obtenues des essais expérimentaux ainsi que des simulations numériques sont réalisés.

Pour cela, un nouveau dispositif d'emboutissage en température en deux étapes a été développé par A. Maillard. et C. Piat. du CETIM Senlis en collaboration avec H. Laurent, N. Demazel et S. Royne de l'IRDL Lorient. Le dispositif est composé d'une opération de tablage (Figure 6) qui permet de chauffer le flan de TA à la température cible en 0,5 seconde environ et de deux opérations d'emboutissage (Figure 7). Les différents éléments qui composent le dispositif sont chauffés à l'aide de cartouches chauffantes dans les outils. Le contrôle et l'acquisition de la température des outils sont réalisés via des thermocouples insérés dans les outils et enfin le contrôle de la température du flan durant les opérations d'emboutissage se fait grâce à deux pyromètres positionnés dans la matrice. La gamme du procédé est visible figure 8

# Pyromètre OP 20



Figure 6 Outil de tablage mise en place sous la presse permettant la chauffe de la tôle par contact



Figure 7 Outils d'emboutissage mise en place sous la presse, OP 20 à gauche et OP 30 à droite

Figure 8 Différentes étapes d'emboutissage. A gauche le flan initial, au milieu le flan embouti après l'OP 20 et à droite la pièce finale

Des simulations numériques des deux opérations d'emboutissages sont réalisées et montrent qu'à TA, la pièce fissure lors de la première opération tandis qu'a 200°C les deux étapes d'emboutissages se passe correctement. Ces résultats ont été confirmés expérimentalement. D'autres essais expérimentaux ont été réalisés pour des températures de 100°C et 150°C et ont montrés qu'à 100°C la faisabilité de la pièce est très aléatoire. En effet, certaines pièces lors de l'opération deux d'emboutissage se fissure tandis que d'autre sont emboutissables laissant supposer que nous sommes dans les limites mécaniques du matériau à cette température alors que pour 150°C, la pièce est emboutissable en deux étapes.

#### **Exploitation et valorisation**

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont pour but d'optimiser le processus de mise en forme en température. Les essais de conductivité électrique/dureté et de traction ont permis de déterminer le temps maximum nécessaire pour réaliser l'emboutissage en température et ces résultats feront l'objet d'une publication. Les simulations numériques permettent de mieux appréhender l'emboutissage et de définir les différents paramètres qui vont influencer sur la formabilité de l'embouti.

#### Références

H.Laurent, J. (2015). Experimental and numerical studies on the warm deep drawing of an Al–Mg alloy. *International Journal of Mechanical Sciences*, 59-72. Retrieved from International Journal of Mechanical Sciences

Hui WANG, Y.-b. L.-h. (2012). Warm forming behavior of high strength aluminum alloy AA7075. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 1-7.

S Royne, H. L. (2022). U-channel forming of an 7075-T6 in warm conditions. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.

S.B. Pankade, D. K. (2018). The influence of heat treatments on electrical conductivity and corrosion performance of AA 7075-T6 aluminium alloy. *Procedia Manufacturing*, 53-58.

# Mise en place d'un procédé intelligent de suivi d'usure des outils de découpage

Jean RIZK<sup>a</sup>, Mohamed RACHIK<sup>b</sup>, André MAILLARD<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Doctorant, laboratoire ROBERVAL-UTC / pôle SPI-CETIM

<sup>b</sup>Directeur de thèse, laboratoire ROBERVAL - Université de Technologie de Compiègne (UTC)

<sup>c</sup>Encadrant industriel, pôle SPI, CETIM, Senlis

#### Objectif

Les travaux de la thèse s'inscrivent dans le cadre de la transition industrielle vers le concept de « l'industrie 4.0 » qui consiste en une automatisation continue des procédés industriels et des fabrications conventionnelles grâce à diverses technologies intelligentes modernes, comme l'intelligence artificielle (IA) [1]. Un principe important de cette technologie consiste à utiliser des méthodes d'analyses basées sur des données collectées du process et des modèles de type métamodèles ou IA pour pouvoir suivre et prédire l'état des outils sans avoir recours à l'intervention humaine. La finalité technologique de la thèse est de développer un procédé intelligent capable de suivre l'état d'usure des outils de découpage à travers l'analyse de signaux mesurés sur la presse. Un objectif important, qui constitue aussi la partie innovante de la thèse, consiste à enrichir l'immense set de donnés mesurés par des résultats obtenus à travers la simulation numérique du découpage dans le but d'augmenter la précision du modèle de prédiction d'usure.

#### Résumé

La première partie du travail de thèse a consisté en l'établissement d'une étude bibliographique détaillée qui porte sur les différents volets de la thèse, notamment sur le procédé de découpage, l'usure des outils de découpage, le lien entre l'usure et les différents paramètres de découpe, la simulation numérique de la rupture de la tôle par cisaillement ainsi que les techniques d'apprentissage développés pour le suivi d'usure des outils de découpage. La deuxième partie s'est quant à elle focalisée sur la simulation numérique du découpage dans le but de prédire le signal d'effort de découpage qui constitue le signal à priori le plus important dans le suivi d'usure des outils. Dans cette deuxième partie, une étude préliminaire par la simulation a été menée en s'aidant d'un logiciel de calcul par éléments finis (ABAQUS) selon deux approches simplifiées, sans et avec endommagement. Le but étant de prendre en main la technique de simulation jusqu'à l'effort maximum de découpage et de retrouver des influences issues de la bibliographie de paramètres représentant l'usure sur l'effort. Les travaux actuellement en cours traitent de la prédiction numérique (sur ABAQUS aussi) de la rupture de la tôle en calibrant un modèle d'endommagement arbitraire avec des résultats expérimentaux.

#### Méthodes et résultats

#### 1. Résumé de l'étude bibliographique :

#### a) Généralités sur le procédé de découpage

Le procédé de découpage est un procédé de fabrication qui consiste à détacher un contour donné d'une tôle par cisaillage. Cette opération se fait sur une presse sur laquelle la tôle est posée sur une matrice et maintenue par un serre flan (aussi appelé devêtisseur) qui permet l'extraction du poinçon lors de la phase de remontée qui suit la découpe. La Figure 1 présente un schéma de principe du découpage.

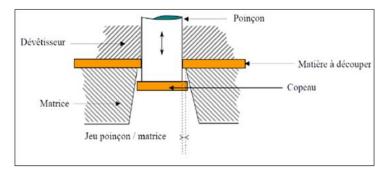


Figure 59 - Schéma de principe du procédé de découpage [2].

Généralement, une opération de découpage peut être décomposée en deux étapes. La première étape représente la phase de descente du poinçon aussi dite « phase de découpage de la tôle ». Durant cette phase, le poinçon entre en contact avec la tôle sur son arête de coupe et la tôle est déformée jusqu'à atteindre sa rupture définitive. Après la rupture de la tôle, un phénomène de retour élastique apparait dans la tôle qui résulte de la déformation plastique de la zone du bord découpé et engendre une pression latérale sur le poinçon. La deuxième étape représente la phase de remontée du poinçon aussi appelée « phase de dévêtissage ». Durant cette phase, le poinçon entre en frottement avec le bord découpé de la tôle en raison de la pression exercée par ce dernier et ceci cause l'essentiel de l'usure du poinçon au fur et à mesure de son utilisation.

La qualité du bord découpée est l'aspect qui intéresse le plus les industriels puisqu'ils la considèrent comme étant un indicateur de la qualité globale de la découpe. La Figure 2 montre l'aspect général d'un bord découpé qui est généralement composé de plusieurs zones.

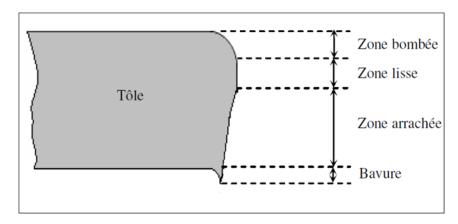


Figure 60 - Aspect général d'un bord découpé [3].

La qualité d'un bord découpé se caractérise généralement par :

- > La dimension de la bavure.
- L'écrouissage du matériau à proximité du bord découpé.
- La variation dimensionnelle du trou après la découpe (due au retour élastique du bord découpé).
- L'aspect du bord découpé (dimensions des zones bombée, lisse et arrachée).

Plusieurs paramètres influent sur le procédé de découpage. Le jeu poinçon/matrice représente un paramètre prépondérant qui est défini comme étant la différence dimensionnelle entre le rayon du poinçon et celui de la matrice exprimée souvent en pourcentage de l'épaisseur de la tôle [4]. L'usure de l'outil modifie de son côté les rayons des arêtes tranchantes du poinçon et de la matrice, ce qui

influe à la fois sur les efforts et sur la qualité de la pièce découpée. D'autres paramètres sont aussi importants à citer comme la vitesse de découpe, le matériau découpé, le matériau de l'outil, l'épaisseur de la tôle et la lubrification utilisée.

La thèse pourrait se focaliser sur la phase de dévêtissage du poinçon.

## b) Aspects tribologiques et mécanisme d'usure en découpage

Dans les systèmes tribologiques, il existe plusieurs formes d'usure qui peuvent être classés en quatre catégories qui semblent être les plus fréquentes [5]: Usure par abrasion, usure par adhésion, usure par fatigue et usure par corrosion. Lind et al. [6] ont étudié le mécanisme d'usure des poinçons de découpages. Ils expliquent que les usures par abrasion, par adhésion et par fatigue. Contribuent à la dégradation des outils de découpage. Molitor et al. [7] étudient aussi le mécanisme d'usure des outils en découpage et mentionnent que l'usure par abrasion représente le type d'usure le plus fréquent et le plus important à suivre puisqu'il influence directement le rayon de l'arête de coupe du poinçon ainsi que la qualité du bord découpé et la dimension de la bavure. Le déroulement de la thèse s'orientera donc sur le suivi de ce type d'usure dans un premier temps.

#### c) Influence de l'usure sur l'effort découpage et la qualité du bord découpé

Hambli [8] a étudié l'influence de l'usure sur l'effort de découpage. Il a pu démontrer qu'une augmentation de l'état d'usure du poinçon engendre une augmentation de l'effort maximal de découpage, une augmentation de l'effort de dévêtissage ainsi qu'un retard de la rupture (augmentation de la pénétration à rupture du poinçon).

De son côté, Totre [9] a étudié l'influence de l'usure sur la qualité de la pièce découpé et a trouvé qu'une augmentation de l'usure de l'outils augmente la dimension de la bavure, de la zone lisse et de la zone bombée et diminue la dimension de la zone arrachée. L'usure de l'outil influe aussi sur l'écrouissage du matériau dans le voisinage du bord découpé puisque l'augmentation de l'usure de l'outil engendre une augmentation de l'étendue de la zone où on observe une augmentation de la dureté.

Les travaux de la thèse pourraient s'orienter sur l'utilisation de ces grandeurs dans le but d'appliquer un suivi indirect de l'usure.

#### d) Mécanique d'endommagement et modèles numériques

Selon la littérature [10], il existe deux mécanismes de rupture principaux : la rupture fragile (par clivage) et la rupture ductile. La rupture ductile est associée à de grandes déformations plastiques.

En se basant sur le phénomène physique de la rupture ductile, plusieurs travaux ont proposé divers modèles numériques d'endommagement dont le but est de prédire au mieux la rupture. Ces modèles peuvent être classifiés en deux grandes catégories : les modèles couplés et les modèles découplés. Il existe deux types principaux de modèles couplés : le modèle de Gurson et le modèle de Lemaitre. Ces modèles couplent l'endommagement avec la loi de comportement du matériau et influence donc ses paramètres matériau (Module d'Young, Limite Elastique ...). Les modèles découplés sont aussi appelés les « critères de rupture ». Ces modèles consistent à calculer une grandeur d'endommagement à chaque pas de temps qui devra atteindre une certaine valeur limite pour éliminer l'élément en question du calcul. Tekkaya [11] présente une revue des modèles les plus utilisés en mise en forme des tôles. Les modèles découplés ont l'avantage d'être simple à implémenter et à calibrer et sont par conséquent utilisés notamment par les industriels, nous nous orienterons donc sur cette voie.

