



**HAL**  
open science

# Maîtrise de l'enduction grande vitesse d'un filament de carbure de silicium par un alliage de titane liquide

Delphine Vermaut

► **To cite this version:**

Delphine Vermaut. Maîtrise de l'enduction grande vitesse d'un filament de carbure de silicium par un alliage de titane liquide. Mécanique [physics.med-ph]. Université Bordeaux 1, 2011. Français. NNT : . tel-03625690

**HAL Id: tel-03625690**

**<https://hal.science/tel-03625690v1>**

Submitted on 31 Mar 2022

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre 4311

# THESE

Présentée à

## L'UNIVERSITE DE BORDEAUX

*ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR*

Par Delphine VERMAUT

POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR**

Spécialité : Mécanique

\*\*\*\*\*

### **MAITRISE DE L'ENDUCTION GRANDE VITESSE D'UN FILAMENT DE CARBURE DE SILICIUM PAR UN ALLIAGE DE TITANE LIQUIDE**

\*\*\*\*\*

Soutenue le mercredi 28 septembre 2011

Après avis de :

MM. F.CHARRU, Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse III	Rapporteur
O.DEZELLUS, MDC, Université Claude Bernard, Lyon 1	Rapporteur

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. F.CHARRU, Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse III	Rapporteur
O.DEZELLUS, MDC-HDR, Université Claude Bernard, Lyon 1	Rapporteur
E.ARQUIS, Professeur, Institut Polytechnique de Bordeaux	Examineur
Y.LEPETITCORPS, Professeur, Université Bordeaux 1	Examineur
L.MOLLIEUX, Ingénieur de Recherche, Snecma	Examineur
G.SANCHEZ, Ingénieur de Recherche, Thermo-compact	Examineur
P.CHEREAU, Ingénieur, DGA	Examineur
J.M.HEINTZ, Professeur, Institut Polytechnique de Bordeaux	Examineur
G.KLEIN, Ingénieur, Snecma	Invité
P.GOMEZ, Ingénieur, DGA	Invité



## REMERCIEMENTS

Après trois années passées, en compagnie des problématiques et solutions partielles que j'ai vu défiler autour de l'enduction de filaments en carbure de silicium par un alliage de titane liquide, je vais dédier ces quelques lignes aux personnes qui ont permis à ce projet d'être mené à son terme en gardant un maximum de bonne humeur.

Tout d'abord, je tiens à remercier MM. Eric Arquis et Yann Le Petitcorps pour l'accueil chaleureux qu'ils ont pu me réserver, tout d'abord au sein de l'équipe de projet sur l'enduction, mais également dans leur laboratoire respectifs, l'I2M département TREFLE et le LCTS. Grâce à nos confiantes et amicales collaborations, nous avons pu amener le projet présenté dans ce manuscrit à son terme en alliant mécanique des fluides et science des matériaux par des approches numériques et expérimentales. C'est à mon sens nos complémentarités et spécialisations respectives qui furent les ingrédients majeurs de cet aboutissement.

Je suis également reconnaissante envers la DGA et Safran-Snecma et plus particulièrement envers MM. Pascal Chéreau, Jean-Michel Franchet et Gilles Klein d'avoir soutenu ma candidature lors de l'attribution des bourses DGA et d'avoir suivi l'évolution des travaux avec intérêt. Leur présence active dans le déroulement de ce projet fut un réel moteur dans le transfert des connaissances scientifiques acquises vers l'exploitation industrielle. La présence de M. Gérald Sanchez fut également essentielle dans la réalisation de ces actions et je le remercie pareillement.

Je voudrais également remercier mes rapporteurs MM. François Charru et Olivier Dezellus ainsi que les membres du jury, MM. Jean-Marc Heintz, Ludovic Molleix et Philippe Gomez qui ont bien voulu accorder leur temps et leur expertise pour le jugement de ma thèse.

Je profite également de ces quelques lignes pour dire un grand merci aux collègues des laboratoires I2M-département TREFLE et du LCTS qui m'ont aidé dans mon quotidien et qui m'ont permis de garder ma bonne humeur au cours de ma thèse. Ces trois années furent pour moi l'occasion de côtoyer des équipes toutes aussi chaleureuses que compétentes et je les remercie de bon cœur. Je vais également remercier les amis bordelais (ou anciennement bordelais) pour les moments passés ensemble, pour leur soutien et leur joie de vivre.

Enfin je terminerai par remercier mes parents et Ludo qui, même s'ils ne comprenaient pas forcément mes joies et mes frustrations, ont fortement contribué à surmonter ces dernières. Leur présence m'a réconforté et soutenu pendant ces années, merci de m'avoir soutenue.

Parce ce que sans vous ce mémoire ne serait pas : MERCI à tous.



# SOMMAIRE

Remerciements .....	3
Nomenclature .....	9
Introduction .....	11
1 Réaliser des disques de compresseurs plus légers: les enjeux, les défis .....	15
1.1 Des disques en alliage métallique aux ANAM.....	15
1.1.1 Le choix du renfort .....	16
1.1.2 Le renfort et les propriétés mécaniques du composite .....	19
1.1.3 Les matériaux sélectionnés.....	20
1.2 Le choix du procédé d'élaboration .....	22
1.2.1 Les voies solides d'élaboration .....	23
1.2.2 Les voies semi-solides d'élaboration .....	24
1.2.3 Elaboration par voie liquide .....	25
1.3 Enduction Grande Vitesse (EGV) et problématique .....	27
1.3.1 Problématique.....	27
1.3.2 L'analyse des phénomènes intervenant lors de l'enduction.....	28
1.3.3 Les instabilités interfaciales .....	30
1.3.4 Le mouillage.....	36
1.4 Conclusions .....	44
2 Matériels et méthodes.....	48
2.1 L'appareil d'enduction du laboratoire .....	48
2.1.1 Enduction à l'eau.....	48
2.1.2 Enduction à l'eutectique Plomb-Etain.....	54
2.1.3 Enduction sous angle.....	58

## SOMMAIRE

2.2	Simulation numérique.....	60
2.2.1	Modèles physiques .....	60
2.2.2	Les méthodes numériques .....	62
2.3	Les fours de mouillage .....	68
2.3.1	Le four de mouillage basse température .....	68
2.3.2	Le four de mouillage haute température .....	70
2.4	Caractérisations .....	75
2.4.1	Méthodes de préparation des échantillons pour le mouillage .....	75
2.4.2	Caractérisations microscopiques .....	77
2.5	Conclusions .....	78
3	Enduction mouillante sans réactivité.....	81
3.1	Grandeurs caractéristiques des écoulements .....	81
3.2	Le bain .....	83
3.2.1	La couche limite de Blasius .....	83
3.2.2	De la Cavité entraînée glissante ... ..	87
3.2.3	... vers le bain d'enduction .....	91
3.2.4	Détermination de la couche limite développée en enduction à l'eau .....	93
3.3	Régimes en enduction de fibres.....	96
3.3.1	La théorie LLD.....	97
3.3.2	Enduction de fibres.....	100
3.3.3	Validation des approches proposées: l'expérimental et le numérique .....	102
3.4	Comportement du ménisque dynamique .....	107
3.4.1	Ménisque dynamique et régimes.....	107
3.4.2	Ménisque dynamique et écoulement .....	110

# SOMMAIRE

3.5	Epaisseur emportée.....	114
3.5.1	Epaisseur emportée et paramètres d'enduction.....	114
3.5.2	Epaisseur emportée et stabilité de la gaine.....	122
3.6	Conclusions .....	125
4	Enduction par un alliage métallique.....	128
4.1	Enduction et paramètres du fluide.....	128
4.1.1	Propriétés des fluides d'enduction .....	128
4.1.2	Influence des propriétés fluides sur le développement de la couche limite .....	130
4.1.3	Influence des propriétés du fluide sur l'épaisseur emportée .....	134
4.2	Réactivité du plomb-étain avec les filaments.....	139
4.2.1	Le plomb .....	139
4.2.2	L'étain .....	141
4.2.3	L'eutectique plomb étain.....	143
4.3	Enduction de filaments par un fluide métallique.....	146
4.3.1	Sélection du filament pour les enductions.....	146
4.3.2	Enduction de filaments argentés par de l'eutectique plomb-étain .....	150
4.3.3	Stabilité de la gaine de métal.....	155
4.4	Conclusions .....	156
5	Enduction de filaments SCS-6 par du titane liquide .....	160
5.1	Enductions et paramètres du fluide .....	160
5.1.1	Propriétés du ti-6242 et le bain de titane.....	160
5.1.2	Enductions numériques au titane.....	162



# SOMMAIRE

5.2	Le mouillage du titane .....	167
5.2.1	Etude préliminaire du mouillage .....	167
5.2.2	Mouillage du TI6242sur des supports céramique .....	170
5.2.3	Mouillage de substrats de carbone par différents alliages de titane .....	175
5.2.4	Mouillage de substrats métalliques par du TA6V .....	180
5.3	Tests d'enduction.....	181
5.3.1	Enductions simples.....	181
5.3.2	Enductions doubles .....	183
5.4	Conclusions .....	189
	Conclusions et perspectives .....	192
	Bibliographie.....	195
	Annexe 1 - Extrait du rapport de stage de N.Martin .....	205
	Annexe 2 – Diagrammes binaires .....	209

# NOMENCLATURE

## Acronymes

ANAM	ANneau Aubagé Monobloc
CMM	Composite à Matrice Métallique
CMTi	Composite à Matrice de Titane
EGV	Enduction à Grande Vitesse
PLIC	Piecewise Linear Interface Calculation
TVD	Total Variation Diminishing
VER	Volume Elementaire Représentatif
VOF	Volume of fluid

## Lettres Grecques

$\alpha$	angle d'enduction	°
$\gamma$	tension superficielle	N.m <sup>-1</sup>
$\gamma_{LV}$	énergie interfaciale au contact liquide vapeur	N.m <sup>-1</sup>
$\gamma_{SL}$	énergie interfaciale au contact solide liquide	N.m <sup>-1</sup>
$\gamma_{SV}$	énergie interfaciale au contact solide vapeur	N.m <sup>-1</sup>
$\delta$	paramètre de couche limite	m
$\eta$	viscosité dynamique	Pa.s
$\theta$	angle de contact solide/liquide	°
$\theta_{app}$	angle de contact apparent	°
$\theta_c$	angle de Cassie	°
$\theta_w$	angle de Wenzel	°
$\kappa^{-1}$	longueur capillaire	m
$\lambda$	longueur d'onde	m
$\lambda^*$	longueur d'onde caractéristique de déstabilisation	m
$\nu$	viscosité cinématique	m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup>
$\rho$	masse volumique	kg.m <sup>-3</sup>
$\sigma_i$	contrainte à la rupture du matériau constitué de i	MPa
$\tau^*$	temps caractéristique de déstabilisation	s
$\chi$	fonction de phase (modèle 1-fluide)	/

## Lettres Latines

C	courbure de l'interface fluide / air	$m^{-1}$
e	épaisseur de fluide déposé sur le filament	m
e*	épaisseur moyenne d'un manchon déstabilisé	m
$\delta e$	amplitude des déstabilisations	m
$E_i$	Module d'Young du matériau constitué de i	GPa
g	accélération de la pesanteur	$m.s^{-2}$
H	hauteur de source	m
k	nombre d'onde spatial	$m^{-1}$
p	pression	Pa
R	rayon du filament	m
V	vitesse du filament	$m.s^{-1}$
V*	vitesse d'entrée en régime visco-inertiel	$m.s^{-1}$
V**	vitesse d'entrée en régime asymptotique	$m.s^{-1}$

## Nombres adimensionnels

Bo	nombre de Bond
Ca	nombre capillaire
Re	nombre de Reynolds
We	nombre de Weber

## INTRODUCTION

Dans le contexte économique et environnemental actuel, l'industrie aéronautique s'est engagée à réduire ses émissions de gaz à effet de serre de 50% d'ici à l'année 2050. L'atteinte d'un tel objectif ne sera possible que par de nouvelles conceptions des systèmes aéronautiques et par leur allègement. Afin de participer à ces engagements, la société Snecma du groupe Safran, équipementier aéronautique, a engagé de nombreux projets de recherches et technologies et le travail présenté est concerné par la conception de matériaux plus légers, pour réaliser des disques de compresseur pour réacteurs, par un procédé innovant : l'Enduction à Grande Vitesse (EGV) de filaments de carbure de silicium par un alliage de titane liquide. Depuis les années 1970, les recherches et innovations concernant les matériaux composites à matrice métallique (CMM) ont été nombreuses. Originaux par leurs variétés de renforcement, ces matériaux ont cependant été peu utilisés, notamment en température.

Les CMM qui nous intéressent dans cette thèse sont des composites à matrice de titane renforcés par des filaments céramiques de carbure de silicium. En effet, ces matériaux présentent de bonnes propriétés mécaniques spécifiques en statique et en dynamique ou en température, tout en résistant correctement aux environnements agressifs. L'application envisagée par Snecma pour ces composites à matrice de titane (CMTi) est le remplacement des disques de compresseur des turboréacteurs par un anneau renforcé circonférentiellement, appelé ANeau Aubagé Monobloc ou ANAM. Cette conception permettrait un important gain de masse non seulement par le renforcement filamentaire céramique mais également par le changement de design de la pièce. Ce changement du design est possible grâce à l'utilisation des filaments de carbure de silicium responsables de l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau.

Compte tenu de la forte réactivité entre le carbone constituant la couche externe du filament et le titane et le coût des procédés existants, la solution envisagée par Snecma est d'enduire les filaments par un alliage de titane liquide à grande vitesse ( $>1\text{m.s}^{-1}$ ). Ce procédé consiste à faire défiler le filament de façon continue au travers d'une charge liquide de titane dont il sort enduit. Ce procédé une fois optimisé permettrait d'obtenir des filaments couverts d'une gaine homogène d'épaisseur contrôlée de titane avec un faible temps de contact à chaud limitant la formation du carbure de titane à l'interface.

Malgré la simplicité apparente de ce procédé, de nombreux artéfacts sont présents : (1) la formation d'excroissances d'enduction, (2) le défaut de mouillage aux vitesses d'enduction

visées, et réduisent fortement les capacités de ce procédé. Le cahier des charges pour la fabrication de composites constituant les ANAM demande que le CMTi soit constitué à 20 % à 40 % en fraction volumique de céramique. L'épaisseur à déposer sur le filament compte tenu de cette condition impose une vitesse d'enduction de plusieurs mètres par seconde, soit des spécifications du procédé pour lesquelles l'enduction n'est que peu ou pas maîtrisée.

L'essentiel du travail de la thèse a été dans un premier temps d'identifier et de comprendre les conditions opératoires qui génèrent les défauts d'enduction puis de trouver les conditions d'élaboration qui permettraient de s'en affranchir, tout en restant proche des spécifications du cahier des charges. Les principaux défauts d'enductions qui ont été identifiés sont la formation de gouttes de fluide le long du filament qui se transforment en perles à l'état solide, une épaisseur de dépôt non uniforme et un recouvrement partiel du filament par le titane. Le travail de thèse a donc été divisé en plusieurs étapes. Dans un premier temps, nous devons comprendre l'ensemble des phénomènes présents en Enduction à Grande Vitesse (EGV) pour un fluide simple et non réactif avec son support. Une étude approfondie d'enductions à l'eau a donc été menée à partir d'expériences et de simulations numériques. Cette étude a été faite pour un passage vertical du filament au travers du bain de fluide en testant l'influence des paramètres du procédé sur l'épaisseur emportée par le filament : la vitesse de défilement du filament, son rayon, la profondeur du fluide traversé. Un second temps a été consacré à la détermination des origines des perles observées sur les monofilaments de carbure de silicium recouverts de titane. Le point essentiel ici est de déterminer si ces excroissances sont issues de déstabilisations spontanées de la gaine de fluide autour du filament afin de réduire l'énergie interfaciale de la gaine ou si elles sont liées au procédé d'enduction lui-même. La troisième étape du travail a été d'identifier quelles sont les contraintes propres à l'utilisation d'un fluide métallique par rapport à un fluide simple en terme d'épaisseur emportée, de formation des déstabilisations et de contact chimique à chaud entre le filament et l'alliage métalliques.

Le mémoire est construit en 5 chapitres. Dans un premier chapitre, nous expliquerons les motivations du projet et le choix du procédé d'Enduction Grande Vitesse pour l'élaboration des monofilaments constituant les ANAM. Ce chapitre fait également un point sur les technologies existantes pour la réalisation de CMTi en présentant leurs avantages et leurs inconvénients. Une étude bibliographique est également proposée et constitue la base des connaissances sur lesquelles nous nous sommes basés pour commencer notre étude.

Le deuxième chapitre est consacré aux matériels et méthodes utilisés afin de réaliser l'étude numérique et expérimentale de l'enduction grande vitesse des filaments de carbure de silicium par l'alliage de titane liquide.

Le troisième chapitre décrit les différents mécanismes intervenant sur l'enduction dans le cas d'un système modèle : l'enduction à l'eau de filaments de cuivre. Il s'appuie sur une analyse expérimentale et numérique du phénomène d'enduction et pose les bases des analyses pour les chapitres suivants.

Le chapitre 4 expose les résultats de l'étude d'enduction par un fluide métallique modèle : l'eutectique plomb-étain choisi pour son bas point de fusion et sa réactivité avec le filament. Cette analyse permet de confronter les résultats avec ceux obtenus pour les enductions à l'eau et de prendre en compte la réactivité et le mouillage entre le filament et la matrice.

Dans le chapitre 5, un retour sur le dispositif EGV est réalisé pour confronter les résultats obtenus précédemment aux conditions d'enduction dans ce dispositif. Cette confrontation nous a amené à étudier le mouillage réactif d'alliages de titane sur différents substrats afin de sélectionner le couple idéal substrat/alliage pour l'enduction. Enfin, les filaments obtenus en enduction suite à cette étude sont présentés.

L'ensemble des points abordés dans ces études permettent de comprendre que les interactions entre les phénomènes physiques et chimiques entrant en jeu dans l'élaboration des composites sont fortes et que la double approche proposée a permis d'identifier les améliorations possibles pour celle-ci.



# 1 REALISER DES DISQUES DE COMPRESSEURS PLUS LEGERS: LES ENJEUX, LES DEFIS

\*\*\*\*\*

## 1.1 DES DISQUES EN ALLIAGE METALLIQUE AUX ANAM

Snecma est un motoriste aéronautique et spatial de rang mondial spécialisé dans la conception, le développement et la production de moteurs et de turboréacteurs à applications militaires et civiles. L'objectif de Snecma dans ce projet est de réussir à alléger les disques de compresseur des turboréacteurs. Cet allègement permettrait d'améliorer le rendement « poussée sur masse » des turboréacteurs, les rendant plus performants et donc plus compétitifs sur le marché. L'utilisation de matériaux composites est donc envisagée pour remplacer les alliages de titane de type TA6V, Ti17 ou Ti6242 utilisé à ce jour pour la réalisation de ces disques.

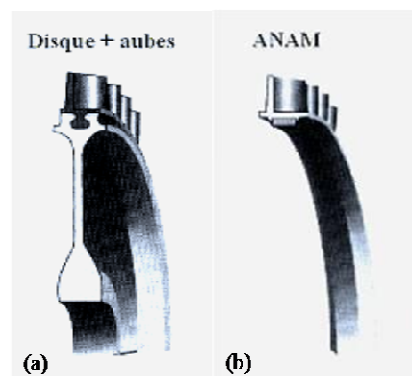
Trois classes de composites sont actuellement disponibles en science des composites mais seuls les composites à matrice métallique constituent un choix adapté pour notre problème à ce jour en terme de performance. En effet, l'utilisation de matériaux composites à matrice polymère est à exclure car les températures d'utilisation des matériaux visés sont trop importantes et l'utilisation de matériaux composites à matrice céramique est encore trop coûteuse et mal adaptée dans ce cas. L'allègement de la structure passera donc par l'utilisation d'un composite à matrice métallique de titane qui permet de réduire la masse de la pièce. Cette solution permettra d'atteindre l'objectif fixé en améliorant les propriétés thermomécaniques de la pièce. Les principales qualités des composites à matrice titane (CMTi) par rapport à un alliage de titane massif sont un meilleur fluage ainsi que de meilleures propriétés mécaniques statiques : le module d'Young est plus élevé, la contrainte à la rupture l'est également et les matériaux présentent généralement une meilleure tenue en fatigue, y compris en fatigue oligocyclique [ROU08].

Néanmoins, ces matériaux ne présentent pas que des avantages. Le principal inconvénient inhérent à la réalisation des CMTi est le coût des matériaux de base et celui du procédé de fabrication. De plus, en utilisation les CMTi présentent une forte réactivité entre la matrice de titane et le renfort céramique (quelle que soit sa nature chimique) et de fortes contraintes résiduelles sont présentes à l'interphase formée entre la matrice métallique et la céramique du fait des hautes températures d'élaboration. Ces matériaux sont donc chimiquement évolutifs



en utilisation. Ces évolutions principales sont la croissance de la couche d'interphase en utilisation à haute température par diffusion des espèces chimiques, l'oxydation et la corrosion du matériau.