#### e) Modèles de prédiction d'usure

Pour assurer un suivi intelligent de l'usure des outils de découpage, les travaux précédents se basent sur l'utilisation des méthodes d'intelligence artificielle pour prédire l'usure de l'outil à partir de mesures de signaux provenant de la presse, comme l'effort de découpage, des signaux vibratoires ou encore des émissions acoustiques. Ces travaux se distinguent par la stratégie de quantification de l'usure en sortie du modèle, qui peut être une quantification discrète (on parle de « classes d'usure ») ou continue (l'usure représente une variable continue). A titre d'exemple, Niemietz [12] présente l'usure comme étant une variable continue et utilise un algorithme de Deep Learning (AutoEncodeur Convolutif) pour suivre cette usure. Niessner [13] quant à lui classifie les données mesurées selon seize classes d'usure et utilise cette classification pour conclure sur la sévérité de l'usure de l'outil. Des réflexions sont en cours par rapport à l'orientation des travaux de la thèse en termes de l'approche de prédiction intelligente.

### 2. Premières études numériques du découpage réalisées sur ABAQUS :

En se basant sur l'étude bibliographique, il a été identifié que l'effort de découpage est un signal qui varie fortement avec l'usure de l'outil, il peut donc être utilisé pour suivre cette usure. Les travaux précédents ont montré que l'usure de l'outil peut être pris en compte numériquement en augmentant le rayon de l'arête tranchante du poinçon ou encore en considérant une forme conique pour le flanc frotté du poinçon (cf Figure 3)

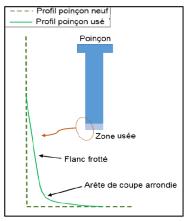


Figure 61 - Modifications de la géométrie d'un profil de poinçon usé [3].

Pour étudier numériquement l'effet de l'usure sur l'effort de découpage, l'angle de l'arête de coupe ainsi que l'angle du flanc frotté ont été modifiés séparément. Les courbes d'effort correspondantes sont présentées ci-dessous :

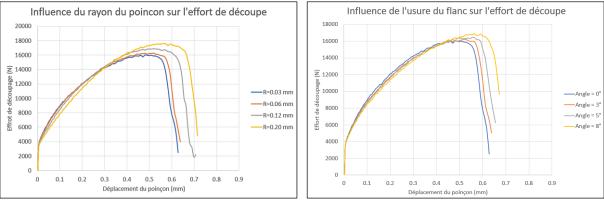


Figure 62 - Influence de l'usure du poinçon sur la courbe d'effort de découpage

Ces résultats préliminaires retrouvent les constatations bibliographiques puisque, en augmentant l'usure de l'outil (à travers le rayon de l'arête ou l'angle du flanc frotté), l'effort maximal de découpage augmente ainsi que la pénétration à rupture (rupture retardée).

#### **Exploitation et valorisation**

- Valorisation par les publications :

  Dans le cadre de la thèse, nous envisageons de participer à deux conférences internationales et de publier un ou deux articles dans des revues internationales à comité de lecture.
- Amélioration de la connaissance du Cetim dans le domaine :
  - 1) Elaboration d'une méthodologie de suivi d'usure performante et industrialisable
  - 2) Emploi de méthodologies innovantes de prédiction d'usure.
  - 3) Améliorations des modèles de simulation numérique du découpage pour accéder aux sollicitations de l'outil en lien avec son usure.
- Comment les résultats de la thèse seront exploités par le pôle / Cetim :
  - 1) Présentations des résultats aux industriels à travers la commission DFMF (bilans), du FIMMEF (assises).
  - 2) Communications via des publications.
  - 3) Mise en place d'un démonstrateur (presse CETIM).
  - 4) Formations et assistances techniques (sur les contrôles de process).
  - 5) Liens avec le PSS servo-presse (axes 3 et 4).

### Publications / références

- 1. Reliable industry 4.0 based on machine learning and IOT for analyzing, monitoring, and securing smart meters. . Elsisi, M., Mahmoud, K., Lehtonen, M., & Darwish, M. M. 2021, Sensors, 21(2), 487.
- 2. Découpabilité du cuivre et des alliages cuivreux. **Gréban, F.** 2006.
- 3. Etude théorique et expérimentale de l'usure des outils de découpe: influence sur la qualité des pièces découpées. **Makich, H.** 2011.
- 4. Découpage des tôles à la presse. MAILLARD, A. 2009, Ed. Techniques Ingénieur.
- 5. Usure des contacts mécaniques-Maîtrise de l'usure et du frottement. CARTIER, M., & KAPSA, P. 2001.
- 6. Description of punch wear mechanism during fine blanking process. Lind, L., Peetsalu, P., Põdra, P., Adoberg, E., Veinthal, R., & Kulu, P. 2010, In Proc. 7th International Conference DAAAM Baltic Industrial Engineering (pp. 504-509).
- 7. Workpiece image-based tool wear classification in blanking processes using deep convolutional neural networks. . Molitor, D. A., Kubik, C., Hetfleisch, R. H., & Groche, P. 2022, Production Engineering, 1-12.
- 8. Etude expérimentale, numérique et théorique du découpage des tôles en vue de l'optimisation du procédé. **Hambli, R.** 1996.
- 9. An overview of factors affecting in blanking processes. **Totre, A., Nishad, R., & Bodke, S.** 2013, International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering (IJETAE), 3(3), 390-395.
- 10. Some microstructural aspects of ductile fracture of metals. **Wciślik, W., & Pała, R.** 2021, Materials, 14(15), 4321.
- 11. Damage in metal forming. Tekkaya, A. E., Bouchard, P. O., Bruschi, S., & Tasan, C. C. 2020, CIRP Annals, 69(2), 600-623.
- 12. Autoencoder based wear assessment in sheet metal forming. Niemietz, P., Unterberg, M., Trauth, D., & Bergs, T. 2021, In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 1157, No. 1, p. 012082). IOP Publishing.
- 13. A data-driven methodology for separately quantifying the effects of tool wear of upper and lower tool on the quality of cut surfaces in shear cutting processes. **Niessner, S., & Liewald, M.** 2022.

# **Composites**

# Caractérisation de interfaces de soudage dans les composites thermoplastiques

Noé RESTIF<sup>a</sup>, Frederic JACQUEMIN<sup>b</sup>, Federica DAGHIA<sup>c</sup>, Mael PERON<sup>d</sup>, Suzanne LAIK<sup>e</sup>

<sup>a</sup>Doctorant CETIM – Institut de recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM), Nantes Université

<sup>b</sup>Directeur de thèse : (GeM), I.U.T. de Saint-Nazaire – Nantes Université

<sup>c</sup>Co-directrice de thèse : LMPS, ENS Paris-Saclay - Université Paris-Saclay

<sup>d</sup>Encadrant de thèse : (GeM), I.U.T. de Saint-Nazaire – Nantes Université

<sup>e</sup>Responsable technique, pôle IPC, CETIM, Technocampus Composite, Bouguenais

#### Objectifs

Depuis plusieurs années, les matériaux composites à matrice thermoplastique (CTP) voient leur utilisation prendre une part de plus en plus importante dans différents secteurs incluant notamment les industries aéronautique et automobile. Ils tendent ainsi à remplacer les composites à matrice thermodurcissable (CTD), car ils présentent de nombreux avantages tels qu'une meilleure résistance à l'impact et une recyclabilité et réparabilité potentielle dues à leur nature thermoplastique, leur permettant d'être remodelés à chaud. La mise en forme des structures en CTP se fait par superposition de plusieurs couches assemblées par soudage. Certains procédés permettent de fabriquer des pièces complexes, mais un manque de connaissances des propriétés microscopiques du matériau post-process limite leur industrialisation. L'utilisation de méthodes de caractérisation physico-chimiques sur les interfaces de soudage reste actuellement un des verrous technologiques et scientifiques à lever pour une meilleure compréhension des phénomènes de soudage.

### Résumé

Cette première année de thèse a pu se scinder en trois principales tâches. Tout d'abord, une étude bibliographique qui a consisté à comprendre les phénomènes de soudage et les propriétés associées dans les matériaux thermoplastiques, déterminer les techniques de caractérisation des interfaces de soudage dans les matériaux CTP, et étudier l'effet des paramètres du procédé sur les propriétés de ce type de matériaux. En parallèle, des essais de faisabilité ont été réalisés afin d'étudier l'adaptation possible de certaines techniques de caractérisation microscopiques à la caractérisation d'interfaces de soudage. Il en est de même pour les techniques de caractérisation mécaniques macroscopiques. Les techniques retenues doivent pouvoir mettre en évidence des propriétés physico-chimiques de la matrice du composite à une résolution nécessairement très fine, en présence des fibres de renfort. Le procédé de soudage utilisé dans le cadre de cette thèse est un procédé de dépose de bandes composites à chauffe laser. Il s'agit d'un procédé de consolidation en continu et in-situ.

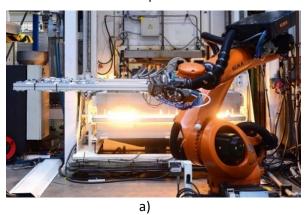
#### Méthodes et résultats

L'engagement au sein du pôle IPC (Ingénierie des Polymères et Composites) du Cetim pour le développement de la production de matériaux CTP mis en forme par soudage ne fait plus aucun doute. De nombreux projets de pré-industrialisation et de R&D ont vu le jour à travers les procédés de fabrication de pièces par soudage, appelés QSP et Spide TP, développés dès 2014.

Le procédé QSP (Quilted Statum Process) consiste à fabriquer des pièces thermoplastiques (avec ou sans renforts) par thermo-estampage, à partir de patchs de pré-imprégnés ou de films thermoplastiques découpés puis pré-soudés localement par ultrasons afin d'obtenir une préforme (cf

Figure 63a). Il permet la production de pièces netshape (ne nécessitant pas d'opérations d'usinage ou d'assemblage post-process), ce qui est compatible avec la fabrication en série et à des coûts réduits, répondant à la demande des industriels aéronautique et automobile, principalement [1]. Cette plus-value résulte notamment de l'intégration de la robotisation pour la découpe de patchs ainsi que pour le transfert rapide de la préforme du four à la presse. Les avantages de ce procédé ont pu être démontrés par la fabrication de diverses pièces de structure ou autres telles que des hublots d'avion lors d'un projet intégré dans le programme de recherche aéronautique européen Clean Sky 2, ou encore par la fabrication d'un démonstrateur de triangle de suspension, au cours d'un projet en collaboration avec PSA et l'ONERA.

Le procédé SPIDE TP a également un fort potentiel industriel mais pour la fabrication de pièces creuses, et plus généralement des pièces tubulaires (tubes, tuyaux, réservoirs). C'est un procédé de fabrication additive par enroulement filamentaire de polymères thermoplastiques contenant des renforts ou charges absorbants le rayonnement laser. Il consiste à enrouler une bande (tape) autour d'un arbre tournant puis appliquer un chauffage et une pression sur cette bande lorsqu'elle est déposée (cf Figure 63b). Cela se fait via une tête de dépose de bande robotisée afin de pouvoir se mouvoir et s'orienter suivant différents axes, étant constituée d'un système de mise en tension de la bande, d'une source de chauffage laser et d'un galet de compactage. Par superposition des différentes couches déposées, on obtient alors une pièce finale stratifiée pouvant présenter de multiples combinaisons d'empilements composites. Tout comme le procédé QSP, le procédé Spide TP se doit également de répondre à la demande industrielle de production en série et à moindre coûts. Ces objectifs peuvent être atteint pour une vitesse de dépose de bande rapide et si la fabrication de pièces ne requiert aucune étape de consolidation post-process en autoclave. Aujourd'hui, cela n'est pas le cas car le manque de compréhension du cycle thermo-mécanique généré lors de ce procédé ne permet pas une optimisation des paramètres de production (température du laser, pression du galet, vitesse d'avance de la tête de dépose, etc...) menant à la production reproductible de pièces de qualité. L'investissement dans des programmes de R&D mise sur la résolution des problématiques liées à ce procédé dans les prochaines années, afin d'envisager son industrialisation. Un des objectifs est par exemple la fabrication de réservoirs pour stocker l'hydrogène, en vue du développement de transports décarbonés répondant au besoin de la transition énergétique, tel que l'avion à hydrogène « Airbus zéro émission » annoncé pour 2035.