Il reste à noter que parmi ces inconvénients certains seraient communs à l'élaboration et l'utilisation des disques en titane massif dont l'oxydation, la corrosion du matériau en utilisation et les hautes températures de procédé. Nonobstant les inconvénients sus-cités, les CMTi restent une bonne solution pour la réalisation des ANAM (cf. figure 1-1). De plus, l'utilisation de matériaux composites à matrice de titane permet notamment grâce à leurs meilleures propriétés mécaniques de changer le design du disque de compresseur. Il est en effet possible de passer des disques de compresseurs massifs et pleins (cf. figure 1-1(a)) à l'anneau (ANAM, figure 1-1(b)) par l'élimination de la partie centrale du disque de compresseur. Ce changement permet de réduire significativement la masse de la pièce par ce nouveau design mais aussi par l'allègement des matériaux. Cependant, l'utilisation d'un renfort céramique n'est pas triviale et de nombreux choix ont dû être réalisés avant d'aboutir à leur conception.



**Figure 1-1 – Représentation (a) des disques de compresseurs et (b) le renfort annulaire envisagé [DUD04]**

### *1.1.1 LE CHOIX DU RENFORT*

Deux types de renforts sont possibles pour la réalisation des CMTi. Un choix a donc dû être fait quant à l'utilisation d'un renfort par précipitation particulaire discontinu ou d'un renfort fibreux continu.

#### *1.1.1.1 GÉNÉRALITÉS SUR LE RENFORT PARTICULAIRE*

L'utilisation d'un renfort particulaire céramique nécessite l'utilisation de procédés d'élaboration qui font appel à la métallurgie des poudres ou à la fonderie. Dans le cas du

titane, très réactif avec les autres espèces, les renforts céramiques les plus utilisés sont des monocristaux de borure de titane (TiB) [GOR03] [HUA09] [RAD02] [RAN92], du carbure de titane (TiC) [RAD02] [RAN92] [WU 97] ou plus rarement du carbure de silicium (SiC) [GOR98]. Si le procédé choisi est celui de la métallurgie des poudres, les renforts résultants seront de taille micronique (de 2  $\mu\text{m}$  à 5  $\mu\text{m}$  environ) et les fractions volumiques en céramique intégrables dans la matrice seront comprises entre 5 % et 30 %. Ces matériaux peuvent être utilisés comme des alliages et peuvent donc être transformés par laminage, extrusion, forgeage,... Les matériaux obtenus présentent une certaine ténacité et sont plus ou moins ductiles en fonction de la teneur en céramique. Dans le cas de l'utilisation d'un procédé de fonderie pour incorporer le renfort céramique, la masse de céramique intégrable à la matrice est plus réduite (éventail de 10 % à 20 % en fraction volumique) et la taille des cristaux de céramique est micronique avec des grains allant de 10  $\mu\text{m}$  à 20  $\mu\text{m}$ . L'alliage constitué ne peut plus être transformé que par fonderie et le matériau obtenu est à faible déformation plastique.

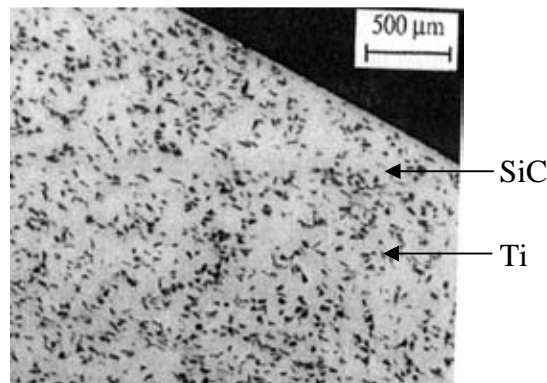


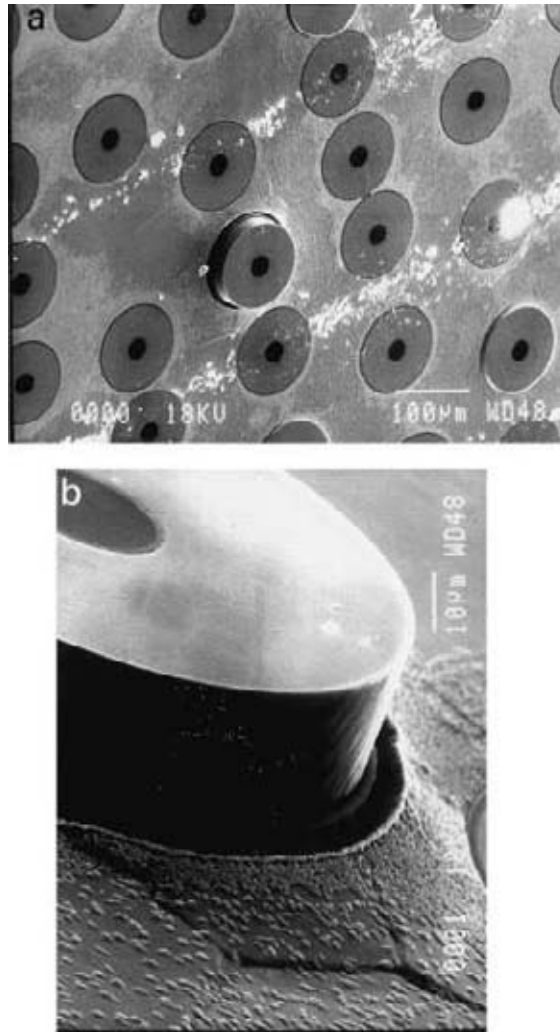
Figure 1-2 – Section polie d'un composite  $\text{SiC}_{\text{particules}}/\text{Ti}$  [GOR98]

Les principaux avantages de l'utilisation d'un renfort particulaire sont l'isotropie du matériau ce qui présente un atout dans le cas de sollicitations multidirectionnelles (cf. figure 1-2), des procédés de fabrication relativement simples et un équilibre thermodynamique peut être observé entre les particules précipitées et le titane (Ti/TiC ou Ti/TiB suivant le renfort choisi). Ces matériaux présentent cependant des propriétés mécaniques modestes (bien que supérieures au métal massif) du fait de leur structure isotrope.

#### 1.1.1.2 GÉNÉRALITÉ SUR LE RENFORT FIBREUX

Les renforts fibreux sont généralement des fibres de carbone (C), des fibres de carbure de silicium (SiC) ou des fibres de bore (B). L'élaboration des CMTi à renforts fibreux (cf. figure 1-3) nécessite une grande attention apportée à l'élaboration compte tenu de la forte

réactivité du titane avec les constituants du renfort. En effet, les filaments céramiques sont principalement utilisés pour leurs propriétés mécaniques spécifiques et la réactivité du titane envers ces filaments risque de consommer une partie de leur couche externe et donc de détériorer les propriétés mécaniques du composite réalisé. De plus, l'aspect filiforme du renfort complique la mise en forme des matériaux. Le procédé d'élaboration le plus utilisé est la compression à chaud et une attention particulière est portée sur la protection du filament (plus de détails sont donnés dans la section 1.2.1 des voies solides d'élaboration).



**Figure 1-3 – Exemple de composite à renfort filamenteux à matrice de titane : (a) Matériau réalisé et (b) un filament [OSB01]**

Les composites élaborés sont très performants unidirectionnellement ce qui constitue à la fois leur force majeure et leur plus gros point faible selon l'utilisation que l'on envisage pour le composite. Dans le cas de l'ANAM, la sollicitation principale étant circonférentielle nous sommes dans le cas où le renforcement par fibre est un atout. Le choix d'un tel renfort permet de notablement améliorer les propriétés mécaniques du titane et la fraction volumique en fibre

peut-être très variable car elle est dépendante des quantités de fibres et de matrice que l'on choisit (les limitations étant celles de la réactivité chimique à la température de compression choisie et des propriétés mécaniques désirées pour le composite). Ces composites sont à mise en œuvre ardue car, en plus des arguments su-cités, la répartition des filaments se doit d'être la plus homogène possible pour limiter les faiblesses mécaniques. Le coût de procédé d'un CMTi fibreux avec l'élaboration par compression à chaud revient actuellement à ~15 k€/kg [LEP10].

### 1.1.2 LE RENFORT ET LES PROPRIETES MECANIQUES DU COMPOSITE

Pour comprendre le choix du renfort qui a été effectué, nous allons nous appuyer sur une représentation des conséquences de l'évolution de la taille unitaire moyenne du renfort (élanement longueur/diamètre  $L/d$ ) sur la limite d'élasticité du composite par rapport à celle de la matrice métallique ( $\sigma_{yc}/\sigma_m$ ) et sur le module d'Young du composite par rapport à celui de la matrice métallique ( $E_c/E_m$ ) en prenant également en compte la fraction volumique du renfort.

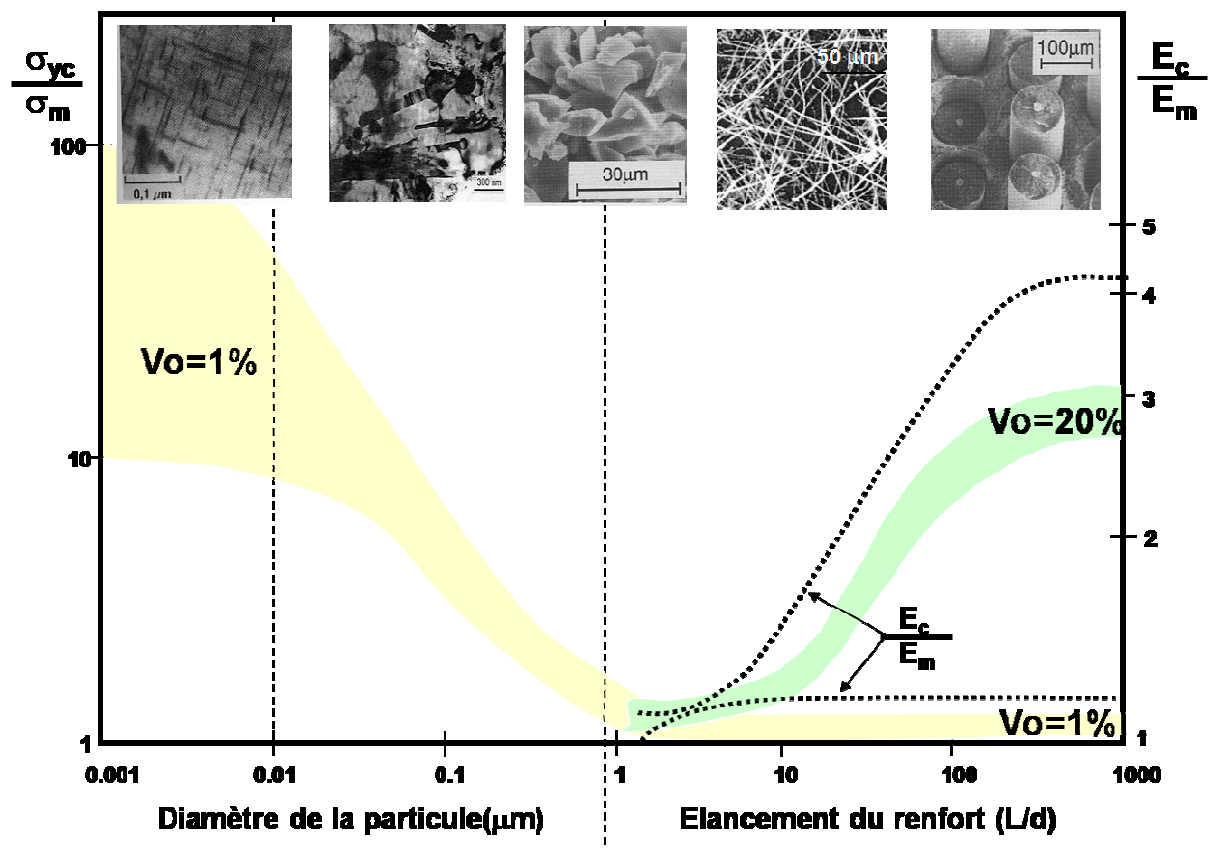


Figure 1-4 – Représentation schématique de l'efficacité des renforts céramiques en termes de module d'Young, de contrainte à la rupture et de fraction volumique [LEP10]

La figure 1-4 est qualitative mais elle permet de mettre en évidence que pour avoir un effet de renforcement maximal sur la limite d'élasticité et sur le module d'Young, il est nécessaire (1) d'augmenter l'élanement qui est le rapport de la longueur de la fibre sur son diamètre et (2) d'augmenter la fraction volumique en fibres. Il est alors aisé de comprendre qu'un renfort de type filament continu à module d'Young élevé et à résistance à la rupture importante est recherché pour renforcer la matrice de titane.

Compte tenu des contraintes exposées, les choix du renforcement est rapide car l'objectif visé est le gain de masse des disques de compresseurs pour augmenter le rendement du turboréacteur. Le renfort filamentaire est donc sélectionné pour l'élaboration de nos composites à matrice de titane.

### *1.1.3 LES MATÉRIAUX SÉLECTIONNÉS*

Nous cherchons à créer un nouveau matériau plus léger et plus performant pour la réalisation des ANAM en remplacement des disques de compresseur. Le choix se portera donc sur un filament capable d'augmenter la résistance du matériau composite, sa rigidité mais également sa tenue au fluage.

#### *1.1.3.1 CHOIX DE LA FAMILLE DU FILAMENT*

Les renforts capables de remplir les critères souhaités sont les fibres de carbone [EVE08] [MIL95], les fibres ou filaments de carbure de silicium [FRO96] [LEP89], les filaments de bore ou de carbure de bore [LEP89] [THE76]. Cependant, aucun des éléments de composition des filaments sus-cités n'est stable en présence du titane. Au contact à chaud avec du carbone, le titane forme du carbure de titane à large domaine d'existence ( $TiC_x$ ). Pour un même contact à chaud avec du carbure de silicium, le titane forme du  $TiC$  mais également du  $Ti_5Si_3(C)$ . De même pour les filaments de bore ou de carbure de bore, les espèces formées seront du  $TiB$ , du diborure de titane ( $TiB_2$ ) et le cas échéant du  $TiC$ . Compte tenu de ces différentes réactivités et des produits disponibles sur le marché, le choix de Snecma s'est porté sur l'utilisation de filaments de  $SiC$  couverts d'une ou plusieurs couches de pyrocarbone, dites couches sacrificielles et dérivatrices de fissures. De cette façon, la formation d'une zone de réaction a bien lieu mais elle n'affecte pas ou peu les propriétés mécaniques du filament et par conséquent du composite formé.

### 1.1.3.2 CHOIX DU FILAMENT DE CARBURE DE SILICIUM

Nous cherchons maintenant le filament de la classe SiC couvert d'une couche protectrice ou passivante de pyrocarbone qui répondra le mieux à nos attentes. Le tableau 1-1 donne un bon aperçu des filaments commerciaux existants et de leurs principales propriétés.

Les filaments les plus légers sont le SCS-6 et le SCS-9. Cependant, le SCS-6 a de meilleures propriétés mécaniques en terme de contrainte à la rupture et de module d'Young que le SCS-9, il sera donc le filament préféré pour la réalisation des ANAM. Pour précision, la couche externe de pyrocarbone est une double couche de 3  $\mu\text{m}$  d'épaisseur en tout (cf. figure 1-5).

Filament commercial	Composition chimique (du centre à la couche externe)	Masse volumique ( $\text{g/cm}^3$ )	Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma^R$ (GPa)	E (GPa)
<b>1140+</b>	Ame W / SiC pur / SiC +10% atomique Si / 5 $\mu\text{m}$ pyroC	3,4	105	4,0	385
<b>SM 1156</b>	Ame W / SiC pur / SiC +10% atomique Si / 5 $\mu\text{m}$ pyroC	3,3	147	4,0	331
<b>SM 2156</b>	Ame W / SiC +8% atomique C / SiC pur / 5 $\mu\text{m}$ pyroC	3,3	141	4,0	385
<b>SCS-6</b>	Ame C / SiC +5% atomique C / SiC pur / 3 $\mu\text{m}$ pyroC (SiC périphérique)	3,0	144	4,3	356
<b>SCS-9</b>	Ame C / SiC + C / SiC pur / 3 $\mu\text{m}$ pyroC (SiC périphérique)	2,8	75	3,8	310

Tableau 1-1 – Composition et principales propriétés des filaments SiC commerciaux [CHO05]

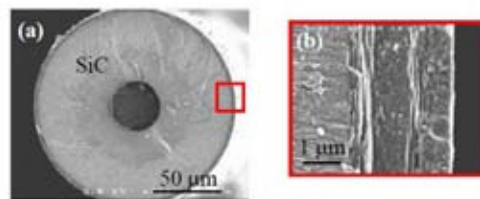


Figure 1-5 – Filament SCS-6 (a) en section, (b) détail du revêtement externe en pyrocarbone

### 1.1.3.3 LE TITANE SÉLECTIONNÉ

La matrice de titane est constituée de l'alliage de titane Ti-6242 [DUD04b] qui est un alliage complexe dont la composition et les structures cristallines formées par les éléments d'alliage sont résumées dans le tableau 1-2.

Le Ti-6264 est un alliage quasi- $\alpha$  qui est thermodynamiquement stable dans un état forgé  $\alpha+\beta$  et qui comporte 90 % de grains primaires  $\alpha$  (cf. figure 1-6). L'aluminium présent dans cet alliage est un élément stabilisateur alphasène qui contribue à augmenter la contrainte à la

rupture de l'alliage de titane et à réduire sa ductilité. Le molybdène de l'alliage, stabilisant bêtagène, joue un rôle important dans l'augmentation de la résistance au fluage tout en permettant à l'alliage de conserver sa ductilité [DUD04]. Les éléments d'étain et de zirconium sont eux neutres par rapport aux phases allotropiques alpha et bêta de l'alliage de titane et n'ont pas de rôle mécanique particulier dans cet alliage. Quant au silicium, il a été inséré en faible quantité dans ce mélange pour permettre la précipitation de siliciures nanométriques améliorant la résistance au fluage en suppléant l'action de Mo. Sa contribution doit cependant rester faible (quantité inférieure à 0,25% massique) pour éviter la formation de précipités micrométriques fragilisant la matrice.

Eléments	Ti	Al	Sn	Zr	Mo	Si
Pourcentage massique (%)	85,9	6	2	4	2	0,1
Type		$\alpha$	neutre	neutre	$\beta$	négl.

Tableau 1-2 – Composition de l'alliage de titane Ti-6242

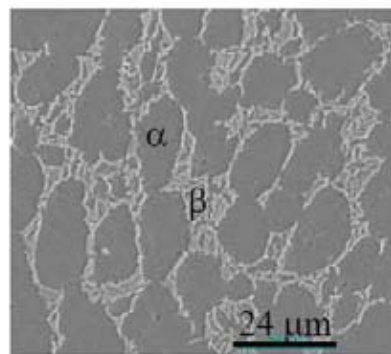


Figure 1-6 – Microstructure de l'alliage Ti-6242 dans l'état forgé  $\alpha+\beta$  [DUD04b]

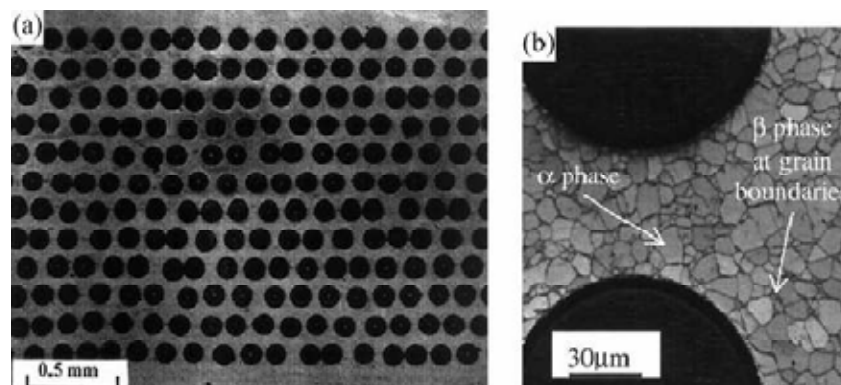
L'alliage de titane pré-sélectionné est le Ti-6242 mais nous verrons dans le chapitre 5 qu'au cours de nos travaux et compte tenu du procédé d'élaboration sélectionné pour la réalisation des CMTi, nous avons été amenés à considérer et tester d'autres alliages.

## 1.2 LE CHOIX DU PROCÉDÉ D'ÉLABORATION

L'élaboration des CMTi étant ardue, le recours à ces composites reste très limité et peu de travaux sont réalisés pour l'amélioration des procédés d'élaboration. Le procédé qui a été le plus étudié pour cette élaboration depuis plus de 20 ans est la voie feuillard / fibre / feuillard et plus rarement l'élaboration par projection plasma puis compression à chaud. Une dernière alternative consiste à pré-enduire le filament de titane puis de densifier à chaud les composites unitaires assemblés à chaud.

### 1.2.1 LES VOIES SOLIDES D'ÉLABORATION

La voie d'élaboration feillard / fibre / feillard, également appelée la voie solide consiste à empiler successivement une feuille de matrice (un feillard ou un ruban) et une couche de filaments que l'on va venir compacter à chaud à des températures de l'ordre de 850°C-950°C sous 80 MPa à 100 MPa. Le principal défaut de cette élaboration est que les filaments au sein d'une même couche sont mobiles les uns par rapport aux autres créant ainsi en compaction une répartition de renfort hétérogène. Afin de limiter ces mouvements de filaments lors de la compaction, il a été tenté de maintenir les filaments entre eux par un ruban métallique. L'utilisation de ce ruban crée de fortes tensions transverses sur les filaments lors de leur compaction pouvant résulter en leur rupture. Un exemple de CMTi est présenté figure 1-7. Cette figure montre la répartition des filaments suite à ce type d'élaboration et les défauts locaux occasionnés. Nous constatons une répartition des filaments acceptable dans la matrice. Cependant, les feillards utilisés dans cette technique sont très texturés compte tenu des traitements subits pour les obtenir et notamment à cause du laminage sévère des plaques. Cette texture engendre une anisotropie des propriétés mécaniques du titane qui est conservée lors de la compaction. Donc, compte tenu des effets combinés du matriçage de l'alliage et de la répartition inhomogène des filaments, les propriétés mécaniques du composite sont impactées.



**Figure 1-7 - Vue en coupe (a) d'un CMTi composé de SM1140+/Ti6242 et (b) la microstructure de la matrice [CAR01]**

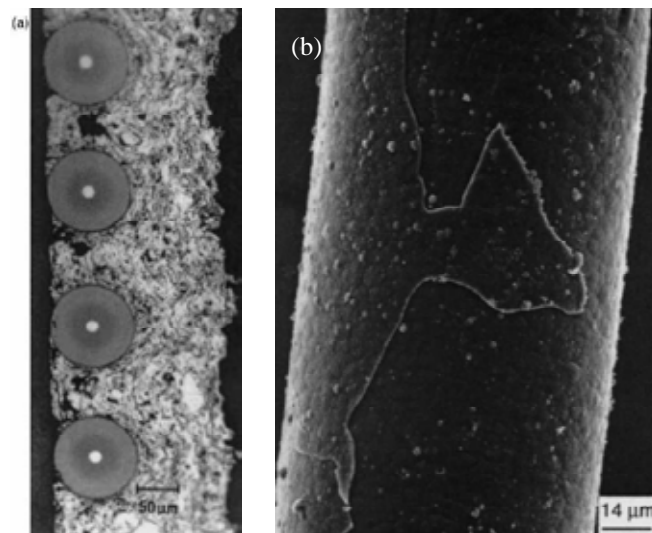
La seconde voie solide possible est celle de la métallurgie des poudres. L'idée de cette voie d'élaboration est de mettre en contact des poudres de titane liées avec les filaments de carbure de silicium répartis de façon homogène. Lors de la compaction isostatique de cet ensemble, la densification du matériau est possible par frittage. Cette voie d'élaboration est maintenant abandonnée par l'ensemble des industriels car en plus de désagréments cités précédemment,



les composites réalisés sont fortement contaminés chimiquement par les résidus des éléments liants utilisés pour la cohésion des poudres sur le filament.

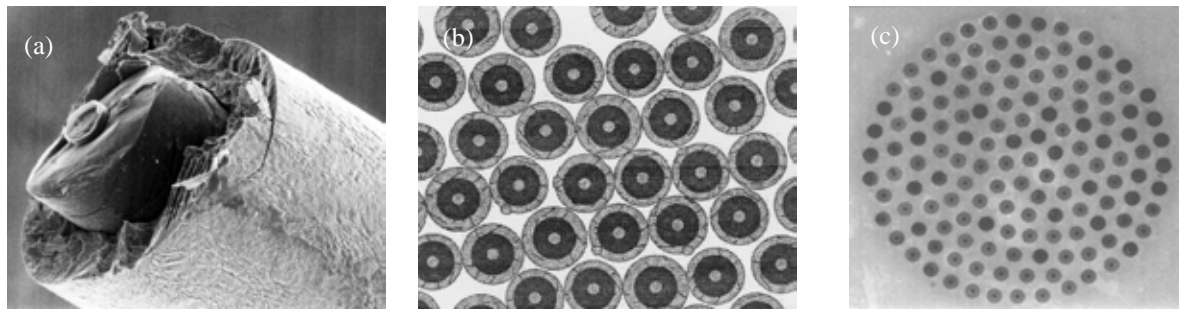
### 1.2.2 LES VOIES SEMI-SOLIDES D'ÉLABORATION

Des voies semi-solides d'enduction sont également possibles. La première voie semi-solide pour la réalisation des CMTi est la voie de projection plasma. Cette voie consiste à projeter à l'aide d'une torche à plasma sous pression réduite une poudre pré-alliée de titane sur le filament. Ce procédé permet d'atteindre une vitesse de dépôt élevée d'environ 100  $\mu\text{m}$  par heure. Les filaments enduits sont ensuite compactés à chaud et la diffusion solide agit pour lier les filaments entre eux, ceci amenant peu de pores résiduels. Mais cette solution a pour conséquence de détruire la couche protectrice de carbone sur le filament par arrachement lors du dépôt et les couches déposées sont hétérogènes (cf. figure 1-8). Cette voie étant complexe, elle a été abandonnée.



**Figure 1-8 – CMTi réalisés par projection plasma (a) en coupe transversale et (b) exemple d'arrachement de la couche protectrice du filament en début d'élaboration [DJA01]**

La deuxième voie semi-solide est le dépôt physique en phase vapeur (PVD ou EB-PVD). Cette voie n'est pas destructive, permet d'obtenir une couche homogène d'alliage de titane le long des filaments et de réaliser des composites à distribution hexagonale idéale pour la répartition des efforts au sein des composites (cf. figure 1-9). Cette voie d'élaboration est lente avec des vitesses de dépôts sur le filament de 20 cm à 180 cm par heure suivant l'épaisseur du dépôt à réaliser. Elle est de ce fait très coûteuse et n'est pas utilisable pour tous les alliages de titane suivant les espèces chimiques constituant l'alliage, notamment le Ti-6242. Malgré son coût d'exploitation, cette voie est celle industriellement mature aujourd'hui.



**Figure 1-9 – Illustration de l’élaboration par EB-PVD (a) le composite pré-enduit, (b) ensemble de composites pré-enduits avant compact et (c) composite renforcé avec une bonne répartition des filaments dans le composite [WAR94]**

La troisième voie d’élaboration solide consiste à enduire le filament de SCS-6 par une barbotine composée de poudre de titane de composition et de taille de particule choisie, d’un liant organique de type polymère (le plus souvent du polypropylène carbonate) et d’acétone. Cette technique d’enduction issue de la métallurgie des poudres a été utilisée pour enduire des filaments continus de carbure de silicium [GUO98]. Une fois le filament enduit, il est séché pour éliminer la présence résiduelle d’acétone puis chauffé pour éliminer les agents polymères [SHI03], [SHI04], [JEE06] puis fritté pour obtenir une couche uniforme de titane autour du filament. Cependant cette méthode présente deux inconvénients principaux. Dans un premier temps, comme pour l’élaboration en voie solide de métallurgie des poudres, le polymère ne peut être totalement éliminé et pollue la matrice de titane. Dans un second temps, l’élaboration des composites est ralentie compte tenu de la forte viscosité de la barbotine. L’étude de Beeley et Guo de 2004 [BEE04] a montré que ce procédé n’est utilisable que pour une plage très limitée de vitesses d’enduction jusqu’à 1,8 m/min pour cette étude spécifique. En effet, à cette vitesse, de l’air est piégé au niveau de l’entrée du filament dans le fluide et bulle dans le bain empêchant l’enduction. Cette étude a également mis en évidence la forte sensibilité de la possibilité d’emport de fluide avec les pourcentages volumiques en polymère liant et en solvant. Or comme le solvant est l’espèce la plus mobile dans la barbotine, ce fluide a tendance à être majoritairement happé par le flux généré lors du passage du filament, modifiant ainsi les pourcentages volumiques respectifs des espèces au cours du temps.

### *1.2.3 ELABORATION PAR VOIE LIQUIDE*

Une nouvelle voie d’élaboration a été proposée dans les années 2000 par Snecma [FRA07] sur le même principe que la solution d’enduction par barbotine. L’idée est d’obtenir un matériau aussi performant mécaniquement que ceux réalisés avec les composites issus de la PVD mais plus rapidement pour réduire les coûts de production. La solution envisagée est

l'élaboration par voie liquide suivant une technique appelée Enduction à Grande Vitesse (EGV) de titane liquide sur le filament de carbure de silicium SCS-6. Le principe de cette voie liquide est de faire passer au travers une masse d'alliage de titane en fusion le filament SCS-6 de façon continue pour qu'il ressorte de la charge couvert d'une épaisseur homogène et constante d'alliage. Ce procédé permettrait de réaliser les composites à moindre coût grâce à une grande productivité (~m/s). La couche de métal liquide est ensuite figée sur le filament grâce à un système de refroidissement optimisé. Les filaments composites ainsi élaborés sont ensuite compactés entre eux. Dans ce procédé, la limitation de la dégradation du filament est assurée par un faible temps de contact à chaud entre le filament et la matrice.

Le système créé pour réaliser l'élaboration en voie liquide (cf. figure 1-10) est composé de cinq modules. Ces modules sont :

- Module I : une bobine émettrice composée d'un système de déroulement contrôlé du filament équipé d'un système permettant la régulation de la tension dans le filament.
- Module II : un creuset froid [FEI02] qui est le module dans lequel sera placé l'alliage en fusion
- Module III : un système de refroidissement du filament gainé
- Module IV : un système de trancannage de la fibre enduite
- Module V : un module regroupant l'instrumentation et la régulation des paramètres du procédé.

L'ensemble des ces modules est placé sous atmosphère contrôlée d'argon.

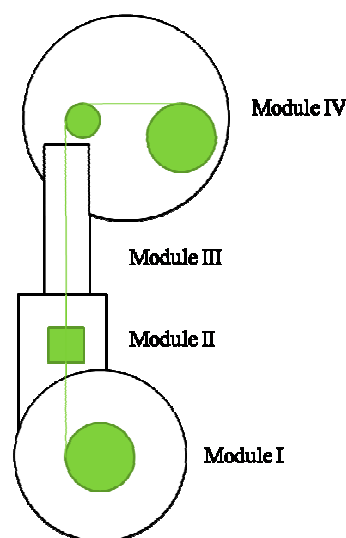


Figure 1-10 – Schéma simplifié du système créé pour l'enduction grande vitesse

C'est dans le creuset froid que l'élaboration du composite se réalise. Dans ce creuset, la charge de titane est disposée puis chauffée par induction et est maintenue en suspension électromagnétique. Comme nous l'avons précisé précédemment, le titane est un composé hautement réactif avec de nombreuses espèces chimiques à l'état solide ce qui est d'autant plus prononcé à l'état liquide. L'utilisation d'un récipient standard pour la fusion et le maintien de la charge de titane liquide est donc impossible surtout si nous tenons à conserver la pureté de l'alliage d'enduction. La solution trouvée est d'utiliser un creuset froid sectorisé combiné avec un chauffage inductif qui permet la transmission d'énergie calorifique (chauffage) et mécanique (lévitation et brassage électromagnétique) au système sans contact.

Le filament SCS-6 passe donc au travers de ce système, en ressort couvert de titane et l'ensemble est refroidi par un système de buses d'hélium. Le système de refroidissement est placé suffisamment proche de la sortie de l'alliage en fusion pour figer la gaine de titane le plus rapidement possible ce qui permet de limiter la réactivité entre la gaine et le filament mais aussi d'éviter les déstabilisations hydrodynamiques possibles. Le filament enduit de matrice refroidie est ensuite trancanné sur la poulie de réception et est prêt pour la compaction à chaud pour la mise en forme de l'ANAM.

### **1.3 ENDUCTION GRANDE VITESSE (EGV) ET PROBLEMATIQUE**

#### *1.3.1 PROBLÉMATIQUE*

Le principe de l'enduction grande vitesse est simple, cependant plusieurs verrous restent à lever avant de pouvoir fiabiliser la production des composites des futurs ANAM. En effet, les premiers essais d'enduction réalisés suite à l'étape de validation des matériaux pour la constitution des ANAM ont abouti à l'élaboration de composites dits « fil de pêche » (cf. figure 1-11)



**Figure 1-11 – Exemple de pré-composite obtenu**

Ces filaments présentent des zones enduites, des perles de titane le long du filament et du filament nu. Non seulement la gaine de titane n'est pas homogène, ni constante le long du filament mais en plus la formation de perles de titane crée des ruptures du filament lors de l'étape de trancannage. Le procédé ne peut donc pas être continu et le travail de thèse a pour

but de comprendre les origines de ces déstabilisations mais surtout d'identifier des plages de fonctionnement pour les éviter.

Une étude bibliographique a été nécessaire afin de mieux comprendre les phénomènes de mécanique des fluides occurrents pour l'atteinte de l'épaisseur d'enduction souhaitée et les origines des déstabilisations de la gaine de fluide. Certaines zones de filament nu ne montrent aucune trace de contact entre le filament et l'alliage de titane fondu. Cette observation est la conséquence d'un défaut de mouillage entre le filament et la future matrice et une compréhension du mouillage est à envisager. Ce seront les trois axes de recherche qui sont abordés dans cette synthèse du projet de thèse.

### *1.3.2 L'ANALYSE DES PHENOMENES INTERVENANT LORS DE L'ENDUCTION*

L'enduction est le fait de recouvrir un solide par un liquide suite à une interaction dynamique, également appelé mouillage forcé. L'interaction qui nous intéresse ici est le passage à grande vitesse d'une fibre au travers d'un bain de métal liquide, soit une configuration non abordée dans la bibliographie.

Les études concernant l'enduction de fluides non métalliques ont débuté au début du XX<sup>ème</sup> siècle avec les travaux de Goucher et Ward en 1922 [GOU22], ceux de Landau et Levich en 1942 [LAN42] et ceux de Derjaguin en 1943 [DER43]. Ces dernières contributions étudiaient la formation d'une mince couche de fluide sur une plaque. Les études menées ont permis de relier l'épaisseur emportée à la vitesse de tirage et aux propriétés du fluide (1.1). Cette étude est maintenant connue sous le nom de théorie LLD, nommée d'après ces auteurs : Landau, Levich et Derjaguin. Depuis les contributions théoriques ont visé à la diversification des supports d'enduction, à l'amélioration de cette loi et à l'extension de son domaine de validité [BRE61], [WHI66], [RYC96], [RYC98], [REB00], [REB02]. En effet, les hypothèses réalisées pour établir la loi LLD (1.1) négligeaient les effets d'apesanteur et considéraient l'approximation de lubrification comme valide. Dans ce cas, l'épaisseur emportée s'exprime :

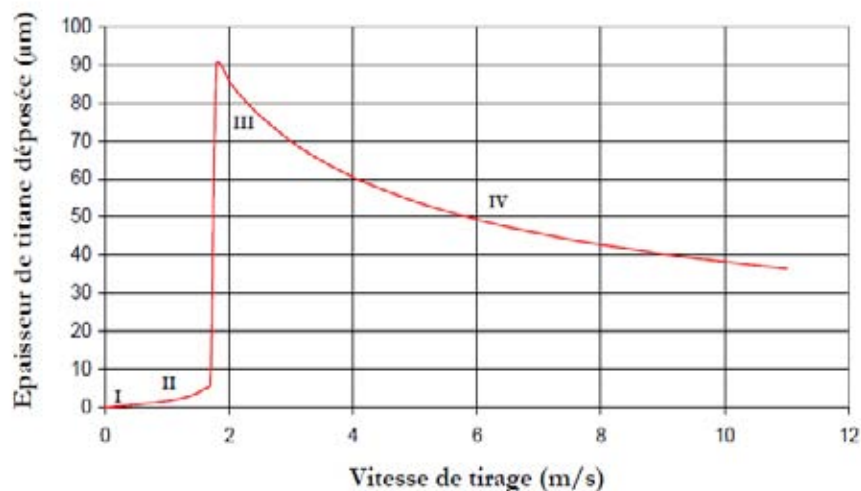
$$e = 1.34RCa^{2/3} \quad (1.1)$$

où  $e$  est l'épaisseur de film déposée sur la fibre (m),  $R$  est le rayon de la fibre (m),  $Ca$  est le nombre capillaire tel que  $Ca = \eta V / \gamma$  avec  $\eta$  la viscosité du fluide (Pa.s),  $V$  la vitesse de tirage (m.s<sup>-1</sup>) et  $\gamma$  la tension de surface (N.m<sup>-1</sup>).

L'approximation de lubrification n'est valide que si le film de fluide adhère parfaitement au support, est fin et si l'écoulement est dominé par des effets visqueux. Les deux dernières

conditions sont insatisfaites si la vitesse de tirage pour l'enduction est grande car l'épaisseur enduite augmente avec la vitesse de tirage et des effets dûs à l'inertie du fluide apparaissent, dominant l'écoulement. Dès que l'on sort des hypothèses de l'approximation de lubrification, la détermination d'une loi pour l'épaisseur emportée quel que soit le fluide et les conditions opératoires est complexe. Or ce sont les conditions pour lesquelles nous devons travailler. Le travail de cette thèse est en partie consacré à l'étude des différents régimes en enduction pour comprendre les phénomènes pour un fluide simple : de l'eau, et ceux pour un fluide métallique : nous traiterons l'eutectique plomb-étain et des alliages de titane. L'étude de ces différents régimes en enduction est réalisée en termes d'influence des conditions du procédé : la vitesse de défilement du filament ( $V$ ), le rayon du filament ( $R$ ) et la hauteur de source ( $H$ ), et des propriétés du fluide : la tension de surface ( $\gamma$ ), la viscosité ( $\eta$ ), et la masse volumique du fluide ( $\rho$ ).

Si l'on considère l'état des connaissances sur l'enduction avant le début de la thèse pour un fluide peu visqueux, nous obtenons une tendance pour l'évolution de l'épaisseur déposée en fonction de la vitesse de tirage pour le titane comme représentée sur la figure 1-12.



**Figure 1-12 – Evolution possible de l'épaisseur de fluide emportée en fonction de la vitesse de défilement du filament [FEI02]**

Cependant, la courbe présentée en figure 1-12 est qualitative et les travaux réalisés montreront que cette évolution n'est pas physique. En effet, peu d'études ont été menées pour des fluides simples [RYC96], [REB00], [REB02] et aucune pour des fluides métalliques dans cette plage de vitesses pour l'enduction de fibres. Une étude paramétrique est donc à réaliser pour comprendre l'influence des paramètres d'enduction sur l'épaisseur de fluide emportée par le filament. Cette étude est rapportée dans le chapitre 3.

### 1.3.3 LES INSTABILITÉS INTERFACIALES

La seconde problématique relevant de la mécanique des fluides suggérée par la figure 1-11 est la déstabilisation de la gaine tant qu'elle reste dans son état liquide. Nous devons donc déterminer si ces déstabilisations sont la conséquence d'un refroidissement trop tardif du manchon de fluide appelées les déstabilisations de Plateau-Rayleigh ou si elles sont induites dans le procédé par les mouvements de fluide au sein de la charge de titane liquide (entraînement du fluide par le passage du filament, palpitation de la charge de titane en suspension électromagnétique, circulations du fluide induites par le champ électromagnétique).

#### 1.3.3.1 LES INSTABILITÉS DE RAYLEIGH

Deux types de déstabilisations spontanées de cylindre fluide sont identifiables. Les instabilités connues sont le cas de la déstabilisation spontanée d'une fine couche de fluide sur un cylindre dans une configuration statique ou faiblement dynamique dites déstabilisations de Plateau-Rayleigh [PLA73] [RAY92] et la déstabilisation d'un filet cylindrique en sortie d'injecteur dites mode Rayleigh. Nous allons exposer ici ces deux types de déstabilisations.