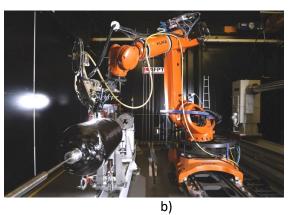


Figure 63 - Procédé QSP : robot de préhension de la préforme et presse d'estampage (a) ; Procédé SPIDE TP (b)

La fabrication de pièces par QSP semble être mieux maîtrisée que la fabrication de pièces par SPIDE TP, mais pour ces deux procédés l'optimisation des paramètres de production reste basée sur le retour d'expérience de manière empirique, ce qui n'est pas viable d'un point de vue industriel et environnemental. De plus, malgré la production possible de pièces ayant des propriétés mécaniques répondant à certaines applications, il est aujourd'hui impossible de prédire avec certitudes les comportements mécaniques des pièces fabriquées.

Dans le but de mieux comprendre le lien entre les phénomènes scientifiques présents lors de ces procédés de soudage et les propriétés mécaniques finales des pièces fabriquées, une action collective a été mise en place au Cetim. Un projet d'analyse de défaillance sur les soudures de pièces mises en forme par ces procédés a permis d'apporter plusieurs éléments de compréhension sur ce sujet, et le lancement de cette thèse en janvier 2022 s'inscrit dans la logique des travaux antécédents.

Avant de bien comprendre par quels moyens il est possible de caractériser les interfaces de soudage, une étude bibliographique a été nécessaire à la compréhension générique du soudage.

On en retient que les phénomènes de soudage à l'origine de l'adhésion entre deux surfaces peuvent être décrit par la succession de plusieurs mécanismes mécaniques et physico-chimiques, détaillés cidessous et schématisés en Figure 64. [2]

Lors du procédé, l'augmentation de la température et de la pression permet d'abord de diminuer la viscosité du matériau afin d'établir le contact intime, se définissant comme étant l'interface en contact entre les parties à souder. Ensuite, toujours en présence du contact intime et lorsque la température est suffisamment élevée pour permettre une bonne mobilité des chaînes de polymères résultant de la fusion des parties cristallines, se met en place le mécanisme d'interpénétration. Durant ce mécanisme, la mobilité des chaînes de polymères peut être modéliser par un modèle de reptation [3]. L'interface créée se transforme alors en une interphase d'une épaisseur reliée à la profondeur d'interpénétration de chaque chaîne. L'interpénétration des chaînes est accompagnée de la création d'enchevêtrements, pouvant perdurer durant le refroidissement. Ce mécanisme est appelé la cicatrisation.

Enfin, vient le refroidissement de la zone soudée menant à la cristallisation du matériau. Les conditions de refroidissement vont alors déterminer la microstructure finale des chaînes de polymères, figeant ainsi les propriétés mécaniques de la zone soudée.

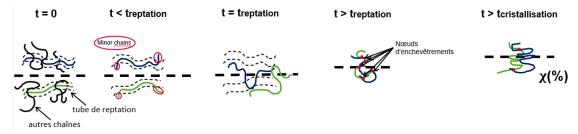


Figure 64 – Phénomènes physiques de soudage des polymères

Jusqu'ici, seules des informations qualitatives sur les phénomènes de soudage ont pu être déterminées à partir d'observations microscopiques des faciès de rupture. Ces informations concernent la qualité d'interpénétration, le taux de porosité pouvant être relié au contact intime et la probable ductilité des interfaces soudées pouvant être relié à une microstructure particulière (cf Figure 65).

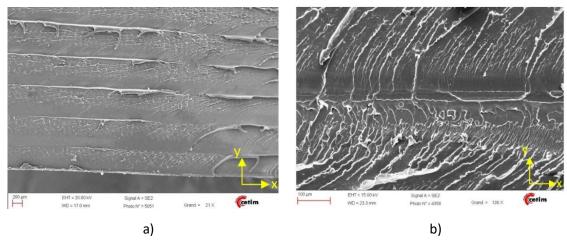


Figure 65 – Cliché MEB de faciès de rupture d'une pièce en PEEK mise en forme par SPIDE TP : a) rupture à l'issu de la fabrication et b) rupture générée par cryo-fracture

Il y a une grande part d'interprétation dans ces informations. C'est pourquoi il sera important de corréler ces observations avec des analyses microscopiques physico-chimiques des interfaces soudées, afin quantifier ce qui a pu être observé qualitativement.

La première année de cette thèse s'est concentrée sur l'effet des propriétés microstructurales sur la déformation mécanique des zones soudées. Ces propriétés microstructurales peuvent être caractérisées par une mesure indirecte du taux de cristallinité, se définissant par la part de zone cristalline dans le matériau, ou bien par une observation directe des zones cristallines, ayant des formes de croix de malte, pour ce qui concerne ce type de matériau. [4]

Comme on le voit sur la Figure 65, les interfaces soudées présentant des languettes typiques d'un comportement plus ductile, ces languettes mesurant quelques microns d'épaisseur.

L'hypothèse d'une plus grande ductilité dans des zones contenant les interfaces de soudage est appuyée par les observations de l'échantillon cryo-fracturé (Figure 65), montrant une vitesse de propagation plus faible dans ces zones.

On peut alors s'attendre à la présence de zones moins cristallines au niveau des interfaces de soudage. Cela est en accord avec la modélisation des phénomènes thermiques dans le procédé Spide TP, où un fort gradient thermique dans le volume est généré par les différences de vitesses de refroidissement entre la surface soudée et le reste du pli. [5],[6]

Afin de caractériser les interfaces de soudage de manière expérimentale, plusieurs essais ont d'ores et déjà été investigués sur un polymère thermoplastique PEEK très faiblement chargé en noir de carbone (présent en Figure 65) et sur un composite PEEK renforcé en fibre de carbone, dit PEEK/C, tous les deux mis en forme par Spide TP.

Dans un premier temps, des essais ont consistés à tenter de prélever mécaniquement des échantillons représentatifs des interfaces de soudage afin de les analyser par une technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC), permettant de remonter au taux de cristallinité de chaque échantillon à partir de la mesure d'énergie libérée durant leur fusion. Le problème de cette méthode relève dans le prélèvement des échantillons. En effet, il est impossible de prélèver des échantillons de quelques microns au niveau des interfaces soudées sans en modifier les propriétés. Un microtome a été utilisé car il paraissait être l'outil le plus adapté pour ce type de découpe mais nous avons été confronté à d'autres limites, telles que le manque de planéité des coupes, la dissociation du matériau pour de très fine épaisseur (notamment pour le composite présentant des fibres de carbone) ou encore la nécessité de prélèver des échantillons massifs (de plusieurs dizaines de microns d'épaisseur en ce qui concerne ce matériau) pour l'utilisation de la technique d'analyse par DSC. Des prélèvements successifs d'environ 100 µm chacun dans l'épaisseur du PEEK ont été analysés mais les résultats n'ont pas été concluants.

Nous nous sommes alors orientés vers d'autres techniques dans lesquelles il semble possible de caractériser le gradient de taux de cristallinité dans l'épaisseur sans avoir recours au prélèvement d'une zone d'interface de soudage.

Ces techniques consistent à balayer l'épaisseur de l'échantillon via un faisceau lumineux micrométrique afin d'obtenir un taux de cristallinité pour chaque point analysé. Il s'agit des techniques de micro-DRX (Diffraction de Rayons X) et de spectroscopie Raman confocale.

Le traitement des diffractogrammes obtenus lors d'un balayage de l'épaisseur d'un échantillon de PEEK par micro-DRX montrent bien un gradient de cristallinité au sein de l'épaisseur, mais celui-ci n'a pas encore pu être corrélé avec la présence d'interfaces soudés. Il est prévu d'utiliser une méthode associant chaque point analysé par micro-DRX à une observation microscopique et un positionnement précis afin de déterminer le lien entre les valeurs mesurées de taux de cristallinité et la présence éventuelle d'une interface soudée.

Les analyses par spectroscopie confocale n'ont pas données des résultats satisfaisants mais d'autres essais sont envisagés afin d'optimiser au mieux les paramètres d'analyse, de préparation et de choix d'échantillons. La détermination de la cristallinité par spectroscopie Raman s'est faite suivant la méthode utilisée par Doumeng & al. [7].

Enfin, l'observation de la microstructure pourrait nous permettre d'obtenir des informations sur les phénomènes de cristallisation ayant lieu lors du procédé de soudage. Pour cela, la réalisation d'attaque chimique permettant de révéler les structures cristallines est nécessaire. D'après Olley & al. [8], cette attaque chimique peut être réalisée par une immersion de l'échantillon dans une solution à base d'acide orthophosphorique. Plusieurs paramètres tels que la préparation de surface de l'échantillon, la concentration des produits de la solution d'attaque, ou encore le temps d'immersion de l'échantillon dans la solution d'attaque et dans les solutions de rinçage, déterminent la réussite de cette méthode. Il est difficile d'obtenir les détails de chaque paramètre dans la littérature, et il est possible que pour une méthode équivalente à ce qui a pu être réalisé par d'autre auteurs, le matériau ne réagisse pas de la même manière car certaines de ses propriétés sont différentes. C'est pourquoi l'adaptation de cette méthode à un CTP mis en forme par soudage requiert une optimisation des paramètres cités précédemment. Cela est toujours en cours mais pour l'instant, des attaques chimiques sur le PEEK ont tout de même permis de révéler des zones pouvant correspondre aux interphases affectées par le soudage (cf Figure 66). L'épaisseur de ces zones est probablement reliée à l'épaisseur de la zone fondue lors du procédé de fabrication.

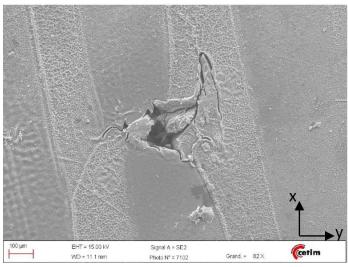


Figure 66 – Cliché MEB d'une surface polie du PEEK après attaque chimique

Le recourt à d'autres techniques de caractérisation sont envisagées. L'utilisation d'un AFM (Microscope à Force Atomique) permet de déterminer des propriétés mécaniques microscopiques par analyse des propriétés de surface [9], ce qui serait idéal pour valider l'hypothèse d'une plus grande ductilité du matériau sur une certaine épaisseur de la zone soudée. Cependant, la complexité de cette technique demande beaucoup d'investissement en termes d'analyse et d'interprétation des résultats, c'est pourquoi la collaboration avec des personnes extérieurs expertes de cette technique est nécessaire.

En outre, la caractérisation de la mobilité des chaînes associée au phénomène d'interpénétration pourra être envisagée par l'utilisation de techniques d'analyses rhéologiques. Les essais d'analyse mécanique dynamique (DMA) prévus permettront de déterminer les effets des paramètres de production sur les propriétés viscoélastiques du matériau. L'étude d'autres techniques donnant des informations sur la reptation des chaînes devra également être investiguée.

L'autre partie de cette thèse consiste à réaliser des essais mécaniques afin de relier les propriétés microscopiques aux propriétés macroscopiques. Ces essais mécaniques sont prévus pour le premier semestre 2023. Des éprouvettes en composite PEEK/C fabriqués par Spide TP suivant différentes conditions de production permettront également à ces essais d'étudier l'effet des paramètres du procédé sur les propriétés mécaniques du matériau. Le deuxième semestre 2023 aura alors pour objectifs d'appliquer les méthodes de caractérisation physico-chimiques retenues sur les échantillons analysés mécaniquement.

#### Exploitation et valorisation

Tout d'abord, l'issue de cette thèse permettrait au Cetim de disposer d'essais de caractérisation des interfaces soudées afin de mieux qualifier les propriétés des structures fabriquées. La méthode de caractérisation sera développée à partir d'un couple matériau-procédé particulier, mais le but est de pouvoir étendre celle-ci à d'autres matériaux mis en forme par divers procédés de soudage.