- **Déstabilisation Plateau-Rayleigh**

Considérons un filament de rayon  $R$ , couvert d'une épaisseur  $e$  de fluide (figure 1-13(a)). Le film déposé sur le filament est instable et se rompt en gouttes régulières le long du filament. Dans une telle configuration, c'est la tension interfaciale qui est déstabilisante car la surface extérieure du cylindre est plus grande que l'aire interfaciale d'un ensemble de gouttes si la longueur d'onde de déstabilisation,  $\lambda$ , est assez grande (1.2). La gaine de fluide est soumise à une pression caractéristique qui a une composante hydrostatique d'ordre  $\rho g(R+e)$  et une composante de pression de Laplace d'ordre  $\gamma/(R+e)$ . Tant que le nombre de Bond (1.3) qui compare ces deux pressions reste très petit, la gravité reste négligeable et l'épaisseur de fluide ondule tout en conservant une axisymétrie pour former un chapelet de gouttes. Pour les filaments qui ont un diamètre de l'ordre de la centaine de micromètres et pour un dépôt de l'ordre de la dizaine de micromètre, le nombre de Bond est de l'ordre de  $1.10^{-2}$ . La condition sur le nombre de Bond est donc assurée.

$$\lambda > 2\pi(R + e) \quad (1.2)$$

$$Bo = \frac{\rho g}{\gamma} (R + e)^2 = \kappa^2 (R + e)^2 \quad (1.3)$$

$$e_\lambda = e^* + \delta e \cos kx \quad (1.4)$$

$$e^* = e - \frac{\delta e^2}{4R} \quad (1.5)$$

La déformation de l'interface est possible par l'initiation d'un gradient de pression local qui génère l'ondulation de la surface de fluide (1.4) et entraîne un mouvement de fluide résultant en la formation du chapelet de gouttes (cf figure 1-13b). Dans le modèle qui est proposé ici, nous notons  $e$  l'épaisseur initiale de fluide sur le filament,  $e^*$  l'épaisseur moyenne de l'ondulation de la surface de fluide,  $e_\lambda$  la fonction de  $x$  qui décrit l'ondulation de l'interface suivant l'espace longitudinal et  $\delta e$  l'amplitude de la déstabilisation ( $\delta e$  étant dépendant du temps). Pour conserver la masse du manchon de fluide,  $e^*$  est différent de  $e$  et lui est inférieure. Le calcul de  $e^*$  à partir de  $e$  est réalisé par l'équation 1.5. Comme la théorie a été établie pour des films minces ( $e \ll R$ ), on considère que l'écoulement dû à l'oscillation est un écoulement de Poiseuille ce qui suppose que les effets visqueux sont plus influents pour le mouvement du fluide que l'inertie. De plus, si l'on considère que l'épaisseur de dépôt est faible et que les amplitudes de déformation sont modérées, on peut décrire la courbure de l'interface  $C$  qui est la contribution de deux rayons de courbure (celle due à la géométrie cylindrique et celle due à la déformation) comme dans l'équation 1.6.

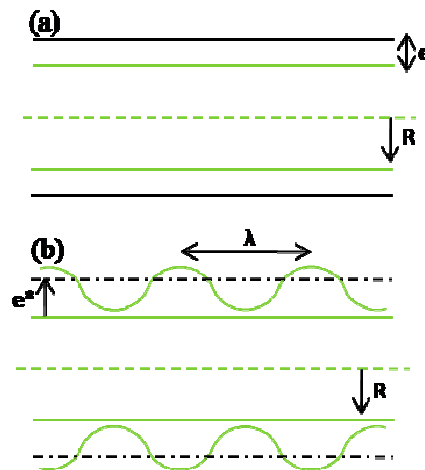


Figure 1-13 – Représentation des déstabilisation de Plateau-Rayleigh : (a) avant l'initiation et (b) gaine déstabilisée

$$C \approx \frac{1}{R + e} - \frac{d^2 e}{dx^2} \approx \frac{1}{R} - \frac{d^2 e}{dx^2} \quad (1.6)$$

C'est par le calcul du gradient de cette courbure et l'hypothèse de l'écoulement de Poiseuille que l'on peut calculer le flux de liquide  $Q$  (1.7) généré par l'action de la tension superficielle.



Si l'on veut suivre l'évolution de l'épaisseur locale du film en fonction du temps et de l'espace, il faut écrire la conservation de flux entre une position  $x$  et une position  $x+dx$ . On en tire l'équation 1.8 pour suivre l'évolution de la perturbation.

$$Q \sim \frac{e^3}{\eta} \frac{dC}{dx} \quad (1.7)$$

$$\frac{d\delta e}{dt} = \delta e \frac{\gamma e^3}{3\eta R^2} k^2 (1 - k^2 R^2) \quad (1.8)$$

L'équation 1.8 permet de trouver un critère de développement d'instabilité en termes de longueur d'onde et de temps de croissance associé à chaque vecteur d'onde. Le minimum pour la longueur d'onde, soit celle qui sera sélectionnée par le système car étant celle qui demande le moins de déplacement de matière est détaillé en équation 1.9 et son temps caractéristique en équation 1.10.

$$\lambda^* = 2\pi\sqrt{2}R \quad (1.9)$$

$$\tau^* = 12 \frac{\eta R^4}{\gamma e^3} \quad (1.10)$$

Cette analyse bien que permettant de comprendre des origines possibles de déstabilisation de la gaine, est pourtant limitée car il a été considéré :

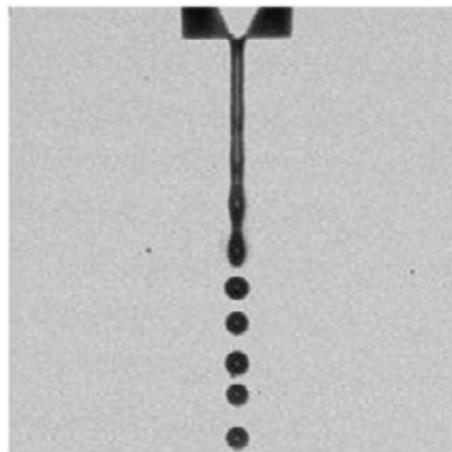
- un écoulement de Poiseuille, ce qui n'est pas le cas en EGV car l'inertie entre en compte
- une épaisseur de fluide négligeable devant le rayon du filament.

Quéré a montré dans l'article « Thin Films on Verticals fibers » [QUE90] que sous certaines conditions, des films fins de fluides peuvent rester stables sous l'action d'un déplacement fluide interne à la gaine enduite. Ces essais concernent des filaments enduits à faible vitesse dont l'enduction est stoppée pour observer le drainage par gravitation de l'épaisseur déposée. Il observe ainsi que pour un film épais les déstabilisations de Plateau-Rayleigh entrent en jeu lors du drainage alors que pour certains films plus fins ( $e \ll R$ ), aucune déstabilisation n'est observée. La stabilisation de la gaine s'explique par la génération d'un flux interne suffisamment intense pour éliminer les effets de Plateau-Rayleigh dans les faibles épaisseurs. En effet, l'observation d'un fil enduit de la même façon horizontalement et verticalement montre dans le premier cas une déstabilisation de la gaine de fluide en mode Plateau-Rayleigh et dans le second cas un drainage sans déstabilisation de la gaine. Nous en concluons que si le

flux de drainage par gravité d'une fine épaisseur de fluide est assez intense pour éliminer ce phénomène alors l'inertie que nous observons au sein de la gaine de fluide en EGV peut également avoir pour conséquence de stabiliser notre manchon de fluide plus épais et ainsi de limiter ces effets. La limitation de cette stabilisation sera l'équilibre entre l'intensité du flux interne de la gaine et la dissipation de l'énergie par effet visqueux au sein de cette même gaine.

- **Le mode Rayleigh**

Nous considérons donc maintenant le mode Rayleigh qui est celui que l'on peut observer si l'on laisse un mince filet d'eau s'échapper d'un robinet : le filet se rompt et forme des gouttelettes (cf figure 1-14). Lorsque l'écoulement d'un jet cylindrique de liquide dans un milieu gazeux est étudié, différents régimes de rupture des jets sont observés. Ces régimes de rupture sont directement reliés au débit du filet. Cinq régimes sont identifiés [DUM08] : le goutte à goutte, le mode Rayleigh, deux régimes à dominance aérodynamique et l'atomisation.



**Figure 1-14 – Représentation des déstabilisations du mode Rayleigh**

Dans le mode Rayleigh, seules les forces de tension superficielle sont responsables de la rupture du jet [CHA07], pour les mêmes raisons et les mêmes moteurs que pour les déstabilisations Plateau-Rayleigh décrites ci-dessus. Dans ce régime, l'écoulement est axisymétrique et les gouttes formées ont un diamètre d'environ 1,89 fois celui de l'injecteur. Le temps de formation des gouttes est déterminé par une analyse dimensionnelle, en omettant les effets visqueux. Les grandeurs dont le problème dépend étant la masse volumique du fluide, le rayon du filet de fluide et la tension de surface, cette approche permet de donner un ordre de grandeur pour le temps de formation des gouttes (1.11).

$$\tau_c = \sqrt{\rho R^3 / \gamma} \quad (1.11)$$

où  $R$  est ici le rayon du cylindre de fluide en écoulement.

La vitesse du fluide n'intervenant pas dans le calcul du temps caractéristique de défragmentation, la longueur de rupture augmente avec la vitesse dans les limites de ce mode. Nous notons dans ce cas que le flux interne de cet écoulement est suffisamment intense pour stabiliser les interfaces et donc retarder l'action de la tension de surface quand la vitesse augmente dans ce mode.

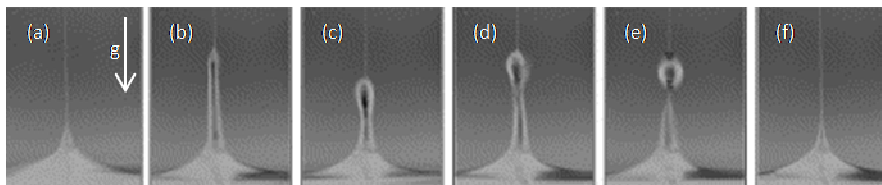
L'augmentation du débit du jet a pour conséquences de créer un cisaillement entre la surface extérieure du jet et l'atmosphère environnante. Ce cisaillement est caractéristique du premier régime aérodynamique induit. Les instabilités de Rayleigh sont alors transformées en instabilités de Kelvin-Helmholtz [SRI11], [DUM08]. Le jet perd son caractère axisymétrique, les longueurs de rupture diminuent et les gouttes formées sont de taille équivalente à l'injecteur. Ce régime aérodynamique induit est parfois nommé : régime de Rayleigh particulier axisymétrique [CHI92]. Ensuite l'écoulement devient turbulent et nous sortons du cadre de notre étude.

Cette proposition d'analyse des déformations spontanées de la gaine bien que prenant en compte l'inertie du fluide négligent les effets visqueux au sein du fluide. Notre situation est quant à elle différente de ces deux possibilités de déstabilisations exposées car un frottement visqueux existe entre le fluide et le filament et la vitesse de transport du fluide par le filament est importante : les effets inertiels entrent en jeu. Ces possibilités de déstabilisations seront prises en compte lors d'analyses futures des déstabilisations de gaine en EGV. Cependant il semblerait que la présence combinée d'un contact avec le filament en EGV créant des déplacements visqueux et des effets d'inertie puissent stabiliser le film de fluide autour du filament et ralentir le processus d'action de la tension superficielle.

Les déstabilisations spontanées de la gaine sont donc une éventualité mais qui semble avoir ses limitations grâce au flux interne de la gaine emportée. Nous déterminerons par la suite les conditions pour lesquelles ces remarques sont valides en enduction. Un autre phénomène de déstabilisations de la gaine de fluide a été mis en évidence [RYC96], [REB02] : c'est le phénomène d'expulsion sporadique qui trouve son origine en sortie de bain au niveau du ménisque dynamique.

### 1.3.3.2 LES EXPULSIONS SPORADIQUES

Ces expulsions trouvent leurs origines à la limite supérieure de la loi LLD quand les effets de l'inertie commencent à dominer l'écoulement généré par le passage du filament dans le bain de fluide. Les déstabilisations présentées ici sont induites par le flux généré par le passage du filament dans le bain et n'est pas une action spontanée comparé aux exemples précédents. Ce phénomène a été observé pour des fluides peu visqueux et est la conséquence de l'épaississement de la gaine de fluide quand ces effets émergent. L'épaississement de la gaine de fluide (cf figure 1-15(b)) quand les effets d'inertie entrent en action est tellement important que les forces capillaires qui sont perpendiculaires à cet épaississement ne sont plus négligeables. Elles agissent donc sur la gaine (cf figure 1-15(c) & (d)) pour minimiser l'énergie interfaciale en diminuant la surface de contact. Une goutte se forme (cf figure 1-15(e)) le long du filament et est emportée par le filament par effet d'inertie. Compte tenu de la largeur, de l'espacement de ces expulsions et d'observations in-situ, nous pensons que les perles de titane observées sur les filaments enduits sont issues de ce phénomène. Les critères d'apparition, d'existence et d'arrêt de ce phénomène seront discutés plus en détails dans le chapitre 3.



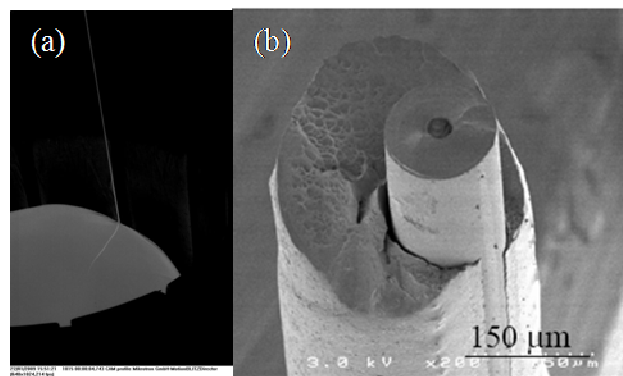
**Figure 1-15 - Illustration des expulsions sporadiques pour un filament de 54 $\mu$ m de diamètre pour une vitesse de tirage de 1,5m/s, les images (a) à (f) sont espacées de 30ms chacune [REB02]**

Les problématiques de mécanique des fluides que nous avons exposées dans cette partie nous indiquent les différentes pistes sur lesquelles les travaux ont porté. L'étude de l'enduction de fibre va donc concerner l'étude de trois zones connectées et en interaction : le bain, le ménisque dynamique et l'épaisseur emportée. Pour l'étude du bain, l'analyse des flux générés par le passage du filament dans un bain de fluide sera examinée afin de comprendre les contributions de ces flux au phénomène d'enduction. L'étude du ménisque dynamique concerne quant à elle le suivi de l'évolution de l'épaisseur et de la courbure du ménisque suivant les différents régimes d'emport en enduction. Enfin, l'analyse de l'épaisseur emportée est réalisée pour les différents paramètres de procédé et de propriétés des fluides. Cette étude sera menée dans un premier temps avec de l'eau afin d'isoler les phénomènes physiques mis en jeu en EGV puis nous utiliserons un fluide métallique modèle à bas point de fusion afin de

comprendre les conséquences dans un premier temps des modifications des paramètres fluides (notamment l'augmentation de la tension de surface et de la masse volumique) puis dans un second temps, l'influence du mouillage en contact métal/métal (eutectique plomb-étain sur substrat de cuivre (oxydé et argenté)) en enduction.

#### 1.3.4 LE MOUILLAGE

Un autre phénomène observé lors de l'enduction des filaments SCS-6 par du titane liquide est qu'au-delà d'une vitesse-seuil, le filament de SiC est éjecté de la charge de titane en fusion lors de son passage dans le module II (cf figure 1-10). L'enduction se réalise donc en périphérie de la charge de titane et non plus à cœur où l'enduction pouvait être plus concentrique (cf figure 1-16). Ce phénomène tient son origine dans le mouillage réactif du filament par la charge de titane liquide qui au delà d'une certaine vitesse de défilement du filament ne se réalise plus à cause du temps de contact à chaud trop court. Une troisième étape de notre travail a été donc de comprendre les conséquences de ce défaut de mouillage aux grandes vitesses de tirage du filament sur l'épaisseur emportée.



**Figure 1-16 – Photo (a) du procédé d'enduction grande vitesse en fonctionnement, avec passage du filament en périphérie de la charge de titane [SAN09] et (b) composite élaboré [DUD04]**

Afin d'introduire au mieux la problématique de mouillage et les actions qui ont été menées dans le cadre de ce travail, un rappel sur les notions de mouillage est proposé.

La mouillabilité est la capacité qu'a un liquide à s'étaler sur un substrat solide. Les deux paramètres qui caractérisent le mouillage sont le degré de mouillage et le taux de mouillage [KUM07]. Le degré de mouillage est quantifié grâce à la mesure de l'angle de contact relevé entre le solide et le liquide. Il est dépendant de l'état de surface du solide et des énergies interfaciales mises en jeu à l'interface. Le taux de mouillage est quant à lui déterminé par la vitesse à laquelle le liquide mouille la surface du substrat et s'étale. Ce dernier est gouverné

par les conditions thermiques, la tension de surface du liquide et sa viscosité, de la pureté et de la rugosité du substrat et des réactions chimiques pouvant exister à l'interface.

#### 1.3.4.1 L'ANGLE DE CONTACT

L'angle de contact est défini par la tangente au point triple séparant le liquide, le solide et l'atmosphère et la surface du substrat. Si le système est à l'équilibre l'angle de contact est déterminé par la surface du solide (rugosité arithmétique (Ra), composition et cristallinité) et les énergies interfaciales. Si la surface est idéale (Ra=0 et chimiquement homogène), l'angle de contact est défini par l'équation d'Young (1.12) [EUS98].

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (1.12)$$

$$Fd(t) = \gamma_{SV} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta(t)) \quad (1.13)$$

$$S = \gamma_{SV} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LV}) = \gamma_{LV}(\cos \theta - 1) \quad (1.14)$$

où  $\theta$  est l'angle de contact entre le liquide et son substrat ( $^{\circ}$ ),  $\gamma_{LV}$  l'énergie interfaciale au contact liquide vapeur ( $N.m^{-1}$ ),  $\gamma_{SL}$  l'énergie interfaciale au contact solide liquide ( $N.m^{-1}$ ),  $\gamma_{SV}$  l'énergie interfaciale au contact solide vapeur ( $N.m^{-1}$ ),  $Fd(t)$  la force motrice de mouillage et  $S$  le coefficient d'étalement.

Sur une même surface, hors équilibre, il est possible de déterminer une force motrice de mouillage ( $Fd(t)$ ) donnée par l'équation 1.13. Cette équation permet de relier l'étalement d'une goutte en mouillage pur (sans déformation de la surface solide, ni de changement de composition du fluide) à l'évolution de l'angle de contact. A cet angle est lié un coefficient d'étalement  $S$  (1.14). Ce coefficient est négatif si le mouillage est partiel et est nul ou positif si le mouillage est total [SAU98] (cf. figure 1-17).

Pour des surfaces et fluides réels, la littérature fait état de nombreuses dénominations et existences d'angle de contact dont une partie est détaillée ci dessous.

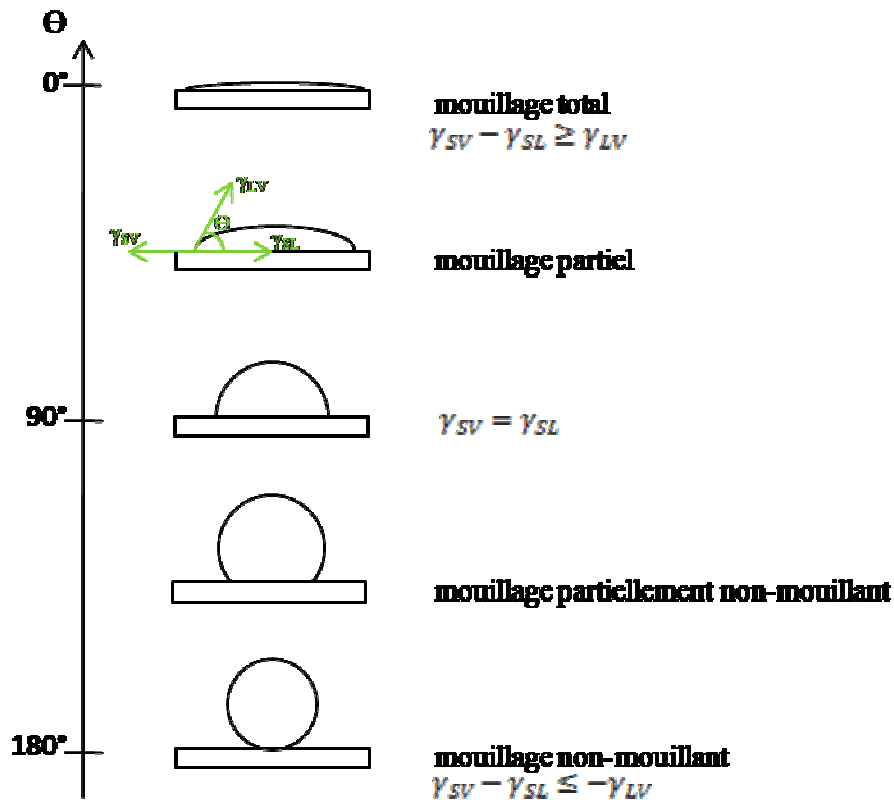


Figure 1-17- Différents types de mouillage

L'angle de contact décrit par l'équation Young (1.12) est appelé **angle d'Young** ou angle de contact à l'équilibre. Un **angle de contact apparent**, défini par Marmur [MAR94], [MAR96], est l'angle macroscopique formé par le liquide sur le solide à une échelle telle que les rugosités et détails morphologiques de la surface ne sont pas observables.

Un **angle microscopique de contact** (cf. figure 1-18(a)) peut se former en amont de l'angle de contact apparent. Si la surface est rugueuse, l'angle de contact est affecté par cette rugosité. Un **angle de Wenzel** (cf. figure 1-18(b)) [WOL99] est alors défini (1.15). La mesure de l'angle de contact apparent obtenu sur une surface rugueuse est reliée à l'angle de contact d'une surface homogène par la loi simplifiée de Wenzel en connaissance du ratio entre la surface réelle et la surface plane projetée du substrat (noté R dans l'équation 1.15). Cette relation de Wenzel permet de comparer le mouillage d'un même fluide sur des solides présentant des rugosités de substrat différentes. Elle met également en évidence que pour un contact partiellement mouillant, l'angle de contact diminue quand la rugosité augmente et pour un mouillage partiellement non-mouillant, l'angle de contact apparent augmente quand la rugosité augmente.