Ensuite, la fractographie (analyse du faciès de rupture) permettra d'enrichir la connaissance sur les modes de rupture présent dans les CTP mis en forme par soudage.

Enfin, l'amélioration des connaissances concernant les phénomènes de soudage présent lors de la production de plaques par Spide TP pourra mener à l'optimisation des paramètres de production afin de produire des pièces possédant de meilleures propriétés mécaniques.

#### Publications / références

- [1] D. Guillon, C. Fagiano, L. Rota, «Procédé composite à grandes cadences pour l'allégement des pièces mécaniques », CFM 2015 22ème Congrès Français de Mécanique, Lyon, 2015.
- [2] G. Régnier, S. Le Corre. Modeling of Thermoplastic Welding. Chapter 8 of « Nicolas Boyard. Heat Transfer in Polymer Composite Materials : Forming Processes », Wiley-ISTE, pp.235-268, 2016, ISBN 978-1-848-21761-4.
- [3] P. G. De Gennes, « Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles », The Journal of Chemical Physics, 55, 572-579, 1971.
- [4] A. J. Waddon, M. J. Hill, A. Keller, D. J. Blundell, « On the crystal texture of linear polyaryls (PEEK, PEK and PPS) » *Journal of Materials Science*, 22, p. 1773 1784, 1987.
- [5] C. P. Stokes-Griffin CM, « A combined optical-thermal model for nearinfrared laser heating of thermoplastic composites in an automated tape placement process. », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 75, p. 104–115, 2014.
- [6] A-M. E. Bayssari, PhD, « Etude de l'état des contraintes et des déformations résiduelles dans les composites à matrices thermoplastiques fabriqués par dépose de bandes », Nantes Université, St Nazaire, 2022.
- [7] M. Doumeng, L. Makhlouf, Florentin Berthet, O. Marsan, K. Delbé, et al., « A comparative study of the crystallinity of Polyetheretherketone by using density, DSC, XRD, and Raman spectroscopy techniques », *Polymer Testing*, vol. 93, pp. 1-10, 2021.
- [8] R. H. Olley, D.C Bassett , D.J Blundell, « Permanganic etching of PEEK », *Polymer, 27,* p. 344-348, 1986.
- [9] M. Monclus, T. J. Young &. D. Di Maio, « AFM indentation method used for elastic modulus characterization of interfaces and thin layers », *Journal of Materials Science*, 45, p. 3190-3197, 2010.

# Characterization of overmolded thermoplastic composite joints and sizing methods for hybrid structures

Xiaofei SONG<sup>a\*</sup>, Federica DAGHIA<sup>b</sup>, Christophe CLUZEL<sup>bc</sup>, Yannick ELIE<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Doctorante, Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS, LMPS - Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, 91190, Gif-sur-Yvette

<sup>b</sup>Directeurs de thèse, Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS, LMPS - Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, 91190, Gif-sur-Yvette

<sup>c</sup>Directeur de thèse, IUT d'Evry Val d'Essonne, Département SGM, Bâtiment Maupertuis, 3 rue du Père Jarlan, 91025 Evry CEDEX

<sup>d</sup>Responsable technique, pôle IPC, CETIM, Nantes

#### Objectives

The increasing use of composite material, with thermoplastic matrix, in the transportation industry requires the development of fast and reliable manufacturing processes. In this framework, CETIM has developed an overmolding manufacturing process, which consists in the injection of short fiber composite material stiffeners over a thin laminate structure made of long oriented fibers composites. The interface between the laminate structure and the injected part is thus a very specific bonding zone, whose mechanical strength depends on many factors, associated with material and process parameters as well as the geometry of the bonding zone. The goal of this thesis is to build a complete strategy for the experimental characterization, modeling and simulation of damage and failure of the bonding zone between the laminate structure and the injected part.

#### **Abstract**

A cohesive zone model was used to simulate the failure of T joint-like structures. Literature research on the model was carried out to better understand two kinds of regimes: large-scale bridging and linear elastic fracture mechanics (LEFM); and how different parameters change the regime in our case. The simulation results showed the pertinence of the use of the cohesive zone model. Influences of the geometry, material and boundary conditions on the global behavior of the structure were studied. The need for the identification of two parameters was also revealed: the maximum stress  $\sigma_0$  and the critical energy release rate  $G_c$  of the cohesive law. First experiments that were conducted recently gave an idea of the orders of magnitude of these parameters.

#### Methods et results

In order to introduce composites in the automotive sector, CETIM has developed the QSP (Quilted Stratum Process), which consists of rapid thermoforming of long fiber thermoplastic parts, including possibly overmolded elements in short fiber including short fiber injection molded elements. A demonstrator of the process is shown in Figure 67. During this process, a crucial element for the sizing of the parts is the behavior of the interface between the long fiber composite and the short fiber overmolding. The previous strategy of CETIM was based on an experimental trial and error approach on tensile tests of T joints in Figure 68 and Figure 69, but this method could not identify the parameters for the sizing of the stiffener bonding area with sufficient reliability.

Adresse électronique : xiaofei.song@ens-paris-saclay.fr

<sup>\*</sup>Xiaofei SONG

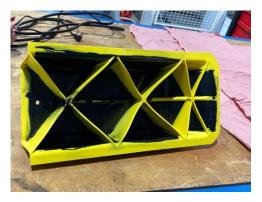
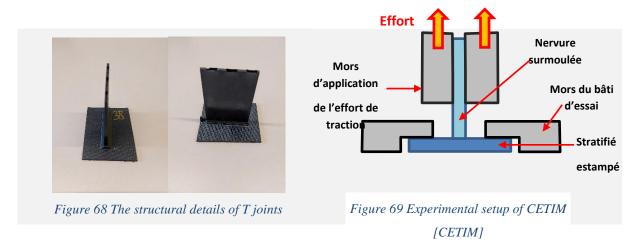


Figure 67 Demonstrator of the process



#### 1. Finite element simulations with Cohesive Zone Model (CZM)

With the regard to simulating the failure, the use of a cohesive zone model on the interface was chosen. It relates the interface forces  $\sigma$  to the displacement jump  $[\![u]\!]$  by a constitutive law as is shown in Figure 70. This model can be used if the crack plane is known in advance, which is the case for the T joints.

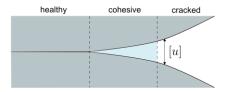


Figure 70 Cohesive interface

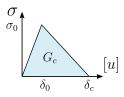


Figure 71 Example of a cohesive law

In [Bao and Suo, 1992], an important characteristic length was mentioned: the length of the process zone/cohesive zone that can be expressed as  $L_0 \propto \frac{\delta_c E}{\sigma_0} \propto \frac{G_c E}{\sigma_0^2}$  where  $G_c$  is the critical energy release rate and E is the Young modulus of the surrounding material.

If a defective structure has a hole/crack of length a and the size of its process zone is  $L_0$ , depending on the order of magnitude of  $L_0$ , there can be two cases:

- Small-scale bridging if  $a/L_0 \gg 1$ , that can be described by using Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM). The elastic solution is valid almost everywhere and crack propagation is controlled by  $G_c$  (or toughness  $K_c$ ).

- Large-scale bridging if  $a/L_0 \approx 1$ , that will need CZM. In terms of solution, in addition to CZM, a fully nonlinear structural simulation is not avoidable due to the material non-linearity. Two parameters are important:  $G_c$  and  $\sigma_0$ .

According to [Yang and Cox, 2005], for a thermosetting material for which  $G_{Ic} = 350 \text{ J/m}^2$ , E = 50 GPa,  $\sigma_0 = 50 \text{ MPa}$ , half of the thickness h = 0.2 mm, the size of the process zone is at the order of magnitude of millimeter. For thermoplastic materials, which are in general tougher than thermoset and thus have larger values of  $G_C$ , large-scale bridging might be more probable.

#### Simulation results

A 2D model of the T joint was implemented on Abaqus (Figure 72) and a dissipation-driven approach [Gutiérrez, 2004] was used as a subroutine to overcome the convergence problem due to instabilities such as snap-back. Influences of multiples factors on the global behavior were studied:

- Cohesive parameters (material)
- Joint shape
- Thickness of the base laminate
- Boundary conditions in particular related to the presence of bending

The global behavior was evaluated from the aspects below:

- Stiffness
- Maximum force flux=maximum load/out-of-plane thickness
- Size of the process zone: LEFM or large-scale bridging

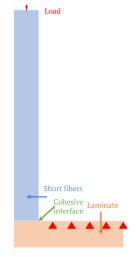


Figure 72 2D model on Abaqus

Definition of joint shape Definition of boundary conditions Short fibers Short fibers Cohesive Cohesive Laminate interface Laminate interface Short fibers
Cohesive Short fibers interface Cohesive Laminate Laminate nterface (b) (a) Short fibers Short fibers (b) (a) Cohesive <sub>Laminate</sub> Cohesive Laminate interface interface Definition of thickness (c1)(c2)Short fibers Short fibers Cohesive Laminate Cohesive Laminate interface interface Laminate 3 mm 4 mm Laminate 2h(c3)(c4)Short fibers Cohesive Laminate (a) Simple (b) Double interface 5 mm (c5)

Table 1 Definition of variables for test cases

## Influence of cohesive law parameters

Joint shape	Thickness	Boundary condition
a	simple	a

#### Table 2 Configuration of the simulations

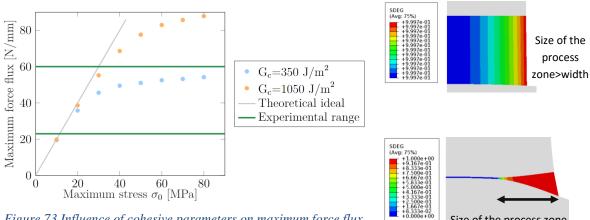


Figure 73 Influence of cohesive parameters on maximum force flux

Figure 74 Process zones:large-scale bridging (top) & LEFM (bottom)

The following points can be observed in Figure 73 and Figure 74:

- Two regimes can be found: large-scale bridging (left in Figure 6) and small-scale bridging/LEFM (right in Figure 6).
- The size of the process zone decreases when the maximum stress  $\sigma_0$  increases.
- The tendency of the curves is consistent with [Bao and Suo, 1992].
- Other simulation results will be detailed in the presentation.

#### 2. Microscopy and CT scan observations

T joint and other samples provided by CETIM were systematically observed under microscopy and CT scan. In general, in T joint samples:

- The interface between the laminated and the injection is curved.
- Porous zones are present close to the interface.
- Matrix-rich zones are present at the corner of the joint.
- In the plane samples that were used for CDP (see part 0) test, porous zones were observed in the injection part of one specimen.
- The insertion that allows to manufacture the samples with precrack is present in unprecracked zone.



Figure 75 Microscopic view of the T joint

### 3. Experimental tests

### a. Characterization test: Climbing Drum Peel (CDP) test

Compared to Double Cantilever Beam (DCB) test, the advantage of CDP test is that the kinematics is imposed by the drum, hence a more stable crack propagation and a straighter crack front. Originally designed for adhesives, [Daghia and Cluzel, 2015] proposed to adapt this test to composites in order to obtain the critical energy release rate in mode I  $G_{Ic}$ .

From the load-displacement curve (example in Figure 77),  $G_{IC}$  can be deduced as follows:

$$G_c = \frac{\Delta E}{\Delta A} = \frac{F_d - F_w}{w} \frac{r_2 - r_1}{r_1}$$

Where:

w width of the sample

$$r_2 = r_{d2} + \frac{h_s}{2} r_1 = r_{d1} + \frac{h_p}{2}$$
  $h_p$  thickness of the peel arm

 $h_{s}$  thickness of the loading strap

 $r_{d1}$  radius of the drum

 $r_{d2}$  radius of the flange

Precracked samples were provided by CETIM.

Test curves show that  $G_{Ic}$  is around 1000 J/m<sup>2</sup>, which is consistent with values tested in the simulations. More tests are underway.



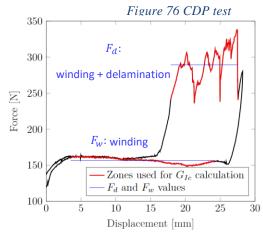


Figure 77 Load-displacement curve

### b. Validation test: tensile tests without bending

In the simulations, the influence of the bending of the base laminate was studied. A significant difference was observed. In order to validate these results, two T joint samples were glued together to eliminate the bending during tensile tests. Same order of magnitude in maximum force was obtained and the displacement was consistent with that in the simulations.

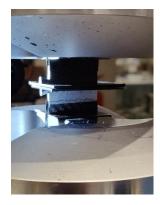


Figure 78 Tensile test without bending

### 4. Conclusions

To sum up, the first year's focus was on the numerical aspect of the subject, i.e.,

How the maximum stress and the critical energy release rate influence the mechanical performance of the interface.

- What role the size of the process zone plays.
- How the geometry such as the joint shapes and the thickness of the laminate influence the global behavior.
- How the boundary conditions influence the global behavior.

These lead to, from the material point of view, different experiments that are underway and will be carried out this year:

- CDP tests for mode I critical energy release rate.
- ENF (End Notched Flexure) for mode II critical energy release rate.
- Other tests for the identification of maximum stress if large-scale bridging can be guaranteed.

# **Exploitation and valorization**

CETIM has not yet mastered the sizing methods of the joints between overmolded and thermoforming materials. The test specimens and test protocols used until now are not adapted: the results are very scattered, difficult to interpret and the failure mechanisms are not easily identifiable. The multi-step approach adopted in this Ph.D. aims at identifying failure mechanisms and associating models and physical quantities that are predominant at the material level. This knowledge should allow the models to be more predictive when changing the geometry of the reinforcement, or to be more relevant in the evaluation of the effect of manufacturing parameters. The Ph.D. is carried out within the framework of a project co-funded by the DGAC, CETIM and an industrial partner of aeronautics.

The results could be used directly in the project with the industry to help in the operation of a more complex overmolded structure demonstrator. Eventually, the models and characterization tests could be used directly in the design of new structures and extended to materials different from those selected for the thesis.

Some results were presented during the ESMC conference in July 2022. Participation in the JNC conference in July 2023 is also planned. Paper is planned on test protocols (CDP, ENF, tensile tests...).

## **References**

CETIM, "Rapport adhesion nervures." (2018).

Bao, G. and Suo, Z. "Remarks on Crack-Bridging Concepts" 45, no. 8 (1992): 12.

Gutiérrez, M. A. "Energy Release Control for Numerical Simulations of Failure in Quasi-Brittle Solids." *Communications in Numerical Methods in Engineering* 20, no. 1 (2003): 19–29. https://doi.org/10.1002/cnm.649.

Yang, Q., and Cox, B. "Cohesive Models for Damage Evolution in Laminated Composites." *International Journal of Fracture* 133, no. 2 (2005): 107–37. https://doi.org/10.1007/s10704-005-4729-6.

Daghia, F., and Cluzel, C. "The Climbing Drum Peel Test: An Alternative to the Double Cantilever Beam for the Determination of Fracture Toughness of Monolithic Laminates." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 78 (November 2015): 70–83. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.07.010.

# Modélisation d'un procédé de surcyclage par thermocompression de composites thermoplastiques

Awen BRUNEAU<sup>a\*</sup>, Sébastien COMAS<sup>b</sup>, Christophe BINETRUY<sup>b</sup>, Charlotte LANDRY<sup>c</sup>
<sup>a</sup>Doctorant, Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44000 Nantes,
France

<sup>b</sup>Directeurs de thèse, Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44000 Nantes, France

<sup>c</sup>Responsable CETIM, CETIM-Technocampus Composites, Chemin du Chaffault, ZI du Chaffault, 44340 Bouguenais

#### **Objectifs**

Dans une volonté de continuer à améliorer les performances de pièces en matériaux composites thermoplastiques issues de la ligne de recyclage Thermosaïc®, cette thèse a pour but d'approfondir les connaissances sur ce procédé de recyclage. Pour ce faire, le procédé va être simulé numériquement pour aider à son optimisation. Les objectifs sont tant scientifiques, de par le manque de connaissance dans ce domaine, et industriels à travers l'intérêt d'améliorer les propriétés mécaniques des pièces recyclées et ainsi aider à leur valorisation.

#### Résumé

La thèse a pour objectif de modéliser le procédé de recyclage utilisé sur la ligne Thermosaïc® développée et installée au Cetim Grand Est. Pour construire le modèle, le procédé est décomposé en deux étapes principales, la dépose de patchs de composites suivie de la consolidation de cet empilement. La première étape consiste donc à générer un empilement de patchs dont on connaît les caractéristiques et à partir duquel il sera possible de déduire des influences sur les propriétés mécaniques des plaques recyclées en sortie de ligne. Dans une démarche similaire, la seconde étape du procédé sera modélisée pour comprendre l'impact des différents paramètres de thermocompression sur la transformation de l'empilement de patchs et sur les performances des plaques recyclées ainsi fabriquées. Dans ce document, ainsi que lors de la présentation de la journée des doctorants, seule la première étape sera abordée. Ainsi, la démarche de génération d'empilements et les différents descripteurs qu'il est possible d'en extraire seront détaillés.

#### Méthodes et résultats

Les composites renforcés par des fibres continues sont utilisés dans divers domaines et leur production a augmenté au cours des dernières décennies. Ils sont devenus l'un des matériaux les plus courants dans les industries aérospatiale et automobile grâce à leur rapport résistance/poids élevé. En raison du contexte climatique actuel et des préoccupations liées aux déchets, le recyclage des composites devient un défi important. Les composites thermoplastiques (CTP) représentent le potentiel de recyclage le plus prometteur. Dans ce contexte, le CETIM a développé une ligne pilote, appelée Thermosaïc®, qui vise à réutiliser les déchets de production et les pièces en fin de vie des CTP à fibres continues pour fabriquer de nouvelles pièces. L'enjeu est d'optimiser le procédé afin d'assurer des propriétés mécaniques suffisamment élevées à ces pièces réalisées en CTP recyclé à partir de CTP déchiqueté ou coupé, donc de fibres discontinues.

\*Auteur correspondant

Téléphone: +33.6.43.20.26.76

Adresse email: awen.bruneau@ec-nantes.fr

La technologie Thermosaïc® fait partie d'une ligne de production adaptable, qui a été brevetée en 2015 par le CETIM [1]. Dans la configuration Thermosaïc®, schématisée en Fig.1, les patchs de composites sont transformés en plaques prêtes à être embouties. Ces patchs sont issus d'étapes de broyage ou de découpe sur des déchets de composites (produits en fin de vie ou chute de production). Les patchs sont déposés sur une bande inox, qui transporte la pile sous deux presses chauffantes consécutives pour consolider l'empilement en une plaque. Pour cette étude, il a été choisi de distinguer deux étapes successives : d'abord, l'étape de dépôt, où la pile de CTP déchiqueté est créée et ensuite, l'étape de compression où la pile est transformée en plaque consolidée. En raison de la réduction de la longueur des fibres qui se produit pendant l'étape de broyage ou de coupe, cette technologie peut être considérée comme un processus de recyclage mécanique. En effet, elle a déjà été identifiée comme une voie de recyclage mécanique dans une étude récente sur le recyclage des composites, axée sur les composites thermoplastiques [2].

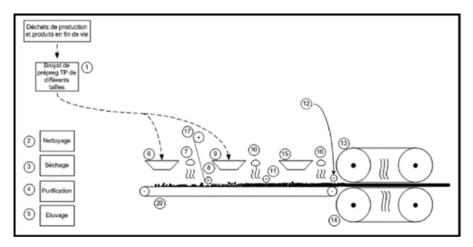


Figure 79 : Vue schématique du procédé Thermosaïc®



Figure 80 : Empilement numérique composé de 1000 patchs carrés de 20 mm de côté

Comme décrit dans la présentation de la technologie Thermosaïc®, la première étape consiste à construire un empilement à partir de patchs composites dont la dépose est aléatoire. Bullet Physics [3], un solveur physique a été utilisé pour simuler l'empilement. Ce code permet de générer des objets numériques et de simuler leurs interactions. Les objets générés sont soumis à la gravité, définie dans l'environnement numérique, et les contacts entre chaque objet sont simulés. Une fenêtre de visualisation et des sorties de données brutes (position et orientation des objets) sont disponibles pour suivre la progression de la simulation. Afin d'extraire des informations sur la pile et de définir ses caractéristiques, des descripteurs géométriques de la pile ont été construits à partir des simulations. Ces descripteurs incluent le type de contact entre les patchs (point, ligne et surface), la surface totale de contact entre les patchs et une cartographie du nombre de patchs dans l'épaisseur de la pile. Ces descripteurs permettent de comparer un empilement à un autre et aideront à évaluer quels

paramètres de l'empilement influenceront la qualité d'une plaque consolidée à la fin du processus de recyclage. Parmi les paramètres étudiés, on peut citer le facteur de forme, l'épaisseur et la forme des patchs ou le type de dépôt. Un empilement composé d'un millier de patchs est présenté à la Fig.2. Le temps de calcul typique pour générer une pile de cette taille est d'environ 15 minutes sur un Intel core i9 (2.60 GHz). Les patchs déposés sont des carrés de 20 mm de côté. Ils sont générés aléatoirement au-dessus d'un plan carré défini et déposés sous l'action de la gravité. La distribution des 3 types de contacts créés dans la pile pendant le dépôt est montrée dans la Fig.3. Le dépôt étudié est composé de cinq étapes, chaque étape générant 200 patchs. L'axe horizontal représente le nombre de patchs déposés tandis que l'axe vertical représente le nombre moyen de contacts (point, ligne, surface) par élément (tous les contacts divisés par la quantité actuelle de patchs dans la pile). Chaque contact affiché est unique, en effet, une surface n'est pas comptée comme plusieurs lignes ou points, et une ligne n'est pas comptée comme plusieurs points. Ce descripteur de l'empilement permet de suivre la distribution des types de contact pendant le dépôt et de comparer le nombre moyen de contacts de différentes piles. Par exemple, la Fig.3 indique que les points de contact sont les plus fréquents dans la pile. D'autres descripteurs seront introduits et utilisés pour décrire et comparer les piles afin d'approfondir les connaissances sur le dépôt aléatoire des patchs de composites. A plus long terme, les descripteurs d'empilement seront corrélés aux paramètres microstructuraux qui régissent la résistance des plaques consolidées.

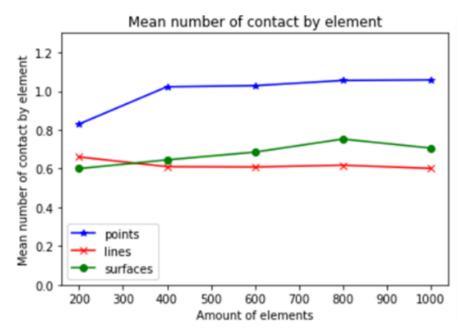


Figure 81 : Evolution du nombre moyen de contact par élément dans un empilement numérique de 1000 patchs carrés de 20 mm de côté

#### **Exploitation et valorisation**

La thèse sur la simulation du procédé THERMOSAÏC vient compléter les travaux en cours sur le comportement matériau à l'ENSAM Metz. L'objectif est de développer un modèle de simulation du procédé THERMOSAÏC, afin de pouvoir comprendre puis piloter la structure interne des matériaux THERMOSAÏC, en direction de l'objectif déterminé par l'ENSAM pour optimiser les caractéristiques mécaniques.

Par l'intermédiaire de cette thèse, il est attendu par le CETIM de connaître l'influence des différents paramètres de process (facteur de forme des broyats, méthode de dépose des broyats, température et pression de transformation...) afin d'améliorer, les performances des matériaux recyclés fabriqués par le procédé THERMOSAÏC. Des investissements seront étudiés par le CETIM pour permettre ces

optimisations (équipement pour déchiquetage des broyats, équipement de dépose et de répartition intelligent, outillage de consolidation)

L'objectif global est, pour le CETIM, de proposer aux industries manufacturières de concevoir des produits utilisant ces CTP recyclés capables de répondre de manière fiable à des fonctions mécaniques structurales. Le CETIM souhaite s'appuyer sur cette thèse pour démontrer la viabilité industrielle de ses technologies de recyclage des composites thermoplastiques.