L'hétérogénéité de la surface de mouillage quelle soit chimique ou cristallographique a également une influence sur la mesure de l'angle de mouillage. En effet, les contacts microscopiques étant différents suivant les différentes zones du substrat des différentiations d'angle peuvent apparaître sur le pourtour de la goutte déposée. L'équation de Cassie [MHA02] est la plus souvent utilisée pour décrire l'angle de contact composite sur une surface hétérogène [ADA97]. **L'angle de Cassie** (cf. figure 1-18(c)) ou angle composite est défini suivant la relation 1.16 où  $f_1$  et  $f_2$  sont les fractions de surface occupées respectivement par le composé 1 et le composé 2.

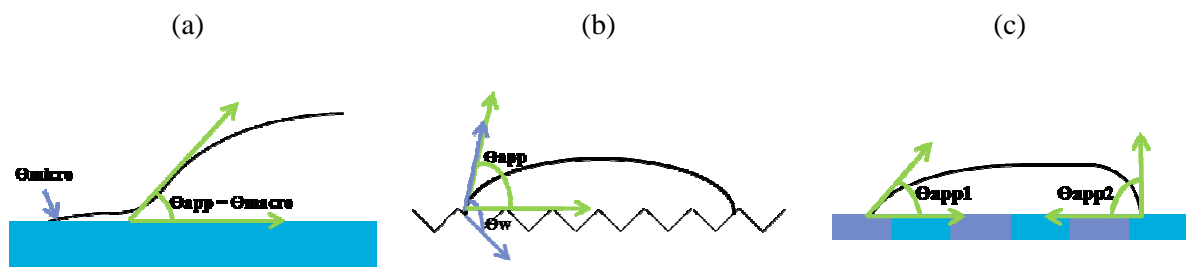


Figure 1-18 – Représentation des angles apparents dans le cas (a) d'une avancée microscopique, (b) d'une surface rugueuse et (c) d'une surface hétérogène

$$\cos \theta_w = R \cos \theta_{app} \quad (1.15)$$

$$\cos \theta_c = f_1 \cos \theta_{app1} + f_2 \cos \theta_{app2} \quad (1.16)$$

L'ensemble des angles décrit succinctement ci-dessus sont des angles statiques caractérisés une fois que l'étalement du liquide est atteint. D'autres angles sont décrits pour caractériser l'évolution dynamique des angles en fonction du temps.

En évolution dynamique, un angle de contact d'avancée et un angle de contact de recul sont définis [SAU98]. L'angle de contact d'avancée est défini comme étant l'angle de contact déterminé quand le liquide gagne du terrain sur la phase vapeur (étalement en mouillage, angle aval sur un plan incliné). L'angle de contact de recul caractérise la perte de terrain du fluide par rapport à la phase vapeur (démouillage de la surface, angle amont sur un plan incliné).

#### 1.3.4.2 TAUX DE MOUILLAGE

Le taux de mouillage est dépendant des données thermodynamiques et de la cinétique possible pour un système donné. Le moteur de l'étalement d'un liquide sur un solide est la diminution de l'énergie de système par la formation d'une interface plutôt que deux surfaces. Cependant, les données thermodynamiques seules n'expliquent pas le mouillage, il faut également



prendre en compte : les flux internes du liquide, les angles de contact dynamiques formés lors du mouillage et la réactivité du liquide avec le substrat.

- **Propriétés du fluide**

La viscosité, la tension de surface et la masse volumique du fluide sont identifiées comme étant influentes sur l'étalement du liquide. L'étude expérimentale séparée de ces paramètres n'est pas aisée car ils interagissent lors des différentes phases de l'étalement pour établir l'avancée (ou le recul) du liquide sur le solide ainsi que l'angle du mouillage. D'après l'équation d'Young, nous en déduisons que plus la tension de surface entre le liquide et l'atmosphère sera petite, meilleur sera le mouillage à l'équilibre mais cette information ne nous renseigne pas sur l'influence en situation dynamique. Suivant un raisonnement intuitif, nous notons qu'un fluide visqueux aura tendance à avoir une cinétique d'étalement plus lente qu'un même fluide peu visqueux. Pour ce qui est de la masse volumique, aucune étude n'a été menée pour tester ce paramètre car les études de mouillage par mesure d'angle de contact apparent sont effectuées avec des volumes et masses de gouttes telles que les effets d'apesanteur soient négligeables sur le phénomène. Pour cela, il suffit de travailler avec des gouttes dont le rayon à l'état statique sera inférieur à la longueur capillaire,  $\kappa^{-1}$ , longueur pour laquelle les forces capillaires et gravitationnelles sont de même grandeur [GEN05] (1.17).

$$\kappa^{-1} = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}} \quad (1.17)$$

Ces propriétés sont, de plus, changeantes suivant l'atmosphère et la température. Une augmentation de la température aura pour conséquence de diminuer la tension de surface du liquide ainsi que sa viscosité rendant l'étalement plus aisé et l'angle de contact statique plus petit. L'atmosphère quant à elle aura une influence sur la valeur de la tension de surface selon sa nature et pourra être moteur d'oxydation de la surface ou du liquide de mouillage réduisant l'efficacité du mouillage.

- **Mouillage inerte**

Pour un mouillage inerte, la cinétique du taux de mouillage est principalement déterminée par la tension de surface du liquide et sa viscosité [YOS00]. L'équilibre thermodynamique du mouillage (en condition idéale) est donc exprimé par la relation d'Young. En effet, si l'on considère l'énergie libre d'une surface,  $\Delta G^S$ , qui subit un faible recouvrement (ou découverture) de gain d'aire,  $\Delta A$ , l'énergie nécessaire à ce déplacement est décrit en

équation 1.18. L'équilibre de ce nouveau système est atteint une fois que la progression de l'étalement ralenti et devient nul, soit  $\Delta A \rightarrow 0$  (1.19). Dans ce cas, on retrouve bien l'équation d'Young pour décrire l'équilibre, l'étalement  $\Delta A$  étant déterminé par les propriétés du fluide.

$$\Delta G^S = \Delta A(\gamma_{SL} - \gamma_{SV}) + \Delta A\gamma_{LV}(\theta - \Delta\theta) \quad (1.18)$$

$$\lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta G^S}{\Delta A} = 0 \quad (1.19)$$

- **Mouillage réactif**

Les systèmes en mouillage réactif sont principalement des mouillages en contact métal/métal ou métal/céramique, c'est-à-dire le type de configuration qui va nous intéresser pour notre étude en EGV. Dans le cas d'un système réactif, le mouillage s'accompagne d'une réaction chimique interfaciale. Ce mouillage peut conduire à une diminution ou à une augmentation de l'angle de contact. Cette réaction chimique peut être de deux types : soit le substrat se dissout dans le liquide, sans former de composé, soit un nouveau composé est formé à l'interface entre le liquide et le substrat.

Le cas de dissolution du substrat dans le liquide va entraîner une modification locale de la composition chimique du liquide et modifier les énergies interfaciales du système. La dynamique d'étalement sera donc modifiée ainsi que la rugosité du substrat. De plus, dans cette configuration l'angle apparent de mouillage sera différent de l'angle réel de mouillage compte tenu de la dissolution du substrat par le liquide de mouillage (cf. figure 1-19).

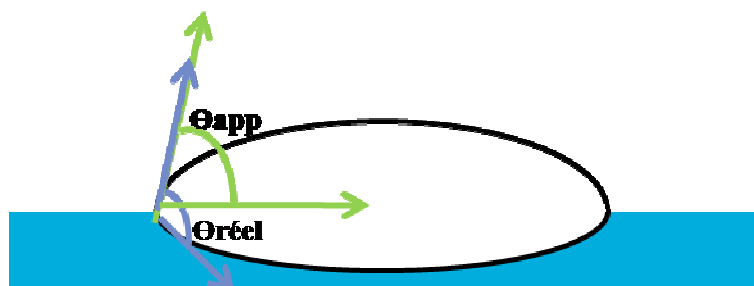


Figure 1-19 – Angle apparent et angle réel dans le cas d'une infiltration

Pour ce qui est du mouillage par formation d'un composé interfacial, un nouveau composé se forme à l'interface entre le substrat et le liquide et change l'équilibre de contact. Le mouillage est dans ce cas gouverné par la nature et le taux de mouillage de ce nouveau composé par le liquide. Yost [YOS00] a montré dans son modèle cinétique d'étalement que sous conditions de réaction et de diffusion de l'espèce réagissante, plus le liquide comportera d'espèce

réactive, plus le mouillage sera rapide. Ce mouillage réactif par formation de composé peut être soit diffusionnel, soit contrôlé par le processus local pour l'étalement. Pour le mouillage réactif diffusionnel, la cinétique d'étalement est corrélée à la rapidité avec laquelle l'élément réactif diffuse vers la ligne triple. Les travaux de Mortensen [MOR97], [MOR01] ont permis d'établir une modélisation réaliste de ce type de cinétique (1.20). Pour le mouillage réactif contrôlé par le processus local, il est défini que la cinétique d'étalement du liquide sur le substrat est limitée par la cinétique réactionnelle à la ligne triple (1.21), [DEZ02].

$$\frac{dR}{dt} = 2D_i F(T)(C_0 - C_e) \frac{\theta}{n_v e} \quad (1.20)$$

$$\cos\theta_f - \cos\theta = (\cos\theta_f - \cos\theta_0) \exp(-kt) \quad (1.21)$$

où R est le rayon de la goutte,  $D_i$  le coefficient de diffusion du soluté dans le liquide,  $C_0$  la concentration en espèce réactive dans le goutte,  $C_e$  concentration local en soluté à la ligne triple,  $\theta$  l'angle de contact instantané à la ligne triple,  $n_v$  le nombre de moles de soluté par unité de volume de produit de réaction,  $e$  l'épaisseur du produit de réaction à la ligne triple,  $\theta_f$  l'angle de contact final,  $\theta_0$  l'angle de contact initial et k une constante décrivant l'évolution de l'angle de contact.

Ce nouveau contact et ses capacités d'adhésion sont déterminés par le mouillage et la réactivité [CON03]. Compte tenu de l'ensemble de ces nouvelles considérations pour les systèmes réactifs, nous ne détaillerons pas plus les tenants et aboutissants du mouillage réactif dans leur globalité mais nous les visiterons cas par cas dans les chapitres s'intéressant au mouillage métal/métal ou métal/céramique. Cependant un point rapide est proposé sur le contact carbone-titane moteur de mouillage pour l'EGV envisagé pour l'élaboration de composites.

- **Mouillage réactif du carbone par du titane**

L'enduction de filaments SCS-6 par du Ti6242 est un procédé ambitieux en conditions extrêmes. En effet, l'objectif est d'enduire les filaments à des vitesses de l'ordre de plusieurs mètres par seconde par du titane maintenu en fusion : soit une température de travail entre 1600°C et 1700°C suivant l'alliage de titane sélectionné et des temps de contact très faibles (de la milliseconde à la dizaine de millisecondes suivant la vitesse choisie et la longueur parcourue par le filament dans le titane). Dans le cas de ce contact, c'est la formation de  $TiC_x$  qui provoque le mouillage du filament de SiC couvert de pyrocarbone. Il est établi que l'évolution de l'angle de mouillage en fonction du temps pour un mouillage réactif entre le

titane et le carbone s'effectue en trois temps [LAN96], [LAN98], [DEZ02]. La première phase correspond au contact initial non-mouillant entre le titane et le carbone, auquel est associé un grand angle de mouillage (cf. figure 1-20(a)). Cette première phase est principalement due aux différences de liaisons chimiques entre les liaisons métalliques du titane (avec délocalisation totale des électrons de valence) et les liaisons céramiques du carbone (liaisons covalentes). Un temps est donc nécessaire avant de créer les premiers cristaux de  $TiC_x$  à l'interface. La seconde phase voit une évolution linéaire du rayon de la goutte en fonction du temps (cf. figure 1-20(c)). La vitesse de mouillage est ici gouvernée par la formation de carbure en amont de la goutte au point triple liquide/solide/vapeur. La vitesse de déplacement du point triple et donc de l'étalement est donc directement associée à la vitesse de formation du carbure à l'interface. Cette vitesse est bien entendu dépendante de la température, de la nature du carbone et de la rugosité du substrat [LAN98], [DEZ02]. La troisième phase identifiée correspond à l'atteinte de l'angle de mouillage d'équilibre. Dans ce cas, l'angle apparent d'Young est déterminé par la relation 1.22 [LAN97] où un nouveau terme  $\gamma_{PL}$  représente la tension de surface entre le liquide et le produit formé.

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{PL}}{\gamma_{LV}} \quad (1.22)$$

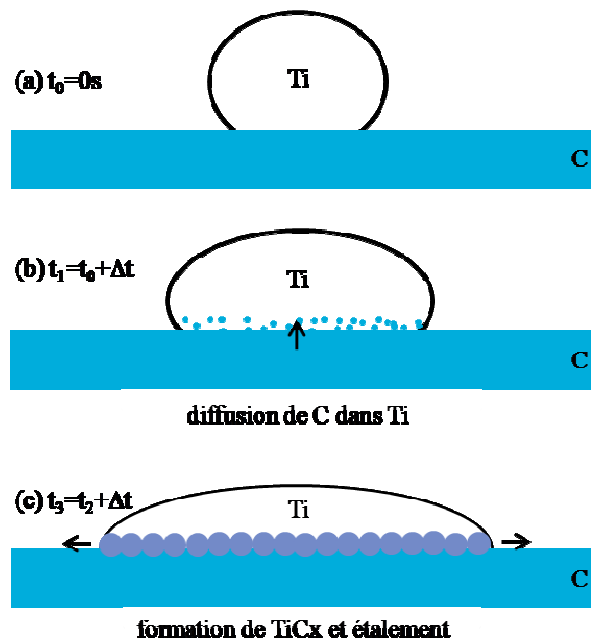


Figure 1-20 – Quelques étapes du mouillage du carbone par un alliage de titane : (a) premier temps de contact, (b) diffusion du substrat dans le liquide et (c) mouillage par formation d'un produit interfacial

Cependant l'ensemble de ces phases n'a pas abouti en EGV. Il est donc nécessaire d'identifier les étapes de formation du carbure afin de mieux comprendre le mécanisme mis en jeu dans

ce contact. Trois étapes sont identifiées pour la formation du  $TiC_x$  [DUD04]. Dans un premier temps, le carbone doit être dissocié dans la matrice de titane (cf. figure 1-20.b). Compte tenu des différences de liaisons chimiques et de nature des éléments en contact, cette étape est l'étape limitante de la formation de carbure et est celle qui déterminera l'étalement du liquide [LAN96], [LAN98]. La seconde étape est la diffusion du carbone à l'interface de réaction, étape rapide compte tenu de la mobilité et du coefficient de diffusion du carbone à cette température. La dernière étape est la croissance de  $TiC_x$ . Si cette croissance était l'étape limitante, la vitesse d'étalement de l'alliage de titane serait indépendante de la nature du substrat de carbone sur lequel le carbure se forme. Or il a été montré que l'orientation des liaisons chimiques en surface du substrat et sa rugosité ont une influence sur le taux de mouillage pour les alliages de titane [LAN98], [PAL01].

En se basant sur les travaux de Dezellus et al. [DEZ01] qui ont montré que la vitesse d'avancée du  $TiC_x$  au cours du mouillage d'un alliage liquide de Sn-Ti sur du carbone vitreux est de l'ordre de  $10\mu\text{m/s}$  à  $1100^\circ\text{C}$ , Duda [DUD04] a estimé que l'interaction à  $1700^\circ\text{C}$  entre le filament SCS-6 et le titane permettrait une avancée de la ligne triple de quelques millimètres par seconde. Soit pour un contact de 5 ms, une distance parcourue par un germe de  $TiC_x$  de  $250\mu\text{m}$  or la périphérie de notre filament de  $440\mu\text{m}$  soit seulement 57% de la périphérie pour un site de germination. Un appareil de mouillage permettant une étude sur des interactions (substrat / alliage de titane) a été réalisé dans le cadre de ce travail et sont présentés dans le chapitre 5 du mémoire de thèse.

## 1.4 CONCLUSIONS

Le renforcement des métaux par des céramiques filiformes constitue un choix approprié pour la réalisation de matériaux pour l'aéronautique compte tenu de la haute valeur ajoutée de leur association. L'utilisation de composites est à la fois une bonne solution pour l'allégement des matériaux mais résulte également en l'amélioration des propriétés mécaniques. Cependant les procédés d'élaboration de tels matériaux restent très coûteux ou dégradants pour les filaments utilisés rendant le second argument caduc. La conception d'une nouvelle voie d'élaboration a donc été nécessaire afin de réduire les coûts de production de ces matériaux et pour les rendre compétitifs sur le marché : l'Enduction Grande Vitesse. L'introduction au problème d'enduction présenté nous permet de comprendre la double approche mécanique des fluides et matériaux nécessaire pour la résolution du problème posé par le nouveau procédé.

Les travaux de la thèse ont donc visé à identifier et comprendre les principaux des mécanismes entrant en jeu lors de l'enduction à grande vitesse. Une double approche numérique et expérimentale a donc été mise en place pour estimer les paramètres influents sur l'épaisseur de fluide emportée dans des conditions simplifiées d'enduction (enduction à l'eau). Puis l'influence de l'utilisation d'un fluide métallique est réalisée pour identifier les différences et similitudes entre ces fluides. Enfin une compréhension du mouillage du filament de SCS-6 par l'alliage de titane de Ti-6242 est réalisée pour identifier les voies d'amélioration possibles afin de permettre un mouillage plus efficace aux faibles temps de contact à chaud.







## 2 MATÉRIELS ET MÉTHODES

\*\*\*\*\*

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'ensemble des moyens qui ont été utilisés pour réaliser les travaux de thèse. Il est divisé en quatre parties distinctes. La première partie décrit le dispositif d'enduction à grande vitesse laboratoire avec lequel nous avons pu comprendre les principaux mécanismes de l'enduction par l'étude d'un fluide mouillant modèle et non-réactif : l'eau, puis un fluide métallique réactivement mouillant, l'alliage eutectique plomb-étain. La deuxième partie détaille les outils numériques qui ont été utiles pour l'étude des mécanismes de mécanique des fluides : mouvements du fluide dans le bain et l'enduction. L'outil numérique nous a également permis de mettre en évidence l'influence de certains paramètres du procédé ce qui n'était pas facilement réalisable sur le plan expérimental. La troisième partie est quant à elle consacrée à la description des dispositifs d'étude de mouillages : le four de mouillage basse température et le four de mouillage haute température. Ce dernier a été réalisé pour effectuer ce travail de thèse. Enfin la dernière partie de ce chapitre va détailler les outils d'analyse qui ont servi pour les caractérisations des expériences de mouillage et des filaments élaborés en EGV.

### 2.1 L'APPAREIL D'ENDUCTION DU LABORATOIRE

L'appareil d'enduction du laboratoire a été réalisé par Gilles Klein [KLE06] à Snecma Gennevilliers et a servi à un stage préliminaire sur l'enduction à l'eau réalisé par Alexandre Gharbi en 2006 [GHA06]. Afin de comprendre l'ensemble de la problématique posée par l'EGV de Snecma, nous avons choisi d'étudier ces problématiques étape par étape. Ainsi l'appareil d'enduction laboratoire nous a permis de réaliser des enductions à l'eau afin d'identifier les régimes d'emport et d'expulsions pour un cas en interaction strictement physique. Puis, nous avons fait évoluer ce procédé afin de pouvoir enduire les filaments avec de l'eutectique plomb-étain. Ce fluide à bas point de fusion nous a permis d'appréhender les influences du mouillage en enduction et de tester son impact sur l'établissement des régimes. Enfin un troisième changement a été réalisé pour tester l'influence d'un angle entre le filament et la surface du bain.

#### 2.1.1 ENDUCTION À L'EAU

Cet appareil est constitué d'une poulie émettrice de filament, de poulies de conduction de filament, d'un bac percé et d'un moteur électrique relié à une poulie réceptrice comme

schématisé à la figure 2-1. Le bac de rétention de fluide est percé à un diamètre légèrement supérieur à celui du filament à enduire afin d'éviter les pertes de fluide et pouvoir considérer le niveau du bain d'enduction comme constant (diamètre des filaments 240  $\mu\text{m}$  et 254  $\mu\text{m}$  pour 300  $\mu\text{m}$  de passage). Cette installation bien que simple dans son principe a nécessité certains ajustements afin d'obtenir des résultats expérimentaux fiables et reproductibles.