### Publications / références

- 5. <a href="https://worldwide.espacenet.com/patent/search/family/049237378/publication/FR3007684">https://worldwide.espacenet.com/patent/search/family/049237378/publication/FR3007684</a> A1?q=pn%3DFR3007684A1
- 6. R. Bernatas, S. Dagréou, A. Despax-Ferreres, and A. Barasinski "Recycling of fiber reinforced composites with a focus on thermoplastic composites" Cleaner Engineering and Technology, p. 100272, 202
- 7. <a href="https://github.com/bulletphysics/bullet3">https://github.com/bulletphysics/bullet3</a>

# Développement d'une stratégie d'optimisation pour la conception préliminaire de pièces réalisées par le procédé QSP « Quilted Stratum Process »

Juan J. ROJAS<sup>a</sup>, François-Xavier IRISARRI<sup>b</sup>, Cédric JULIEN<sup>c</sup>, Denis ESPINASSOU<sup>d</sup>

<sup>a</sup>PhD student, ONERA/DMAS - Université Paris-Saclay, CETIM, Nantes

<sup>b</sup>Thesis director, ONERA/DMAS – Université Paris-Saclay

<sup>c</sup>Thesis supervisor, ONERA/DMAS – Université Paris-Saclay

<sup>d</sup>Thesis supervisor, Polymer and Composites Department (IPC) – CETIM, Nantes

#### **Objectives**

The purpose is to develop a design method for structural parts applied to the Quilted Stratum Process® (thereafter QSP) made by CETIM. QSP is a multi-step fabrication process for high volume and production rate of thermoplastic composites. Specifically, this research work aims at optimizing a preform made up of welded patches, considering the constraints of the QSP. The following scientific challenges will be addressed. First, carry out the description of a patched preform and optimize its stacking sequence to make a manufacturable preform and a performant finished structure. Second, incorporate the structure's strength analysis in the optimization method and carry out the failure mode study applicable to patched composite structures. Finally, study the trade-off between material waste and mechanical performance by optimizing the shape of the patches during the patch cutting phase, while taking into consideration the constraints issued by QSP.

#### <u>Summary</u>

The first part of this work began with a study of the state of the art in the field of composite structure optimization. Based on this literature review, a multilevel framework was chosen, which consist in decomposing the original design problem into simpler optimization subproblems. Indeed, the original patch design problem is combinatorial and implies both discrete and continuous design variables. In the proposed decomposition, the first level is a continuous optimization of the macroscopic properties of the laminates. The second level deals with the design of the patched preform itself. A first numerical study was performed, in which an Evolutionary Algorithm (AE) is developed along with a numerical representation of the solutions. Test problems were considered to better understand the difficulties of the optimization of QSP part.

#### Methods and results

The Quilted Stratum Process (QSP) is a multi-step fabrication process for high volume and high production rate of thermoplastic composites made of multi-material parts [1]. QSP produces net-shape parts that are repeatable in a very short cycle time (close to one minute). The parts produced with QSP have a broad range of applications, ranging from the automobile to the aeronautical industry. The QSP is composed of 4 main stages:

- The material manufacturing stage: The process starts by mixing the raw material at the thermoplastic pultrusion. Here tapes are built in the form of UDs, or weaving. It's also possible to start with already finished products such as *organosheets*, which are thermoplastic laminates.
- **The patch library setup:** From the base material described at step 1, patches are cut in different shapes by a cutting machine.

- The preform assembly: Once patches are properly cut, they are carefully positioned at different assembly stores. Next, a conveyor system is responsible to carry them in an orderly fashion to the welding station.
- The parts manufacturing stage: Once this preform is fully assembled, the preform is heated using an aggregate of infrared and conduction heating devices to provide enough energy to the thickest zones without downgrading the thinnest ones. This preform is then moved by a robot to a hot press where it is thermoformed.

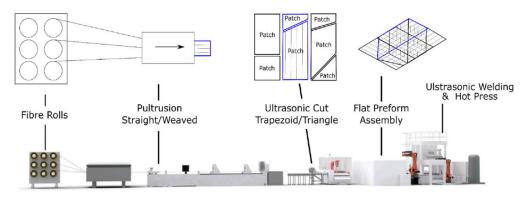


Figure 1. The QSP Process.

The current thesis work focuses on stages two and three, which have a direct impact over the design of the preform. In this regard, The Quilted Stratum Design® (QSD) method was developed to design and carry out the analysis of the structural parts that will be manufactured through QSP [2]. This is a foundation for the actual thesis work. The QSD is a three-step approach that can be summarized as follows. At the first step, a gradient based optimization is carried out to calculate the first idealized target design, described by the spatial distributions of the part thickness and of the macroscopic stiffness of the material. During the second step, the idealized target is simplified by means of a clustering algorithm that breaks down the structure to a reduced number of constant stiffness zones. Finally, the fiber orientations per layer and per zone are recovered with a stiffness matching approach. The current QSD method is limited due to several technical obstacles: the patches shapes are strictly dependent on the second stage in which clusters shapes are not controlled by the user. Therefore, these can increase material waste or lead to unrealistic designs. Moreover, at the ply's retrieval stage, the objectives and constraints used at step I, evaluated with a FE analysis, are not considered since the retrieval stage is based on fast analytical models. An additional verification step would be needed to evaluate the eventual loss of performance with FEM. Finally, no failure analysis is performed, to investigate delamination between patches.

The scientific works that have studied the subject of composite structures design focused on two main groups of laminates: conventional and non-conventional laminates. The first group corresponds to constant stiffness laminates, which have a constant stacking sequence throughout a laminate. These can be manufactured by classical draping processes [3]. The second group corresponds to variable stiffness laminates that are defined by the spatial variations of stiffness obtained using discontinuous plies (e.g., the use of ply-drops) or by the implementation of curvilinear fiber trajectories. Some examples of manufacturing processes that fabricate these types of laminates are: Automated Fiber Placement (AFP), Fiber Patch Placement (FPP) and the Quilted Stratum Process (QSP).

In the case of variable stiffness laminates, some of the methods applied to carry out the optimization include direct methods, multilevel methods, and patch optimization methods. The first type of methods uses the characteristics of the stack such as the number of plies and the ply orientations as optimization variables. Gradient based algorithms and metaheuristics can be implemented to find a solution to the defined problem. On one hand, when an optimization problem is solved by means of a gradient algorithm, the computational performance is high. However, one can fall into a local

optimum. On the other hand, if a metaheuristic algorithm is employed, it allows to avoid the local optimum solutions, but the computational cost is significant.

A well-known example of a direct method is the Discrete Material Optimization (DMO) [4]. In this method, the plies orientations are the design variables, and the compliance is the objective function of the optimization problem. The design domain is divided into subdomains that can differ by a few plies. On the contrary, multilevel methods are based on the subdivision of the global problem into a sequence of subproblems that are easier to solve. One benefit of these methods is the implementation of several solution algorithms. The advantage here is that depending on the application, one can implement a solution, using a gradient based algorithm at the first step (level). Next, at the second step, utilize an evolutionary algorithm (EA). In this fashion, one can use several algorithms that complement each other to solve the optimization problem.

The former scientific works, using multilevel methods employ thickness and orientation as optimization variables (see for instance Soeiro et al. [5] and Huang et al. [6]). In the following years, it was discovered that it was more advantageous to describe a composite laminate as a homogeneous equivalent material in terms of stiffness. In this case, the stiffness matrices of a laminate become the design variables of the problem. Two assets can be identified: firstly, these variables are independent on the number of plies, and secondly the design space can be convex. Once this first optimization is done, one needs to define a second step with a new optimization analysis to retrieve the corresponding stacking sequence. Two parametrizations are generally used as intermediate representations of the stiffness matrices. These are the Lamination Parameters (LPs) and the Polar Parameters (PPs). Lamination Parameters were first defined by Tsai and Pagano in 1968 [7]. They enable to describe in a concise notation the stiffness properties of a composite laminate. The second representation concerns the Polar Parameters, which comes from the polar description of the planar elasticity tensor developed by Verchery in 1979 [8].

The scientific works that study patches optimization are less common compared to the previous ones. In the work by Zehnder and Ermanni [9], the optimization is carried out by first defining an extensive parametrization of the problem, which is then solved by means of an Evolutionary Algorithm (EA). The potential drawback of this method is the high computational cost for finding a solution. Based on this work, Kussmaul et al. [10] introduced an optimization method applied to the FPP process. Figure 2 shows an industrial application example of this method. Regarding the strength analysis of a patched structure, Todeschini et al. [11] and Kussmaul et al. [12] analyzed the application of the « Brick and Mortar », and « Shear Lag » methods respectively.

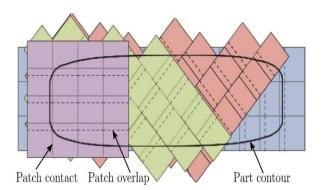




Figure 2. Multiaxial patches (Kussmaul R. a., 2019) (left). (FPP), source: www.cevotec.com/downloads/ (right).

Based on the state of the art, the pursued thesis method is subscribed in the multilevel approach with a first level of continuous optimization. The goal here is to find a first distribution of stiffness and thickness of the analyzed structure, which become the targets of the coming optimization steps. This optimization step is complemented by a discrete optimization step that will allow initially to create the patches shapes and positions and to establish their respective orientations.

The first purpose of this thesis is to optimize a patched preform. A patched preform is assembled from a set of patches. Thus, the design variables are the number of patches, their in plane and stack position, their material and thickness, the material orientation, and the variables related to the shape and size of the patch. These many variables define a complex optimization problem, which is very difficult to solve directly in one step only. The optimization criteria, either constraints or objectives, are based on structural responses such as compliance, buckling, strength or mass. Specific constraints must be implemented to take into account the main features of the QSP.

It is convenient to employ a multilevel method that can divide this complex problem into simpler ones. The proposed subproblems are as follows: start with a continuous optimization of the structure, using LPs as design variables to find the spatial distribution of the part thickness and the macroscopic stiffness of the laminate. This is followed by a discrete optimization of the laminate, which generates the correct patches shapes and positions to create a thickness distribution very close to the previous one. In the end, one will end up with a patch position and shape library applicable to QSP. A third optimization step concerns finding the proper structure's stacking sequence.

So far, we focused on the development of a first optimization method for the third step. A simplified optimization problem has been defined to test the method. A data base of patches was created, which contains all the information regarding their shape and position, as illustrated in figure 3. In our first attempt, we further simplified the problem by assembling patches into plies that cover the full part, without any gap or overlap between the patches. The ply database corresponding to the patches shown in figure 3 consists of a patch that covers the whole domain (type I), vertical left and right patches put together (type II) and finally horizontal up and down patches gathered (type III).

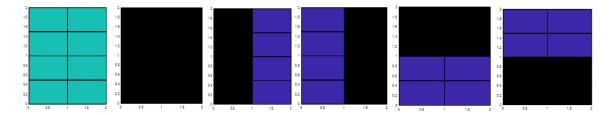


Figure 3. Patches data base, setting the same thickness and material for all.

The dark portion shows an empty space.

The optimization problem, which has no constraints is stated as follows:

$$\min_{\{X_1, X_2, X_3\}} f(x),$$

Where the objective function is defined as:

$$f(x) = \frac{1}{N_e} \sum_{e=1}^{N_e} d_{ABD}(ABD_e, ABD_e^c),$$

with (Irisarri F.-X. a., 2011):

$$d_{ABD} = (Tr(ABD_e^{-1} \times ABD_c) + Tr(ABD_e \times ABD_c^{-1}) - 12).$$

Here  $N_e$  corresponds to the number of elements of the FE mesh.  $d_{ABD}$  quantifies the distance in stiffness space between the target stack  $(ABD_e^c)$  and the current one  $(ABD_e)$ . The variables x of the problem corresponds to the positions of the patches in the stack and to their orientations. The problem being combinatorial, an Evolutionary Algorithm (AE) is devised. The number of plies is fixed. A solution is encoded using a vector and a matrix:  $X_1 \in \{1, ..., n\}^N$  refers to the type of ply, n is the number of ply types and N is the number of plies,  $X_2 \in \{-75, ..., 90\}^{M \times N}$  refers to the orientations of the constitutive patches of the plies, with M the maximum number of patches in a ply in the ply database. Here N=3, n=3 and M=2 with ply types II and III containing two orientations each whereas the type I has one only. The EA is developed in MATLAB. An example of solution is presented in figure 4.