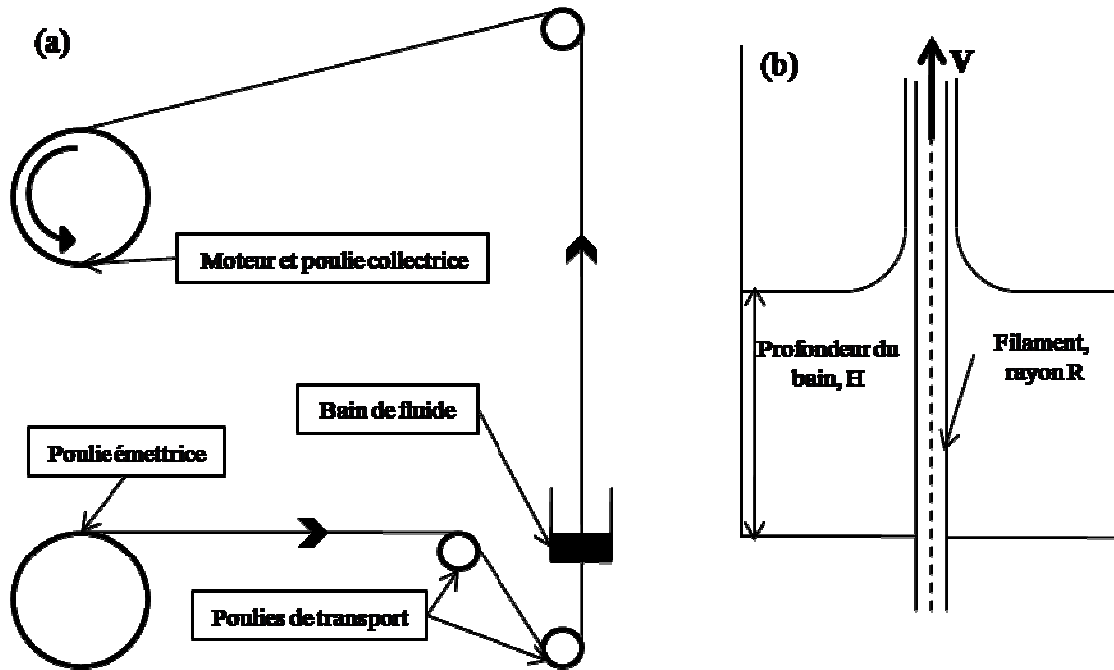


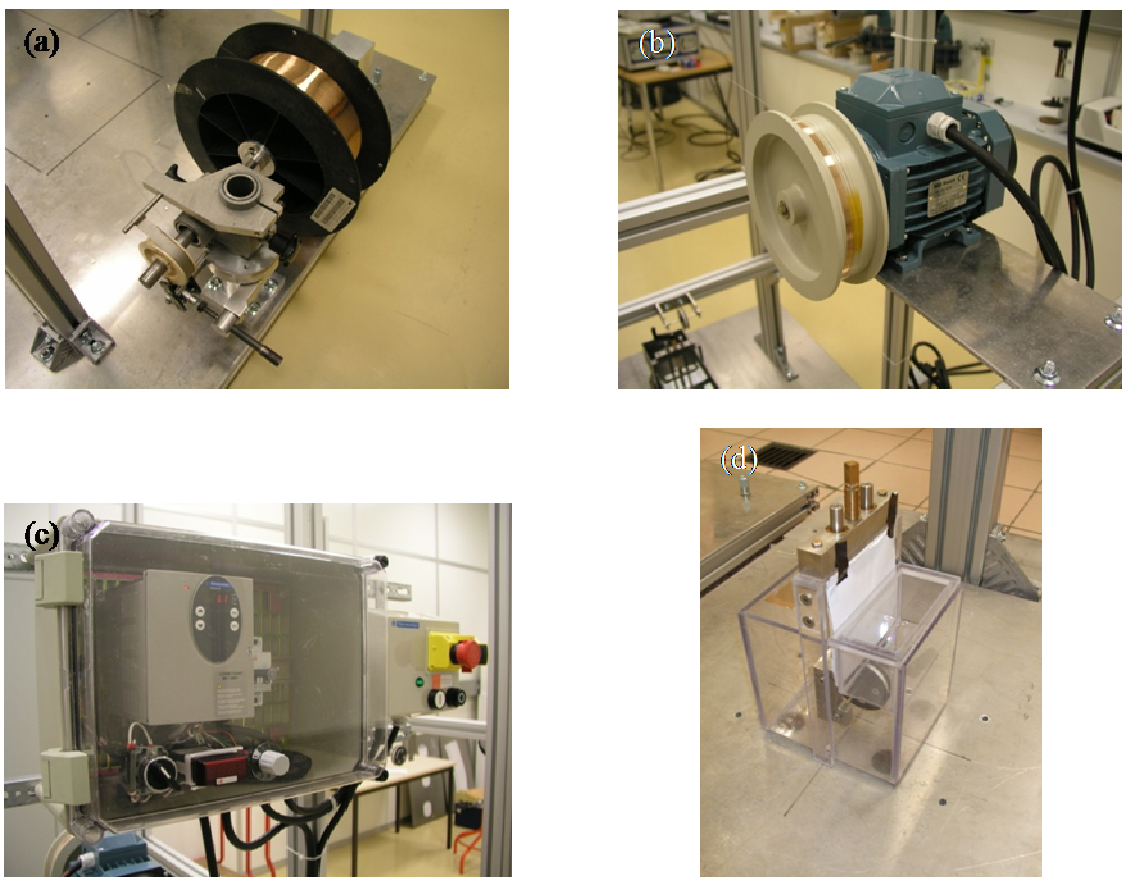
Figure 2-1 – (a) Appareil initial d'enduction à l'eau et (b) schéma de la cuve expérimentale

#### 2.1.1.1 L'APPAREIL

La poulie émettrice de filament (cf figure 2-2(a)) est fixée sur un axe dont elle est solidaire. L'axe est équipé d'un frein à ruban qui permet d'ajuster la tension du filament lors des essais. Cette poulie a donc deux fonctions qui sont l'approvisionnement en filament et l'imposition d'une tension dans celui-ci. La poulie collectrice (cf figure 2-2(b)) est quant à elle fixée sur un moteur dont la vitesse est ajustable grâce à un variateur électronique de vitesse (cf figure 2-2(c)) qui permet une rotation de la poulie jusqu'à 48,0 tours par secondes en agissant sur la fréquence du courant. La vitesse de tirage du filament dépend donc du périmètre de réception de la poulie collectrice. Des poulies de périmètres de 12,5 cm, de 25 cm et de 50 cm sont utilisées pour nos essais. Lors de ces essais, nous avons pu constater que le variateur de vitesse permet une traction continue et stable à partir d'un réglage à 2,0 tr/s. En effet, avant cette valeur, la vitesse affichée en tours par seconde varie de plus ou moins 0,2 tr/s soit des erreurs sur la vitesse affichée de 20% au minimum que l'on fait tomber à 5% au-delà de

2,0 tr/s. Les vitesses pouvant être réglées grâce à ce dispositif sont donc comprises dans la plage de 0,25 m/s à 24,0 m/s.

Pour ce qui est du bain de fluide, nous utilisons une cuve transparente en PMMA percée (cf figure 2-2(d)). La transparence de la cuve est nécessaire afin de pouvoir observer le ménisque dynamique formé par le passage du filament dans le fluide et les épaisseurs emportées. La cuve réalisée permet d'analyser des profondeurs de bain jusqu'à 60 mm. Cette profondeur sera par la suite également appelée hauteur de source,  $H$ . Les dimensions de la cuve sont bien entendu choisies en similitude avec les hauteurs de source possibles dans le système EGV réel. La cuve est placée sur une plaque de support différente de celle qui supporte le moteur de traction afin de s'affranchir des vibrations lors de la mise en rotation de ce dernier. Les essais permettant l'étude physique d'enduction à grande vitesse sont réalisés avec de l'eau pure (cf. tableau 2-1) et un filament de cuivre de 240  $\mu\text{m}$  de diamètre (cf. figure 2-2(a),(b)).



**Figure 2-2 – Éléments du dispositif d'enduction laboratoire : (a) poulie émettrice de filament de cuivre et système de freinage, (b) poulie réceptrice du filament de cuivre, (c) variateur de vitesse et (d) cuve d'enduction.**

Afin d'assurer la reproductibilité de nos résultats, nous avons dû concentrer nos efforts sur la stabilisation du filament lors de son passage dans le bain et à sa sortie. Pour cela, deux types d'actions étaient possibles : soit stabiliser les systèmes de poulies et l'appareil, soit ajouter de la tension dans le filament pour éviter les vibrations et oscillations de type corde tendue.

Propriétés physiques de l'eau pure		
Viscosité (Pa.s)	Tension de surface (N.m <sup>-1</sup> )	Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )
0,001	0,07275	1000,0

Tableau 2-1 – Propriétés physiques de l'eau pure utilisée en enduction

### 2.1.1.2 OPTIMISATIONS POUR NOTRE ÉTUDE

Dans un premier temps, nous avons placé un tapis anti-vibrations de type Gripsol® en caoutchouc Super-Résilient dont les particules de caoutchouc sont liées entre elles par une résine polymère. Il se comporte comme un matelas acoustique anti-vibratoire et a permis d'éviter les transmissions de vibrations par le sol entre la plaque moteur et la plaque cuve expérimentale.

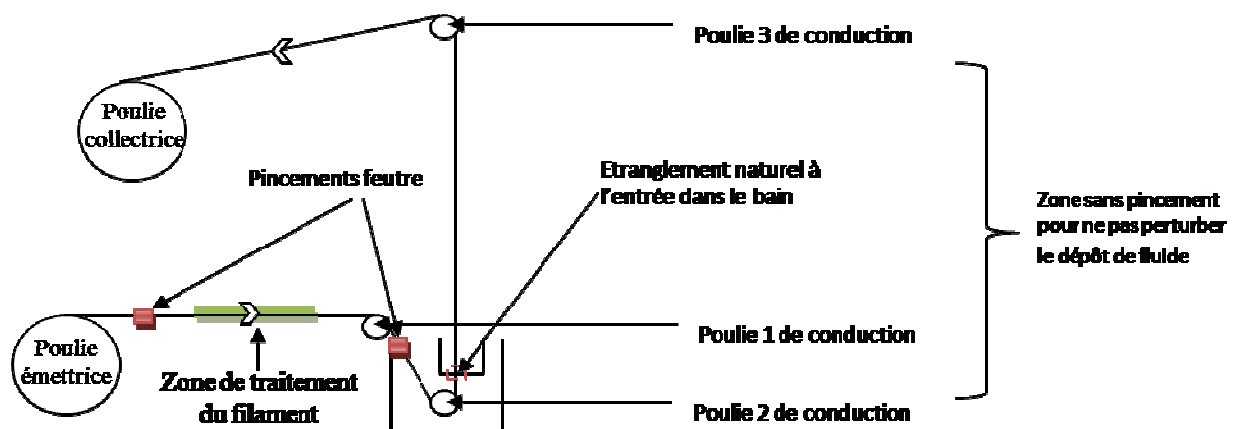


Figure 2-3 – Modifications apportées au dispositif expérimental

Les vibrations du filament, notamment aux faibles vitesses, étant encore perceptibles, nous avons continué l'optimisation de notre système en augmentant la tension du filament. La première action en ce sens fût d'installer des zones de pincement sur le filament dans les parties de défilement libre du filament (cf. figure 2-3). Ainsi pincé, le filament évite les oscillations harmoniques d'amplitudes non-négligeables inhérentes aux cordes tendues.

Le choix des zones de pincement a été réalisé grâce à la mesure des amplitudes de vibration avec un écartomètre. Par les pincements de feutres seuls, nous avons réussi à diviser les amplitudes d'oscillations en moyenne par 3,5. La seconde action fût le changement de la bande de frein ce qui nous a permis de limiter l'inertie de la poulie émettrice de filament (cf.

figure 2-2(a)). La nouvelle bande de frein a un meilleur frottement de l'axe dont la poulie est solidaire et donc une maîtrise de la tension imposée au filament. De plus, une zone de traitement en série du filament a été installée pour les essais d'enduction au plomb-étain afin de retirer les oxydes formés en surface de ce dernier.

Une caméra à grande vitesse d'acquisition d'images est placée pour observer le filament enduit. La caméra est une caméra SVSI Gigaview qui a une capacité de capture d'images de 532 images par seconde (532 frames per second = 532 fps) en champ maximal (1280 x 1024 pixels) jusqu'à 17000 fps pour un champ réduit. Dans le cadre de notre étude, nous avons travaillé avec des fréquences d'acquisitions de 120 fps à 1000 fps sur des durées d'acquisition de l'ordre de la minute soit l'enduction de 30 m de filament pour  $V=0,5$  m/s à faible vitesse à l'enduction de 300 m de filament à  $V=5,0$  m/s. Ce temps court d'acquisition nous permettait de maintenir un niveau constant de fluide dans le bain. La caméra est fixée sur un trépied qui nous permet de nous placer sur différents niveaux et différents angles le long du filament. Le zoom optique utilisé pour observer les phénomènes relatifs à l'enduction est un zoom macro de 104 mm. Les films et images recueillis sont travaillés et analysés avec le logiciel Image J. Ces films et images sont enregistrés en 256 niveaux de gris compte tenu des formats d'enregistrement exportables. Une étude d'optimisation des contrastes a été menée et a montré que l'utilisation d'un colorant ajouté à l'eau pure modifie peu les contrastes fluide/air ou filament/fluide. Aucun ajout n'est donc apporté à l'eau pure. Par contre, la disposition et l'orientation de l'éclairage (rampes de LEDs blanches) joue un rôle important sur ces contrastes et son optimisation permet de faciliter l'analyse des images. La configuration retenue pour l'acquisition des images est celle présentée figure 2-4. C'est sur cette base et ces réglages que les campagnes de mesures ont été réalisées.

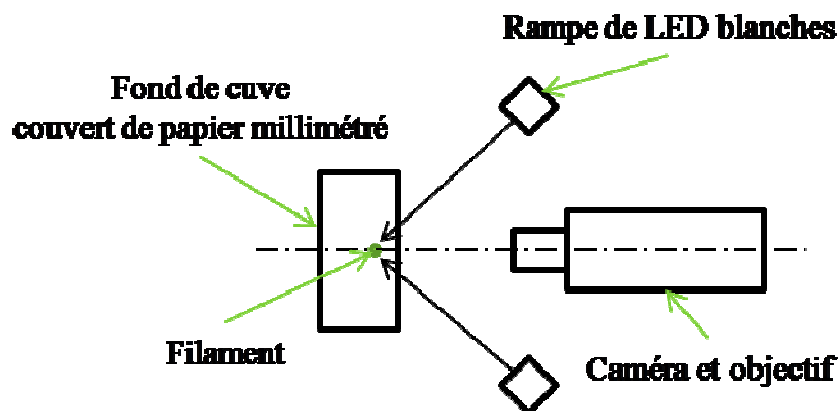


Figure 2-4 – Vue du dessus de la configuration d'acquisitions d'images

### 2.1.1.3 FIABILITÉ DU PROCÉDÉ

Avant de démarrer les campagnes de mesures des épaisseurs de fluide emportées par le filament, l'étude avec l'écartomètre a été complétée par une étude quantitative des vibrations du filament. Pour cela, une analyse a été menée sur l'enduction d'un filament à vide puis d'enduction à l'eau pour différentes vitesses afin d'observer si le filament était fixe ou en mouvement latéral par rapport à une prise de vue fixe. Ces prises de vue fixes ont été réalisées suivant deux axes d'observation perpendiculaire l'un à l'autre. Trois films ont été réalisés dans les deux cas : un film statique dit film étalon, un film avec un défilement du filament à  $0,75 \text{ m.s}^{-1}$  puis le troisième avec un défilement de  $1,50 \text{ m.s}^{-1}$ . Les films sont réalisés à 15 cm au dessus de la cuve expérimentale pour l'essai à vide et au niveau du ménisque dynamique pour les essais avec de l'eau. Pour l'analyse de ces films, la largeur du filament en pixels est mesurée et la position du filament sur ces images est relevée. Nous remarquons que la position du filament sur les images n'évolue pas mais que la largeur du filament sur l'image varie. Le filament n'a donc pas de vibrations à fortes amplitudes mais certaines sont cependant visibles et quantifiables grâce aux images floues (soit celles à taux d'occupation sur l'image plus important). Les résultats obtenus pour les films à vide sont répertoriés dans le tableau 2-2.

<b>Fenêtre d'étude 1280 x 256 pixels</b>	<b>Film étalon</b>	<b>v=0,75 m.s<sup>-1</sup></b>	<b>v=1,5 m.s<sup>-1</sup></b>
<i>Largeur moyenne du filament (px)</i>	13,1	14,1	14,0
<i>Largeur minimum mesurée (px)</i>	13,1	13,1	13,1
<i>Largeur maximum mesurée (px)</i>	13,1	15,4	15,2
<i>Ecartype (px)</i>	/	0,7	0,5

Tableau 2-2 – Mesure des vibrations du filament à vide à 15 cm au dessus du point d'étranglement

Nous remarquons que pour les trois films, la largeur minimale mesurée est la même et correspond donc bien au filament statique. La seconde observation est que la mesure moyenne du filament sur les images des films en mouvement diminue (légèrement) lorsque la vitesse augmente ainsi que l'écart-type sur la série de valeurs mesurées (40 mesures pour un film). Ces observations nous permettent de conclure que les vibrations du filament inhérentes au prototype d'enduction sont moins présentes et d'amplitudes plus faibles avec la vitesse augmentant. De plus, les amplitudes mesurées sont faibles compte tenu (1) de la distance au point d'étranglement du filament de 15 cm et (2) du fait que les mesures d'épaisseur de fluide seront principalement faites à une distance inférieure à 5cm du point d'étranglement.

Afin de vérifier les résultats obtenus à vide, nous nous intéressons ensuite aux vibrations du filament dans le cas d'une enduction à l'eau pour les mêmes vitesses. Comme précédemment, nous n'observons pas de mouvement latéral du filament (position du filament par rapport à la fenêtre d'étude). Le filament de rayon  $R$  n'étant pas isolable sur les clichés obtenus, nous nous intéressons maintenant à la dispersion des mesures des épaisseurs déposées,  $e$ , par la mesure de  $(2e+2R)$ . Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau 2-3.

Nous observons que pour les deux vitesses testées les erreurs sur la mesure des épaisseurs déposées sont dépendantes de l'épaisseur de fluide déposée, pour les petites vitesses d'enduction, les épaisseurs à mesurer étant de l'ordre du pixel. Cependant, l'erreur de mesure maximale (pour une gaine non déstabilisée) est la même avec ou sans eau pour les deux défilements. Le procédé a donc bien été fiabilisé techniquement et les résultats obtenus aux grandes vitesses de tirage seront les plus précises.

Fenêtre d'étude 1280 x 256 px	Film étalon	$v=0,75 \text{ m.s}^{-1}$	$v=1,5 \text{ m.s}^{-1}$
<i>Épaisseur déposée (<math>\mu\text{m}</math>)</i>	0	9,0	110
<i>Écart type de la mesure (<math>2e+2R</math>) (px)</i>	/	0,4	0,6
<i>Écart maximum de la mesure (<math>2e+2R</math>) (px)</i>	/	2	2
<i>Erreur sur <math>e</math></i>	/	56%	6%

Tableau 2-3 – Mesure des dispersions des mesures des épaisseurs d'enduction à 1 cm au dessus du ménisque dynamique pour différentes vitesses

C'est par ces ajustements et cette analyse que notre procédé expérimental est validé pour l'étude de l'enduction à l'eau qui est détaillée dans le chapitre 3. Le procédé expérimental a également été adapté afin de pouvoir analyser l'enduction par un fluide réactif et mouillant avec le filament.

### 2.1.2 ENDUCTION A L'EUTECTIQUE PLOMB-ETAIN

Afin de réaliser notre étude avec un fluide métallique, plusieurs choix étaient possibles. Dans un premier temps, nous avons accès à un filament de cuivre (le même que pour les enductions à l'eau). L'objectif était donc de trouver un fluide à bas point de fusion qui permettrait un mouillage réactif avec le filament. Dans un premier temps, nous avons pensé à l'alliage de Wood qui a son point de fusion à  $74^\circ\text{C}$  et est composé (en pourcentage massique) de 50% de bismuth, de 27% de plomb, de 13% d'étain et 10% de Cadmium. Cependant, le coût de cet alliage et la complexité de sa composition nous a amené à considérer d'autres alliages. Notre attention s'est portée sur les éléments constituant cet alliage, en cherchant

parmi les binaires et ternaires, l'alliage qui répondrait le mieux à nos critères à savoir : un eutectique à bas point de fusion, un coût modéré et une réactivité avec le filament de cuivre permettant la formation d'intermétallique.