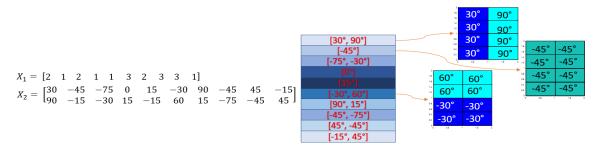


Figure 4. Encoding of a 10-ply case with one illustration per ply type only on the right.

Figure 5 shows an example of solution obtained with the proposed algorithm. The EA was run 10 times and the best solution obtained is post-processed. The figure shows the polar plots of the target laminate and the obtained solution for the first element of the FE mesh. The f(x) function gives an aggregated information over the elements of the mesh while the polar plots give a more detailed information at a given location of a part. These preliminary results show that the third problem of our decomposition can be tackled efficiently using an EA. Our current work now focuses on the development of an automated method to generate the patch database.

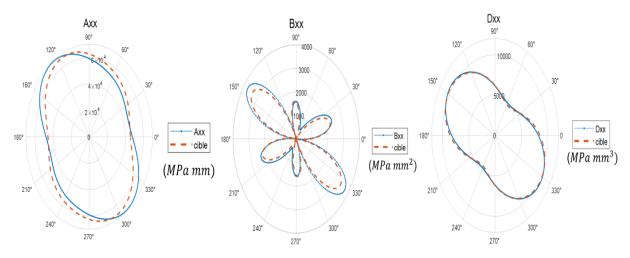


Figure 5. Polar plots of matrices A, B, and D corresponding to element 1.  $d_{ABD} = 0.0783$ .

#### Benefits and usage

CETIM has been working on thermoplastic processes for several years. One of them is QSP, which is a high automated process for high production with strong abilities to reduce material waste thanks to the use of a tailored preform made of composite patches. The manufacture of such parts cannot be dissociated from a new design methodology, considering new design opportunities and/or constraints. This thesis work will contribute to the development of a design and analysis tool called QSD in order to design innovative and sustainable composite parts and disseminate such design and process in the industry.

#### <u>References</u>

- 1. Guillon, Damien, Alain Lemasçon, and Clément Callens. « QSP® : AN INNOVATIVE PROCESS BASED ON TAILORED PREFORMS FOR LOW COST AND FAST PRODUCTION OF OPTIMIZED THERMOPLASTIC COMPOSITE PARTS », ECCM17 17th European Conference on Composite Materials, 2016, 8.
- 2. Irisarri, F.X., T. Macquart, C. Julien, and D. Espinassou. « A Novel Design Method for the Fast and Cost-Effective Manufacture of Composite Parts Employing the Quilted Stratum Process ». Composites Part B: Engineering 158 (February 2019): 364-72.
- 3. Xu, Y., Zhu, J., Wu, Z. et al. « A review on the design of laminated composite structures: constant and variable stiffness design and topology optimization ». Advanced Composites and Hybrid Materials volume (2018): 460-477.
- 4. Stegmann, J., and E. Lund. « Discrete Material Optimization of General Composite Shell Structures: DISCRETE MATERIAL OPTIMIZATION OF GENERAL COMPOSITE SHELL STRUCTURES ». International Journal for Numerical Methods in Engineering 62, no 14 (April 2005): 2009-27.
- 5. Soeiro, A.V. and Conceio, C.A. and Marques, A.T « Multilevel optimization of laminated composite structures ». Structural Optimization, (1994).
- 6. Huang, C., and B. Kröplin. « On the Optimization of Composite Laminated Plates ». Engineering Computations 12, no 5 (May 1995): 403-14.
- 7. Tsai, Stephen W. and Pagano, Nicholas J. « Invariant properties of composite materials». AIR FORCE MATERIALS LAB WRIGHT-PATTERSON AFB OH WRIGHT-PATTERSON AFB (1968).
- 8. Verchery, G. « Les invariants des tenseurs d'ordre 4 du type de l'élasticité », *Proceedings of Colloque Euromech 115* (1979).
- 9. Zehnder, N., and P. Ermanni. « A Methodology for the Global Optimization of Laminated Composite Structures ». Composite Structures 72, no 3 (March 2006): 311-20.
- 10. Kussmaul, Ralph, Jónas Grétar Jónasson, Markus Zogg, and Paolo Ermanni. « A Novel Computational Framework for Structural Optimization with Patched Laminates ». Structural and Multidisciplinary Optimization 60, no 5 (November 2019): 2073-91.
- 11. Todeschini, Y, C Huchette, C Julien, and D Espinassou. « Analysis of Damage and Failure Mechanisms of Quilted Stratum Process Composite Parts », ECCM17 17th European Conference on Composite Materials, 2016, 10.
- 12. Kussmaul, Ralph, Markus Zogg, and Paolo Ermanni. « An Efficient Two-Dimensional Shear-Lag Model for the Analysis of Patched Laminates ». Composite Structures 206 (December 2018): 288-300.
- 13. Irisarri, Francois-Xavier, Mostafa M. Abdalla, and Zafer Gürdal. « Improved Shepard's Method for the Optimization of Composite Structures ». *AIAA Journal* 49, n° 12 (December 2011): 2726-36.

# **Structures Composites à Usages Durables**

# **COmposite Structure for Sustainable Uses (COSSU)**

Roua SKANDER<sup>a, b</sup>, Karine MOUGIN<sup>a</sup>, Frédéric RUCH<sup>b</sup>

<sup>a</sup>CNRS-IS2M, Mulhouse

<sup>b</sup>Responsable technique, Pôle ISM, CETIM, Mulhouse

#### **Objectif**

Ce projet propose de concevoir 3 éco-matériaux composites à valeur ajoutée et faible empreinte environnementale, et de les mettre en œuvre selon différentes technologies originales développées au Cetim (site de Mulhouse) à l'échelle d'un pilote pré-industriel.

Il a pour objectifs, avec le support de l'IS2M, d'explorer différents modes de compatibilisation entre renfort(s) et matrice(s) ; d'étudier la structure morphologique, les propriétés physico-chimiques ainsi que différentes caractéristiques techniques (propriétés mécaniques, formabilité, durabilité...) des écomatériaux destinés à différentes applications et marchés. La maîtrise de la variabilité des matières nécessaires à leur production fait partie intégrante du projet.

Au-delà des aspects techniques et économiques étudiés, la performance environnementale des écomatériaux sera également évaluée, principalement au travers d'outils méthodologiques adaptés.

Bien qu'élaborés à partir de matières premières émergeantes à faible empreinte carbone (matrices & renforts) et faible niveau de maturité (propriétés de surface, variabilité, durabilité...) les éco-matériaux devront présenter un niveau de maturité suffisamment élevé (TRL 4-5), pour envisager par la suite un partenariat avec un ou plusieurs industriels à la recherche d'alternatives aux matériaux traditionnels.

#### Résumé

A cours de cette première année, les travaux ont porté sur la recherche bibliographique nécessaire à la bonne compréhension du sujet d'une part, et sur l'approvisionnement ainsi que la caractérisation d'une partie des matières premières destinées à la mise en œuvre des démonstrateurs de la thèse d'autre part.

Des caractérisations morphologiques (microscopie numérique, MEB-EDX...), mécaniques, physicochimiques (DSC, ATG, IRTF...), ont été réalisées sur les différentes matières (résines & renforts), et les premiers échantillons de composites produits à partir de la ligne pilote pré-industrielle.

#### Méthodes et résultats

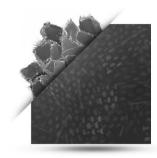
#### Introduction

Dans le cadre de cette thèse, chacun des 3 éco-matériaux composites (ou démonstrateurs) présente une spécificité technique: haute formabilité, hautes performances mécaniques, ratio poidsperformance optimisé).

1. Eco-matériau composite à haute formabilité (aggloméré)

Matière de base employée : chutes de production de composites TP (fibres végétales — sous forme de mat, de tissu ou d'UD — associées à du polypropylène).

Technique de mise en œuvre retenue : procédé Thermosaïc®



#### 2. Eco-matériau composite à hautes performances mécaniques (stratifié)

Matières de bases employées : fibre de carbone recyclée, polyamide recyclé.

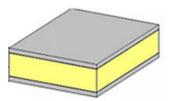
Technique de mise en œuvre retenue : procédé ThermoPRIME®



# 3. Eco-matériau composite à ratio poids/performance optimisé (sandwich)

Matières de base employées : fibres végétales, polypropylène recyclé.

Techniques de mise en œuvre retenues : procédé ThermoPRIME® (peaux), procédé hybride compatible avec la ligne pilote pré-industrielle (sandwich).



#### Démarche scientifique & technique

Le projet, afin d'être mené à son terme, suppose que soient levés les verrous scientifiques, technologiques et méthodologiques suivants :

• Incompatibilité chimique entre renfort(s) et matrice(s) ;

- Variabilité des renforts et des résines thermoplastiques employés (issus du recyclage ou d'origine naturelle);
- Durabilité des résines thermoplastiques ;
- Optimisation des technologies ThermoPRIME®, Thermosaïc®, et procédé hybride compatible avec la ligne pilote pré-industrielle ;

Démarche scientifique et technique s'articule autour des étapes suivantes :

- Formalisation des cahiers des charges des matières de base (plastiques recyclés, renforts naturels...) qui permettront de produire les éco-matériaux ;
- Développement des stratégies permettant de lever les verrous scientifiques énoncés précédemment;
- Mises en œuvre et qualification selon des critères objectifs, des performances techniques, économiques, et environnementales des éco-matériaux.

Ce travail s'appuiera sur les REX du Cetim, la recherche bibliographie et la disponibilité des matières de base destinées à être transformées.

#### Etat de l'art

#### **Matrices**

Le recours à des thermoplastiques recyclés offre de nombreux avantages économiques et environnementaux. Moins coûteux que les vierges, les émissions de CO<sub>2</sub> nécessaires à leur production sont divisées par 3 à 17 comparativement aux équivalents vierges [1]. Grâce au développement des technologies de tri et de régénération (thermomécanique, chimique...) [2], leur quantité comme leur qualité ne cessent de progresser.

Le polypropylène recyclé (rPP), bon marché (moins de 1€/kg), déjà disponible en grandes quantités, et répondant à de nombreux besoins industriels en plasturgie [3] a été retenu pour l'une des 3 applications visées (éco-matériau composite à ratio poids/performance optimisé). Il sera associé aux renforts pour les peaux, et potentiellement intégré sous sa forme expansée à l'âme de la structure sandwich. Une même matrice thermoplastique devra être utilisée, pour garantir la recyclabilité de la structure dans sa globalité.

Le polyamide recyclé quant à lui (rPA), offre les mêmes avantages, comparativement au vierge. Destiné à des applications potentiellement plus techniques, il a été identifié pour la mise en œuvre de l'écomatériau composite à hautes performances mécaniques.

#### Renforts

Concernant les renforts, le choix s'est porté, en fonction du type d'éco-matériau considéré, sur la fibre végétale ou la fibre de carbone recyclée.

Différentes fibres végétales sont disponibles dans le monde pour des applications composites, mais très peu sont matures sur le plan industriel [4]. En Europe, le renfort végétal le plus répandu est le lin. Cette fibre, principalement cultivée en France [5], est intégrée dans les applications composites, grâce à des sociétés françaises telles que Dehondt Composites [6] ou Flax Composites [7], qui ont développé un savoir-faire spécifique dans ce domaine. Le chanvre reste également un renfort présentant un potentiel intéressant. Cette fibre contrairement au lin, présente une plus grande stabilité sur le plan économique [8].