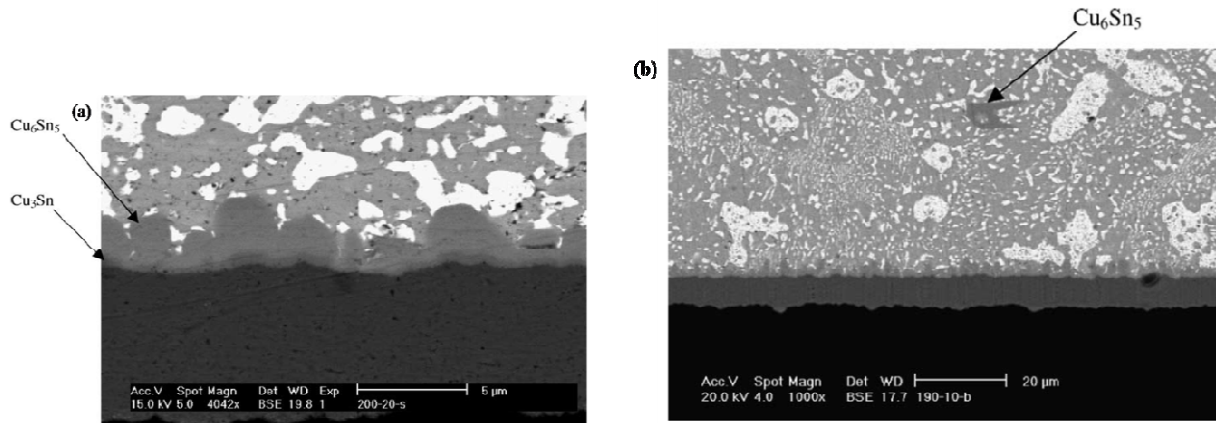
Notre choix s'est rapidement porté sur l'eutectique plomb-étain (mélange à 62% massique en étain) dont la fusion est observée dès 183°C (cf. tableau 2-4). De plus, il s'est avéré que le dépôt d'un alliage plomb-étain liquide sur un support de cuivre entraîne la formation d'un intermétallique [SHA04], [KUM07] ce qui a pour conséquence d'augmenter la mouillabilité du cuivre par l'alliage. Les intermétalliques pouvant se former sont  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  et  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ . L'intermétallique se forme et croît à l'interface entre le cuivre solide et l'alliage liquide par diffusion du cuivre dans la phase liquide qui réagit instantanément avec l'étain. La quantité de cuivre dissoute influence la vitesse à laquelle se forme l'intermétallique, soit un mécanisme similaire que pour le système réactif entre un alliage de titane et du pyrocarbone (couche externe du filament SCS-6). Sharif et al. [SHA04] ont montré que pour un gros volume de plomb-étain, de grandes quantités de cuivre diffusent dans le liquide mais la vitesse de formation de  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  est limitante. Les atomes de cuivre diffusent jusqu'à un point de rencontre aléatoire où ils précipitent avec l'étain en  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  lors du refroidissement de la soudure (cf. figure 2-5). La formation de  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  est quant à elle plutôt observée entre l'intermétallique et le substrat du cuivre pour les petits volumes de soudure et pour des longs temps de contacts à chaud.

<b>Propriétés physiques de l'eutectique Plomb-Etain</b>				
<i>T</i>	<i>Viscosité (Pa.s)</i>	<i>Tension de surface (N.m<sup>-1</sup>)</i>	<i>Masse volumique (kg.m<sup>-3</sup>)</i>	<i>Conductivité thermique (W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)</i>
20°C			8,84.10 <sup>3</sup>	50
200°C	2,4.10 <sup>-3</sup> [PLE05]	0,385< $\gamma$ <0,548 [HOW04]	8,42.10 <sup>3</sup>	50

**Tableau 2-4 – Propriétés physiques de l'eutectique Pb-Sn**

Dans notre cas, la surface de cuivre va être très temporairement en contact avec un très gros volume d'alliage liquide (d'environ 10 ms pour un défilement lent à 1 ms pour un défilement rapide) puis en contact long avec une fine gaine d'alliage au refroidissement. Dans leur étude, Sharif et al. ont montré que la consommation de Cu augmente de façon logarithmique avec le temps. Pour une température maintenue constante à 200°C pendant 20 minutes, l'épaisseur de cuivre consommée serait donc de 4  $\mu\text{m}$ . Le filament de cuivre de 240  $\mu\text{m}$  de diamètre subira donc peu de modification compte tenu du temps de contact à chaud entre l'alliage et le filament.





**Figure 2-5 – Mouillage réactif (a) d’une petite masse de PbSn et (b) d’une grande masse de PbSn [SHA04]**

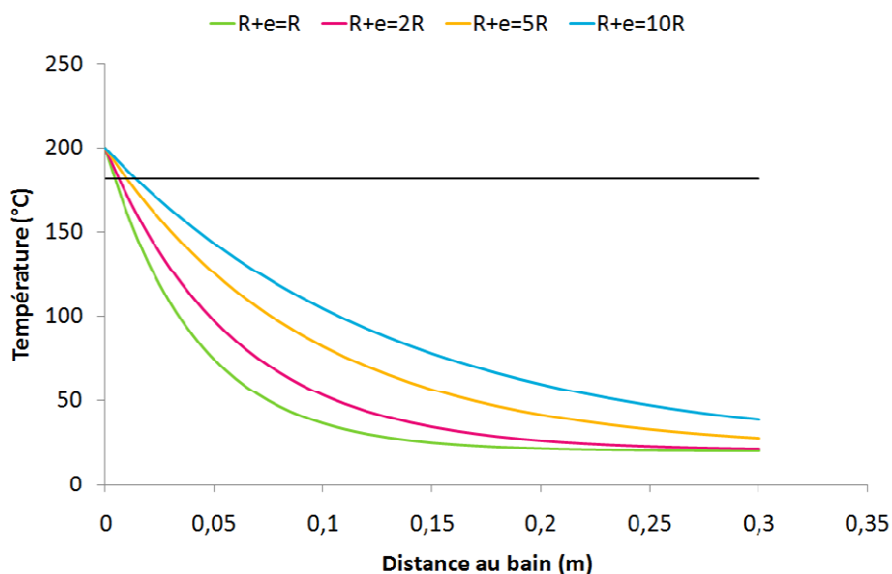
Après nous être assurés que le fluide sélectionné permettrait bien une observation similaire à celle de l’EGV réel (sans pour autant détériorer le filament), nous avons voulu estimer la longueur de refroidissement nécessaire à la solidification de l’alliage sur le filament. L’analyse thermique ainsi réalisée nous permet de calculer la distance minimale pour laquelle la troisième poulie doit être placée. Afin d’estimer cette distance, nous émettons les hypothèses suivantes :

- La température de l’ensemble filament couvert de fluide en sortie de bain est de 200°C soit la température choisie pour le maintien à l’état liquide du bain.
- Le filament couvert de fluide a une conductivité thermique uniforme prise égale à celle de l’eutectique plomb-étain.

Le système peut alors être considéré comme étant une ailette cylindrique semi-infinie dont nous trouvons le profil de température suivant :

$$T(x) = T_{amb} + (T_{bain} - T_{amb}) \exp\left(-\sqrt{\frac{2h}{\lambda(R + e)}} x\right) \quad (2.1)$$

$h$  est le coefficient d’échange du cylindre vers l’air, pris faible en considérant que l’air environnant la fibre présente un faible gradient de vitesse au voisinage proche de la fibre,  $h=1 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ,  $\lambda$  est la conductivité thermique de l’alliage (cf. tableau 2-4),  $R$  est le rayon du filament et  $e$  l’épaisseur de fluide déposée. Le tracé de l’évolution spatiale de la température en fonction de la distance au bain (cf figure 2-6) nous montre qu’au delà d’une dizaine de centimètres, la gaine de fluide devrait atteindre une température inférieure à 180°C. Pour être certains d’avoir une gaine figée sur le filament à l’atteinte de la troisième poulie (phénomène de surfusion), nous conservons sa position à 1m50 du bain.



**Figure 2-6 – Evolution de la température du filament gainé en fonction de la distance depuis la surface du bain pour différents cylindres équivalents**

Afin de réaliser ces expériences, nous avons dû apporter quelques modifications sur l'appareillage. L'alliage liquide sera placé dans un béccher inox percé, entouré d'un ruban chauffant régulé et isolé grâce à de la laine de roche. Le cuivre a un coefficient de dilatation de 1,7 mm/m pour un échauffement de 100°C ce qui nous permet d'évaluer une augmentation maximale du diamètre de la fibre à l'entrée du bain si un échauffement de 200°C intervenait de 0.85  $\mu\text{m}$ . Cette augmentation étant très faible, elle ne posera pas de problèmes au niveau de l'ouverture prévue pour le passage de la fibre pour l'entrée dans le bain (cf figure 2-7). Le système d'entrée du filament dans le bain est en inox et est protégé (ainsi que la cuve) d'une couche de nitrure de bore pulvérisée sur l'inox puis chauffée afin de réaliser une couche homogène protectrice sur notre système. Nous constatons sur la figure 2-7 que le système d'introduction du filament dépasse de 1 mm dans le bain. Cette hauteur de dépassement est prise en compte dans le calcul de la hauteur de source de fluide dans le bain pour nos exploitations ultérieures.

Lors des essais d'enduction au plomb-étain, le décapage « en série du filament » est assuré par un traitement à l'acide chlorhydrique et à l'éthanol pour nettoyer et sécher le filament lors de son passage dans la zone représentée en vert sur la figure 2-3. Il sera réalisé par les trois pincements de tampon feutre : un imbibé d'acide, le suivant imbibé d'éthanol et le suivant servant de tampon de séchage, séchage qui sera complété par le passage du filament dans la zone de pincement après la première poulie de guidage. Ainsi nous devrions éviter la pénétration des fluides de traitement dans le bain et donc leur vaporisation qui créeraient des

perturbations du ménisque dynamique et de l'épaisseur déposée. Concernant la vidange du bain, nous veillerons à réaliser nos essais sur des temps courts de manipulation pour l'éviter. L'analyse des épaisseurs emportées est ici réalisée par la mesure à posteriori du diamètre final du filament grâce à un palmer précis à 0,1  $\mu\text{m}$  près et l'uniformité de la gaine est observée au microscope optique. Nous verrons cependant dans le chapitre 4 que les précautions de nettoyage du filament ne sont pas suffisantes pour éliminer la couche d'oxyde en surface du filament et que les essais d'enduction utilisant un filament de cuivre conduisent à la formation d'une gaine non-réactive et non-adhésive autour du filament. De ce fait, un filament de cuivre couvert d'argent de 254  $\mu\text{m}$  de diamètre (dépôt électrolytique d'argent de 1,35  $\mu\text{m}$  sur filament de cuivre) a été utilisé pour l'étude des enductions réactivement mouillantes sur le dispositif du laboratoire.

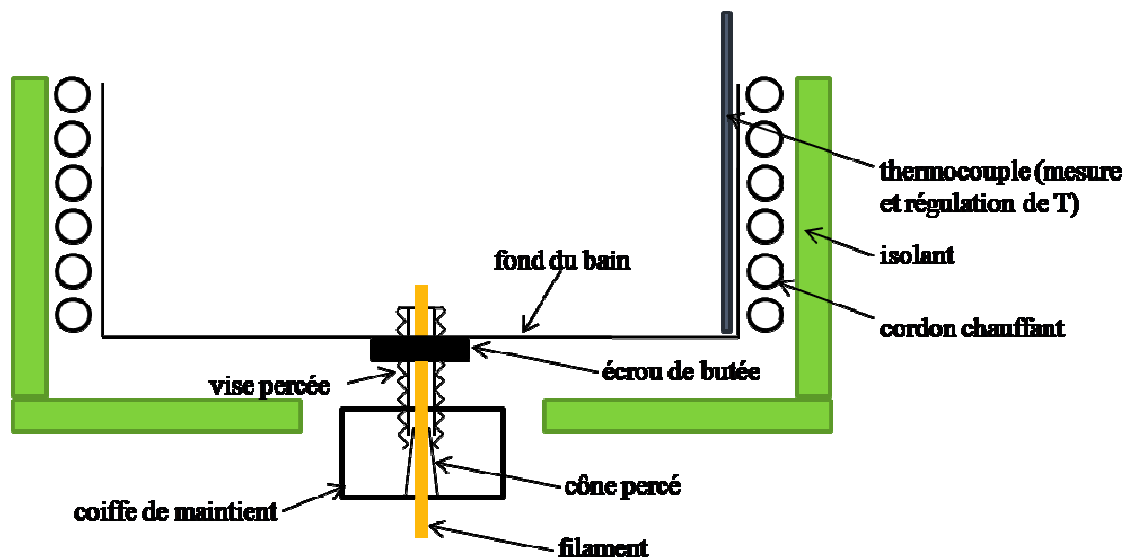


Figure 2-7 – Dispositif de guidage et d'introduction du filament dans le bain de plomb-étain

### 2.1.3 ENDUCTION SOUS ANGLE

La troisième évolution de l'appareil d'enduction concerne le besoin de caractériser l'influence d'un angle en enduction. En effet, dans le système EGV, la charge de titane est mise en lévitation par un chauffage inductif dans le creuset froid. Le titane liquide a donc une forme sphérique. De plus, les difficultés de mouillage exposées dans le premier chapitre (1.3.4. Le Mouillage) ne permettent pas un centrage du filament dans la charge de titane. L'enduction réalisée en EGV présente donc toujours un angle d'enduction différent de  $90^\circ$  (cf figure 2-8).

Nous avons donc dû faire évoluer l'appareil du laboratoire afin d'étudier l'influence de l'angle d'enduction. Ne pouvant nous affranchir de la force gravitationnelle, nous avons choisi de travailler avec un passage du filament perpendiculaire à la cuve expérimentale qui

elle-même est inclinée suivant l'angle variable de 45° à 90°. La figure 2-9 représente le dispositif qui a été adopté dans les deux configurations d'enduction : l'enduction à l'eau et l'enduction au plomb-étain.

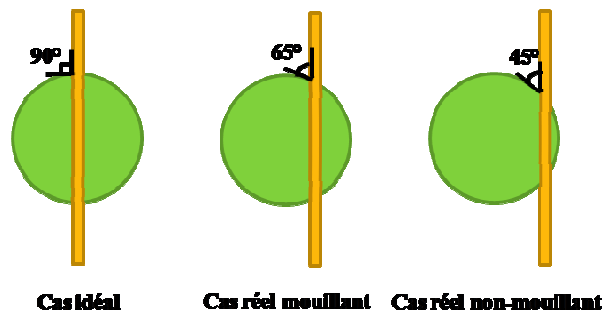


Figure 2-8 – Enduction sous angle

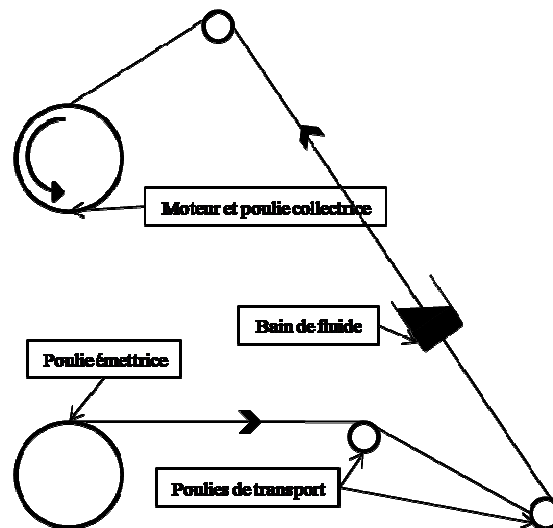


Figure 2-9 – Evolution du prototype d'enduction pour réaliser une enduction sous angle

L'appareil d'enduction laboratoire nous a permis d'effectuer quatre campagnes de mesures : l'enduction à l'eau, l'enduction au plomb-étain, l'enduction à l'eau sous angle et l'enduction au plomb-étain sous angle. Les campagnes de mesures à l'eau sont exploitées par l'analyse des images capturées lors des séances de manipulation. Cependant, la précision de ces mesures, bien que les essais soient reproductibles, implique également une approche numérique. Une double approche expérimentale et numérique est donc réalisée afin de pouvoir identifier l'ensemble des phénomènes occurrents en EGV. L'approche expérimentale servant de validation à l'outil numérique pour les essais à l'eau. Pour ce qui est de l'enduction au plomb-étain, l'approche numérique permet de déterminer si les épaisseurs mesurées suite à l'expérience sont dues uniquement à un emport de fluide ou si des effets chimique et thermique entrent en jeu dans le cas d'un contact à chaud réactif entre le filament et l'alliage de plomb-étain.

## 2.2 SIMULATION NUMÉRIQUE

L'étude numérique réalisée dans le cadre de cette thèse nous permet de tester les différents paramètres du procédé afin de mieux comprendre les phénomènes entrant en jeu en enduction à grande vitesse et est un complément (et un approfondissement) de l'étude expérimentale. L'étude numérique, une fois validée par des essais expérimentaux, nous permet une étude plus aisée et plus détaillée que l'expérience. Elle nous permet en effet d'avoir accès aux champs de vitesse et de pression présents en enduction et de mieux comprendre les phénomènes de formation de gouttes en pied de ménisque ou le long du filament.

Afin de réaliser cette étude, nous utilisons le code Thétis qui est un code de recherche pour la modélisation et la simulation numérique de problèmes de mécanique des fluides, développé au sein du Département TREFLE de l'I2M (<http://thetis.enscbp.fr>). L'approche numérique du système est réalisée grâce à l'ensemble d'outils de discrétisation et de solveurs traitant de nombreux problèmes de la mécanique des milieux continus implémentés dans Thétis. L'utilisation du code numérique ayant déjà été testée et fiabilisée dans les travaux de Lacanette et al. [LAC05] sur l'enduction de tôles par du zinc, la transposition à notre cas sous les hypothèses d'enduction axisymétrique du filament et de mouillage total fluide/filament a été facilitée. Les principaux éléments constituant le code de calcul ainsi que les modèles utilisés pour la réalisation des travaux de thèse sont détaillés dans cette partie. L'utilisation d'un code de calcul nécessite de définir les modèles physiques que l'on souhaite résoudre, les méthodes de discrétisation des équations issues des modèles et les méthodes numériques à mettre en place afin de résoudre numériquement et le plus précisément possible le problème physique. Le cas qui nous intéresse ici est la simulation numérique d'un écoulement diphasique isotherme et incompressible. Les modèles et méthodes sont détaillés en conséquence.

### 2.2.1 MODÈLES PHYSIQUES

Afin d'expliquer le modèle d'écoulement diphasique isotherme incompressible, nous allons dans un premier temps détailler le modèle de base pour un écoulement monophasique dans les mêmes conditions. Il est à noter que le travail détaillé concernera toujours des écoulements incompressibles et isothermes, ces qualificatifs ne seront donc plus exprimés dans la suite des explications mais seront implicites.

### 2.2.1.1 MILIEU CONTINU MONOPHASIQUE

Les équations régissant le mouvement d'un fluide newtonien sont les équations de Navier-Stokes (2.2) auxquelles une condition d'incompressibilité (2.3) est ajoutée.

$$\rho \left( \frac{\partial \mathbf{V}}{\partial t} + (\mathbf{V} \cdot \nabla) \mathbf{V} \right) = \rho \mathbf{F} - \nabla p + \nabla \cdot (\eta (\nabla \mathbf{V} + \nabla^T \mathbf{V})) + S \quad (2.2)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{V} = 0 \quad (2.3)$$

où  $\mathbf{V}$  est le vecteur vitesse,  $p$  la pression,  $\mathbf{F}$  une force volumique (le plus souvent  $\mathbf{F}=\mathbf{g}$  la force gravitationnelle),  $t$  le temps,  $\rho$  la masse volumique,  $\eta$  la viscosité dynamique et  $S$  un terme source.

### 2.2.1.2 MILIEU DIPHASIQUE : MODÈLE 1-FLUIDE

Pour le modèle physique diphasique, le modèle 1-fluide [KAT86], [SCA99], [DEL74] a été intégré dans Thétis. Ce modèle considère un fluide unique pour représenter le liquide (fluide d'induction) et le gaz (air) à propriétés variables mais définies localement dans le domaine. Cette solution est possible grâce à la création d'une fonction de phase notée  $\chi(x,y,z,t)$ , fonction dépendante du temps et de l'espace. Considérons deux fluides : le fluide 0 et le fluide 1. Cette fonction a pour valeur 1 dans le fluide 1 et 0 dans le fluide 0. L'interface entre les fluides étant définie par l'isosurface  $\chi=0,5$ , la fonction de phase est construite sur l'ensemble du domaine grâce à la condition de saut entre les deux fluides au niveau de l'interface. L'utilisation du modèle 1-fluide est proche de la résolution monophasique grâce à la résolution de l'équation de Navier-Stokes avec une viscosité locale,  $\eta^L$ , une masse volumique locale  $\rho^L$  et d'une force interfaciale  $\mathbf{F}_{TS}$ . Si l'on choisi de linéariser l'interpolation de la viscosité locale et de la masse volumique locale, les équations (2.4) (2.5) (2.6) sont obtenues. Les évolutions en espace et en temps du milieu diphasique sont modélisées par une équation de transport (2.7) sans diffusion (également appelée équation d'advection) permettant la description de l'interface. La force interfaciale (2.8) d'après le modèle CSF de Brackbill et al. [BRA92] est définie comme étant proportionnelle à un coefficient de tension de surface,  $\gamma$ , à la courbure,  $\kappa$ , et à la normale,  $\mathbf{n}_i$ , locales à l'interface et à la distribution de Dirac liée aux propriétés interfaciales,  $\delta_i$ . Le modèle 1-fluide utilise donc un set d'équation restreint (2.3) (2.4) (2.5) (2.6) (2.7) (2.8) pour la résolution d'un problème diphasique.

$$\rho^L \left( \frac{\partial \mathbf{V}}{\partial t} + (\mathbf{V} \cdot \nabla) \mathbf{V} \right) = \rho^L \mathbf{F} - \nabla p + \nabla \cdot (\eta^L (\nabla \mathbf{V} + \nabla^T \mathbf{V})) + \mathbf{F}_{TS} + S \quad (2.4)$$

$$\rho^L = \rho_0(1 - \chi) + \rho_1\chi \quad (2.5)$$

$$\eta^L = \eta_0(1 - \chi) + \eta_1\chi \quad (2.6)$$

$$\frac{\partial \chi}{\partial t} + \mathbf{V} \cdot \nabla \chi = 0 \quad (2.7)$$

$$\mathbf{F}_{TS} = \gamma \kappa \mathbf{n}_i \delta_i \quad (2.8)$$

Cependant ce système d'équations n'est pas fermé. Trois inconnues, dépendant de la position instantanée et locale de l'interface, restent à déterminer :  $\eta^L$ ,  $\rho^L$  et  $\mathbf{F}_{TS}$  (soit  $\kappa$ ,  $\mathbf{n}_i$ ,  $\delta_i$ ). La fermeture de ce système d'équation et donc sa résolution passe donc par la définition de lois d'évolution des fonctions  $\eta^L$  et  $\rho^L$  présentes dans l'équation de quantité de mouvement ainsi que de la courbure et la normale locales de l'interface. En effet, ces fonctions sont dépendantes du déplacement de l'interface, il est donc possible grâce à la fonction de phase de calculer les caractéristiques phasiques et de fermer le système. La construction de la modélisation des caractéristiques est abordée dans le paragraphe suivant.