La fibre de carbone recyclée est récemment apparue sur le marché (Royaume-Uni, Allemagne, Etats-Unis). Issue de déchets composites thermodurcissables de l'aéronautique ou de l'automobile, valorisée moyennant un procédé thermique dégradant la matrice (économiquement coûteux et énergivore), elle est destinée par défaut à de nouveaux usages destinés aux composites thermodurcissables.

#### Résultats

Les travaux ont porté en priorité sur les matériaux du démonstrateur composite à ratio poids/performance optimisé (sandwich).

#### Matériaux

Concernant la matrice (PP recyclé), les études menées au Cetim Grand Est au cours des années précédentes, sur différents lots de production concernant une même référence commerciale, ont mis en évidence la présence de contaminants variés (d'origine particulaire et organique) en quantités fluctuantes. Si les propriétés macroscopiques (module, résistance, cristallinité) ne semblent pas nécessairement affectées par ces variations de second ordre, la qualité de l'interface fibre/matrice dans le cadre d'une application composite se retrouvera en revanche sensiblement altérée.

Au-delà des contaminants, la présence systématique de PE en quantités significatives et variables (5-15%) a pu être observée. Elle est la cause principale de l'altération des propriétés mécaniques des PP recyclés, chaque référence commercialisée correspondant à un assemblage de gisements contenant parfois du PE, un des polymères les plus fréquemment employés en plasturgie (conditionnement, emballage...). Sa présence, même en quantités limitées, est à l'origine de l'abaissement de la rigidité du PP (15-25%), mais surtout de son allongement à la rupture (de qq centaines de % pour le vierge, à qq dizaines de % pour le recyclé).

La dégradation de ce dernier paramètre n'est pas nécessairement critique dans une application composite, la déformation de la matrice ne pouvant être supérieure à celle du renfort (qq % généralement). La présence de PE occasionne néanmoins des phénomènes de délamination dans la matrice elle-même, pouvant altérer le comportement à long terme du composite.

Partant de ces constats, et compte tenu d'éléments figurant dans la littérature ou connus en milieu industriel (exemple : la présence de traces de Cu dans les polyoléfines, pouvant potentiellement catalyser des phénomènes de dégradation thermo-oxydative), un cahier des charges spécifique a été établi, intégrant les contraintes connues à ce jour liées à une utilisation de la matière comme matrice dans une application composite à durée de vie longue. La matière correspondante a été approvisionnée. Restent à développer, les formulations qui permettront de répondre aux exigences de l'application finale.

Concernant le renfort constitué de fibres d'origine naturelle, de récents travaux menés sur le lin et le chanvre pour des applications composites, ont permis de lever certains verrous historiques, comme la faiblesse des propriétés mécaniques ou la variabilité des propriétés liées à la saisonnalité. La maîtrise accrue des différentes étapes de transformation des fibres, depuis la coupe jusqu'à la récolte (en passant par le teillage), suivie de celles de défibrage/dépoussiérage, etc., permettent à présent d'obtenir des semi-produits à hautes performances mécaniques.

Autre observation importante : si les fibres présentent individuellement des valeurs de résistance fluctuantes, l'écart-type se réduit significativement si l'on considère le semi-produit de renfort (tissé, UD...) associé à sa matrice.

Dans le cas présent, compte tenu de l'application visée, un cahier des charges a été formalisé autour d'un UD de fibres de lin de haute résistance, intégrant différentes caractéristiques propres à l'application finale visée. La matière correspondante a été approvisionnée. Les stratégies d'optimisation des propriétés de surface restent encore à affiner.

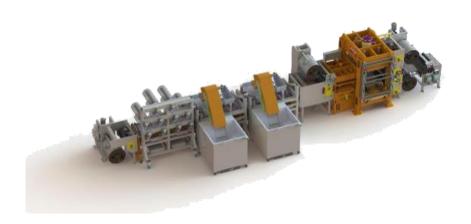
Concernant le matériau d'âme, les données bibliographiques relatives à ce type de matériau sont très limitées. A notre connaissance, aucun semi-produit de ce type, issu à 100% du recyclage n'est actuellement commercialisé. Nous ne possédons pas un recul suffisant pour apprécier d'éventuelles variations qualitatives, liées aux matières premières ou aux procédés de transformation. Les variations éventuelles devront être opérées à partir des échantillons qui auront été réceptionnés (panneaux), sur la base de critères morphologiques (examen de la structure alvéolaire), physico-chimiques (caractérisation matière + mesure des températures et enthalpies de fusion associées), physiques (densité) et mécaniques (contrainte à l'écrasement).

Un cahier des charges intégrant les limites liées aux disponibilités de ce type de semi-produit a également été rédigé. La matière correspondante est en cours d'approvisionnement.

#### Procédés

Le PP recyclé a fait l'objet d'une opération de transformation par calandrage, afin d'obtenir un film d'épaisseur contrôlée. S'il répond au cahier des charges initial, il n'a pas fait l'objet à ce stade de l'étude, d'une formulation quelconque (incorporation d'anhydride maléique, autre...).

Concernant le renfort, l'étape amont de caractérisation des fibres (observations + analyses), a permis de mettre en évidence que l'UD avait subi un premier traitement alcalin de nettoyage, favorisant en soi l'accroche mécanique. Il a été décidé, dans le cadre des essais préliminaires avec la ligne pilote préindustrielle, de ne pas procéder à un traitement de surface supplémentaire de fonctionnalisation (silanisation...).



Ligne pilote pré-industrielle

Les premières productions des peaux (qui seront intégrées à la structure sandwich) ont été réalisées par compression de films de PP calandré avec l'UD, selon différents paramètres de mise en œuvre. Les résultats obtenus à ce jour font apparaître des phénomènes de retrait importants, qui ont pour conséquence de faire gondoler les peaux, malgré le soin apporté à leur fabrication.

D'autres campagnes sont prévues pour résoudre cette problématique qui n'avait pas été anticipée.

#### Conclusion

Une veille importante a permis de structurer les stratégies à mettre en œuvre, pour produire les 3 écomatériaux identifiés dans le cadre de l'étude. Ces dernières restent néanmoins à affiner.

L'essentiel des analyses/observations a porté sur une partie des matières employées dans la fabrication de l'éco-matériau à rapport poids/performance optimisé (sandwich), à savoir : le PP recyclé (converti sous forme de film), et le renfort naturel (UD lin).

Le film en PP présente visiblement des marques d'altération (propriétés mécaniques faibles, au regard des valeurs de la fiche technique, oxydation superficielle), probablement liées aux conditions de transformation. Cette complication n'avait pas été intégrée dans la stratégie initiale. Il conviendrait de modifier le cdc matière, afin que la sensibilité à l'oxydation puisse être mieux maitrisée.

Concernant la mise en œuvre sur la ligne pilote, les premières campagnes menées, ont porté sur la production des peaux. Les résultats obtenus doivent là encore être améliorés, afin de passer à l'étape suivante (association peaux/matériau d'âme).

#### Actions à venir (année 2)

La fin de la première année ainsi que le début de la deuxième, permettront de consolider les cdc des matières entrantes, d'assurer leur approvisionnement et leur caractérisation (qui reste partielle à ce jour), et d'affiner les stratégies de compatibilisation des différentes interfaces (inter-broyats, fibre(s)/matrice(s), peau(x)/matériau d'âme). Les aspects liés à la durabilité des résines seront également examinés.

La veille technologique et bibliographique effectuée en tâche de fond, viendra enrichir la réflexion.

Ces travaux préparatoires permettront de produire les éco-matériaux sandwich et stratifié, et de qualifier leurs performances techniques. Les travaux liés à l'aggloméré ont été repositionnés au dernier trimestre de l'année.

#### Références bibliographiques

- [1] Présentation SRP "Lancement des ICV des MPR", (slide 36), Paris, 21 mars 2017
- [2] Ying Liu, M Farnsworth, A Tiwari, "A review of optimisation techniques used in the composite recycling area: State-of-the-art and steps towards a research agenda, Journal of Cleaner Production", 2017, 140, p.1775-1781
- [3] Rapport Deloitte : "Analyse de la chaîne de valeur du recyclage des Plastiques en France Synthèse", 2014
- [4] Rapport frd: "Panorama des marchés: fibres végétales techniques hors bois", 2016
- [5] Rapport frd : "Fibres européennes : Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France", 2011
- [6] <a href="http://www.dehondtcomposites.com/groupe/">http://www.dehondtcomposites.com/groupe/</a>
- [7] <a href="http://flaxcomposites.com/">http://flaxcomposites.com/</a>
- [8] "Les biocomposites et composites polymère-chanvre en particulier" Jean-Luc Wertz, juillet 2014

#### **Exploitation et valorisation**

Le projet COSSU s'inscrit dans la continuité de travaux menés par le Cetim, sur la valorisation des déchets (plastiques et composites). La thèse permet d'aller au-delà de l'approche historique, en intégrant la notion de performance environnementale des composites (intégrant aussi bien des matières naturelles qu'issues du recyclage).

Elle permet d'assurer le ressourcement des équipes techniques et de sensibiliser le tissu industriel aux grands enjeux environnementaux du moment, au travers de nombreuses communications.

A l'issu des travaux, le niveau de maturité atteint par les démonstrateurs (TRL 4-5), devrait permettre d'engager des collaborations avec des industriels.

#### Communications orales

Procédé Thermosaïc®, ou comment valoriser les composites thermoplastiques ; F. Ruch ; Atelier Techno « Recyclage pour applications hautes performances » ; UBS Lorient, 8 juin 2022

New trends in plastics and thermoplastic composites upcycling: ThermoPRIME® & Thermosaïc® technologies; F. Ruch, C. Callens; ECCM Lausanne, 28 juin 2022

**Les composites sont-ils compatibles avec la RSE ?**; F. Ruch ; ADDAM Pôle environnement ; ENSAM Paris, 14 septembre 2022

Composites thermoplastiques : comment réduire leur empreinte environnementale ? ; F. Ruch ; Colloque Fibres naturelles et polymères ; FRD Troyes, 15 septembre 2022

Recyclage des plastiques & composites : de nouvelles technologies pour répondre aux enjeux de la transition énergétique ; F. Ruch ; Colloque Polymères, composites & économie circulaire ? ; INSA Strasbourg, 29 septembre 2022

Plastiques, composites & économie circulaire ? ; F. Ruch ; JEPO Bussang, 04 octobre 2022

Recyclage et recyclés pour l'hydrogène ; F. Ruch, J. Viale ; Atelier ; Horizons Hydrogène Paris, 15 novembre 2022

\* Low Carbon Footprint Composite; K. Mougin, R. Skander, F. Ruch, B. Surajarusarn, T. Amornsakchai;EMCEI-22 Tunisie, 1<sup>er</sup> novembre 2022

#### Communication écrite

New trends in plastics and thermoplastic composites upcycling: ThermoPRIME<sup>®</sup> & Thermosaïc<sup>®</sup> technologies; F. Ruch, C. Callens; proceeding Vol 6, p.141-148; Composites Meet Sustainability; ECCM20; Lausanne; 26-30 juin 2022

\*Composites vs. Sustainable development: how to reconcile them?; p.168-172;Composites Sustainability Report 2022; JEC Group; ISBN: 978-2-490263-09-7

#### Poster

\* COmposite Structures for Sustainable Uses; R. Skander, K. Mougin, F. Ruch, G. Schrodj, T. Amornsakchai; Les journées doctorales; UHA Mulhouse, 15 juin 2022

\* Communications mentionnant le projet COSSU

#### <u>Publications scientifiques</u>

Aucune à ce jour.

Réalisation : Cetim-Direction de la recherche et des programmes

Couverture : Cetim, Direction de la communication

Photos : © P.-H. Claudel/Proxima, Vasilius-fotolia, Arts et Métiers Paris Tech, NordLock, Cetim

# Centre technique des industries mécaniques

Siège social : 52, avenue Félix-Louat CS 80067 - 60304 Senlis cedex

Tél.: 09 70 82 16 80 - Fax: 03 44 67 36 94

Cetim.fr