## 2.2.2 LES MÉTHODES NUMÉRIQUES

Ces équations associées aux conditions initiales et limites appropriées constituent le problème continu qu'il faut résoudre pour modéliser la dynamique de l'écoulement. Afin de résoudre ce problème numériquement, ces équations doivent être discrétisées.

### 2.2.2.1 DISCRÉTISATIONS

Pour un problème de mécanique des fluides, il est nécessaire de discrétiser le système d'équations en espace et en temps. Les sections suivantes décrivent les méthodes utilisées dans Thétis de façon non-exhaustive.

- **Discrétisation temporelle**

Le système d'équations est discrétisé implicitement en temps par un schéma d'Euler et/ou un schéma Gear. La discrétisation est réalisée comme décrit à l'équation (2.9) pour une variable  $\phi$  et les coefficients  $g_1$ ,  $g_2$  et  $g_3$  sont définis dans le tableau 2-5.

$$\left(\frac{\partial \phi}{\partial t}\right)^{n+1} = \frac{g_1 \phi^{n+1} + g_2 \phi^n + g_3 \phi^{n-1}}{\Delta t} \quad (2.9)$$

Le schéma d'Euler dépend uniquement du temps précédent pour estimer la dérivée temporelle alors que l'utilisation d'un schéma Gear demande de stocker la situation aux temps précédents  $t_n$  et  $t_{n-1}$  ce qui peut s'avérer coûteux en stockage d'information. De ce fait, le schéma Gear

d'ordre 2 est principalement utilisé dans le cas d'un écoulement instationnaire et le schéma d'Euler d'ordre 1 pour un écoulement stationnaire. Une particularité est cependant à noter pour l'implicitation du terme de non-linéarité advective de l'équation de Navier-Stokes qui est linéarisé comme présenté en équation 2.10.

Schéma	$g_1$	$g_2$	$g_3$
<i>Euler</i>	1	-1	0
<i>Gear</i>	$\frac{2}{3}$	-2	$\frac{1}{2}$

Tableau2-5- Coefficients de discrétisation temporelle des schémas Euler et Gear

$$(\mathbf{V}^{n+1} \cdot \nabla) \mathbf{V}^{n+1} \approx (\mathbf{V}^n \cdot \nabla) \mathbf{V}^{n+1} = \nabla \cdot (\mathbf{V}^{n+1} \otimes \mathbf{V}^n) - \mathbf{V}^{n+1} (\nabla \cdot \mathbf{V}^n) \quad (2.10)$$

Le système discrétisé en temps est donc :

$$\rho \left( \frac{\mathbf{V}^{n+1} - \mathbf{V}^n}{\Delta t} + (\mathbf{V}^n \cdot \nabla) \mathbf{V}^{n+1} \right) = \rho \mathbf{F} - \nabla p^{n+1} + \nabla \cdot (\eta (\nabla \mathbf{V}^{n+1} + \nabla^T \mathbf{V}^{n+1})) + F_{TS} + S \quad (2.11)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{V}^{n+1} = 0 \quad (2.12)$$

Le couple inconnu que nous cherchons à déterminer est  $(\mathbf{V}^{n+1}, p^{n+1})$ . Il est dépend du même couple à l'instant précédent et des propriétés du fluide.

- **Discretisation en espace**

La discrétisation spatiale du système d'équations est réalisé selon la méthode des volumes finis [PAT80] pour un maillage structuré orthogonal fixe. C'est d'ailleurs par ces spécifications que le modèle 1-fluide a été préféré pour la modélisation des écoulements diphasiques dans Thétis. La méthode des volumes finis consiste à intégrer les équations sur un volume de contrôle centré en chacune des mailles nécessitant la définition des variables à l'interface des différents volumes de contrôle. Afin de limiter les interpolations pour connaître ces variables, un maillage décalé en vitesse-pression est utilisé. Ce type de maillage est qualifié de type MAC (« Marker And Cells »). Trois grilles sont définies sur ce type de maillage : une grille de vitesses, une grille de pression et une grille de viscosité (cf. figure 2-10). Ce type de maillage permet un calcul plus aisé de la divergence du champ de vitesse sur les nœuds de pression au centre du volume de contrôle grâce au décalage des grilles.

Sur ce maillage est résolu le système d'équations mais l'exactitude des résultats dépend de la méthode de discrétisation utilisée pour la résolution. Plusieurs schémas sont disponibles dans les bibliothèques de Thétis :



- le *schéma Centré*, d'ordre 2 qui prend en compte un nœud en amont et un en aval du point de calcul pour résoudre le système.
- le *schéma Upwind*, d'ordre 1 qui prend en compte un nœud amont du point de calcul pour résoudre le système.
- le *schéma Hybride* qui sélectionne un des deux schémas précédents suivant le nombre de Péclet de maille,  $Pe = (\Delta x^2/\nu)/(\Delta x/V)$  exprimant le rapport entre les forces convectives et diffusives. Si  $Pe \leq 2$ , le schéma est un schéma centré et si  $Pe > 2$  le schéma est un schéma upwind.
- le *schéma Quick* qui permet une approximation de la variable aux limites du volume de contrôle à l'aide d'une interpolation quadratique en prenant en compte deux nœuds situés en amont et d'un nœud situé en aval.

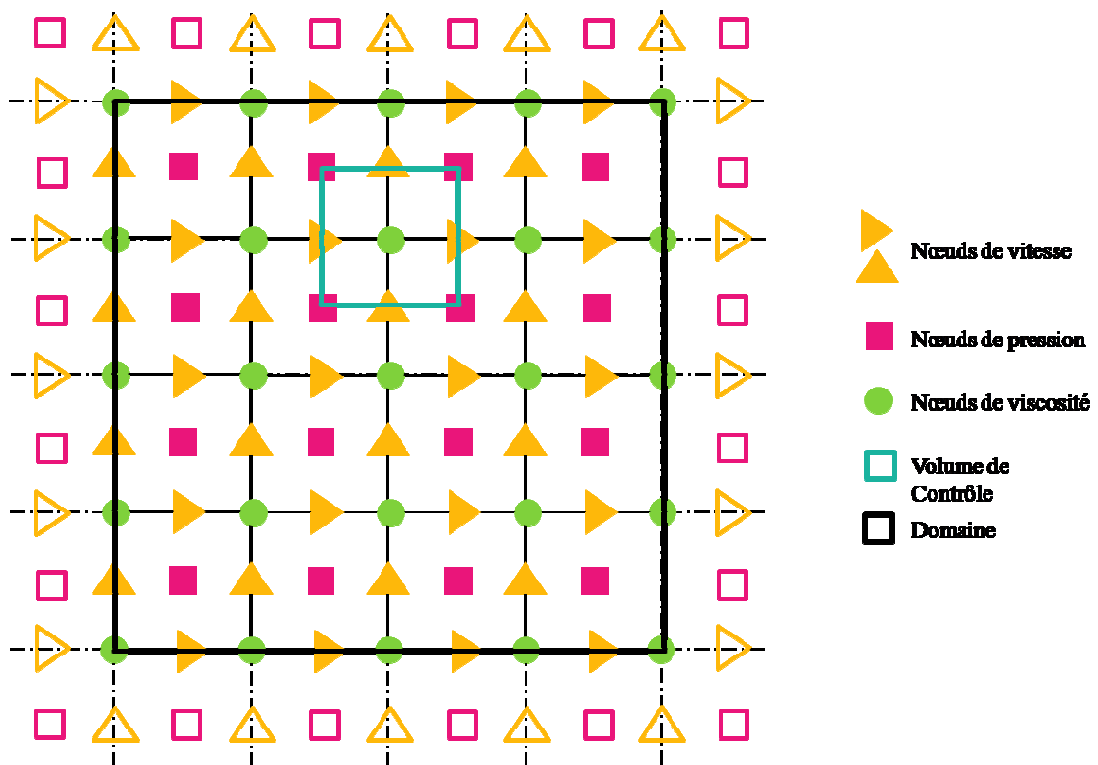


Figure 2-10 – Le maillage décalé en deux dimensions

L'utilisation d'un schéma plutôt d'un autre dépend de la précision, de la stabilité et de la diffusion numérique des schémas et du problème continu à résoudre. Pour nos calculs d'enduction, les schémas « Centré » et « Hybride » ont été utilisés.

#### 2.2.2.2 RESOLUTION DE L'EQUATION DE NAVIER-STOKES

Le couplage entre vitesse et pression est réalisé avec l'utilisation des algorithmes d'optimisation sous contrainte appelés « méthode du Lagrangien Augmenté » (cf figure 2-11)

(2.11) (2.12) [FOR82] [VIN11]. Cette méthode consiste à minimiser et à intégrer la contrainte d'incompressibilité dans l'équation de conservation de quantité de mouvement en considérant la pression comme un multiplicateur de Lagrange.

$$\rho \left( \frac{\mathbf{V}^{n+1} - \mathbf{V}^n}{\Delta t} + (\mathbf{V}^n \cdot \nabla) \mathbf{V}^{n+1} \right) - r \nabla(\nabla \cdot \mathbf{V}^{n+1}) \quad (2.11)$$

$$= \rho \mathbf{F} - \nabla p^n + \nabla \cdot (\eta (\nabla \mathbf{V}^{n+1} + \nabla^T \mathbf{V}^{n+1})) + \mathbf{F}_{TS} + S$$

$$p^{n+1} = p^n - r \nabla \cdot \mathbf{V}^{n+1} \quad (2.12)$$

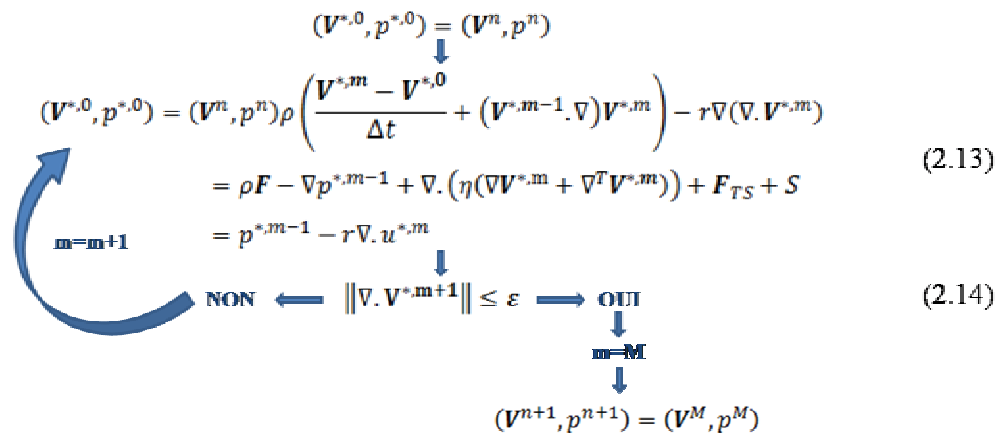


Figure 2-11 – Méthode itérative du Lagrangien augmenté

Les équations (2.11) et (2.12) font intervenir un nouveau paramètre  $r$  qui est le paramètre de Lagrangien augmenté. Il est utilisé pour imposer une contrainte d'incompressibilité et est le plus souvent constant dans les itérations successives de la méthode. Cette méthode itérative fait intervenir une étape de prédiction des variables  $\mathbf{V}^{*,m}$ ,  $p^{*,m}$  (2.13) où  $m$  est le nombre d'itérations Lagrangienne déjà réalisée, avec  $(\mathbf{V}^{*,0}, p^{*,0}) = (\mathbf{V}^n, p^n)$ , soumises à une contrainte (2.14) qui correspond à un seuil numérique de résolution que l'on cherche à atteindre. Dès que le couple calculé remplit la contrainte, il est conservé et associé au couple recherché  $(\mathbf{V}^{n+1}, p^{n+1})$ . Cette méthode est exacte et dans la plupart des cas 2 itérations du lagrangien sont suffisante pour avoir un résidu et une divergence correcte. La solution numérique sera d'autant plus précise et la convergence plus rapidement atteinte que  $r$  est grand, mais la stabilité numérique ne va pas toujours de paire avec la solution physique réelle. L'expérience acquise sur cette méthode montre que l'imposition d'un paramètre  $r$  de l'ordre de la masse volumique du fluide le plus dense est un très bon compromis.

### 2.2.2.3 RESOLUTION POUR UN ECOULEMENT DIPHASIQUE

Comme nous l'avons expliqué précédemment, le caractère diphasique d'un écoulement est géré par l'utilisation d'un modèle 1-fluide dans Thétis. Afin de résoudre ce modèle numériquement, il est nécessaire de maîtriser la discontinuité des propriétés physiques imposées par le modèle, de choisir une méthode pour l'advection de l'interface et une pour la résolution de la tension superficielle.

- **Discontinuité des caractéristiques physiques**

Afin de gérer la présence d'un fluide unique dans le domaine de calcul à propriétés locales variables, une approche continue de résolution est implantée dans Thétis.

L'approche continue considère que la maille discrète contenant l'interface est un Volume Élémentaire Représentatif (VER) dans lequel est réalisé un bilan des équations de conservation du milieu continu. Des fractions volumiques locales du fluide 1 par rapport au fluide 0 sont alors définies dans le VER et ces fractions volumiques locales sont décrites par  $\chi$  la fonction de phase. Les caractéristiques physiques sont alors calculées à partir de  $\chi$  par une moyenne arithmétique (2.5), (2.6) ou par une moyenne harmonique (2.15), (2.16).

$$\rho^L = \frac{\rho_0 \rho_1}{\chi \rho_0 + (1 - \chi) \rho_1} \quad (2.15)$$

$$\eta^L = \frac{\eta_0 \eta_1}{\chi \eta_0 + (1 - \chi) \eta_1} \quad (2.16)$$

L'utilisation de l'une ou de l'autre moyenne est au choix de l'utilisateur du code de calcul et lié au choix du maillage et du cas physique à modéliser.

- **Résolution de l'équation de transport (2.7)**

Deux grandes familles de méthodes pour le suivi d'interface existent : les méthodes Lagrangiennes qui sont résolues sur un maillage mobile et les méthodes Eulériennes qui sont résolues sur un maillage fixe. Nous ne détaillerons ici que les méthodes adaptées (soit les méthodes Eulériennes) et utilisées lors des travaux de la thèse : la méthode VOF-TVD [LEV90], [HIR90], [VIN99], et la méthode VOF-PLIC [VIN99b], [VIN00], qui utilisent la fonction de phase  $\chi$  pour localiser la présence du fluide en tout point du domaine. Dans ces deux méthodes, le transport de la fonction de phase est réalisé par la résolution de l'équation de transport (2.7).

### ○ *La méthode VOF-TVD*

Cette méthode repose sur une résolution mathématique pour le calcul de la position de l'interface selon une méthode Lax-Wendroff. Les schémas VOF-TVD sont du second ordre sauf près des discontinuités où l'on force un premier ordre. Pour plus de détails concernant ce schéma lire [VIN99].

### ○ *La méthode VOF-PLIC*

Cette méthode repose sur une résolution géométrique pour le calcul de la position de l'interface. Cette méthode utilise une définition continue des caractéristiques physiques dans le domaine de calcul. Trois étapes se succèdent dans cette méthode :

- la reconstruction de la représentation de l'interface à partir de la fraction volumique contenue dans  $\chi$ . Cette étape permet une reconstruction affine de l'interface par morceaux et la détermination de sa position exacte.
- le transport de l'interface par une méthode Lagrangienne.
- le calcul d'un nouveau champ de fraction volumique après transport.

### ○ *Comparaison des méthodes*

La méthode VOF-PLIC est moins diffusive grâce à son étape de reconstruction de l'interface [PIA10]. Cependant, les calculs effectués peuvent faire apparaître des tensions superficielles parasites qui viennent détruire l'interface, surtout pour des fluides peu visqueux (ce qui est le cas de l'ensemble des fluides utilisés en EGV). Ce phénomène peut cependant être limité grâce à l'ajout d'une étape de calcul permettant une diffusion légère de l'interface qui est ensuite régularisée. Les schémas VOF-TVD quant à eux permettent d'éviter les problèmes d'oscillation de l'interface [VIN99] et sont plus stables du point de vue de la surface libre. Lors de la prise en main du sujet de thèse et de l'étude de la faisabilité des calculs d'induction de filament, il nous est rapidement apparu que les schémas VOF-TVD se montraient plus robustes que les schémas VOF-PLIC notamment à cause des mouvements et déformations intervenant sur l'établissement du ménisque dynamique. L'évolution de cette surface libre étant moins contrainte numériquement par ce schéma.

- **Résolution des tensions superficielles**

Le dernier point à traiter est celui de la résolution de la tension superficielle. Il est possible de représenter la tension superficielle comme étant une contrainte de pression dans la direction normale à chaque élément de la surface interfaciale entre les deux fluides. Cette pression sera

d'autant plus importante que la concavité de l'interface sera forte. Cependant, la courbure de l'interface n'est pas un élément connu lors de la résolution des équations, d'autres variables doivent donc être définies pour pouvoir résoudre la tension de surface. Le modèle CSF proposé par Brackbill [BRA92] propose une solution à ce problème en considérant un élément de volume élémentaire dans lequel une force de tension de surface volumique est calculée. Cette force est la somme des forces de tension tangentielles à l'interface sur le contour défini dans le volume élémentaire. Il est ainsi montré que la courbure est l'opposé de la divergence à la normale à l'interface (2.17), que la normale unitaire à l'interface est le gradient de taux de présence local (2.18) et que  $\nabla\chi$  est défini par (2.19). L'expression (2.20) est ainsi trouvée et est intégrée aux équations de Navier-Stokes (2.13) pour la résolution de la tension de surface.

$$\mathbf{F}_{TS} = \gamma(\nabla \cdot \mathbf{n}_i^u) \mathbf{n}_i \quad (2.17)$$

$$\mathbf{n}_i^u = \frac{\nabla\chi}{\|\nabla\chi\|} \quad (2.18)$$

$$\nabla\chi = \mathbf{n}_i \delta_i \quad (2.19)$$

$$\mathbf{F}_{TS} = -\gamma \nabla\chi \nabla \cdot \left( \frac{\nabla\chi}{\|\nabla\chi\|} \right) \quad (2.20)$$

L'ensemble des méthodes décrites sont celles implémentées dans le code de calcul Thétis. Ces méthodes ont été validées par comparaison avec des cas d'école de mécanique des fluides pour lesquels la solution exacte des équations de Navier-Stokes est connue [GLO10] [GLO10b].

Les deux premières parties de ce chapitre étaient consacrées aux outils utilisés pour la compréhension et la caractérisation des écoulements et phénomènes dynamiques présents en induction à grande vitesse. Les prochaines sont quant à elles dédiées aux outils utilisés pour les caractérisations des interactions métal/métal ou métal/céramique que nous avons effectuées par des tests de mouillage ainsi qu'aux outils de caractérisations physico-chimiques des matériaux.

## 2.3 LES FOURS DE MOUILLAGE

### 2.3.1 LE FOUR DE MOUILLAGE BASSE TEMPERATURE

Afin d'étudier le mouillage réactif de l'eutectique PbSn sur des substrats cuivrés et argentés (filaments utilisés en induction), nous utilisons la technique de la goutte posée. Cette méthode

consiste à placer l'alliage sur le substrat voulu dans une enceinte à atmosphère contrôlée et à porter l'ensemble alliage+substrat à une température supérieure à la température de fusion.

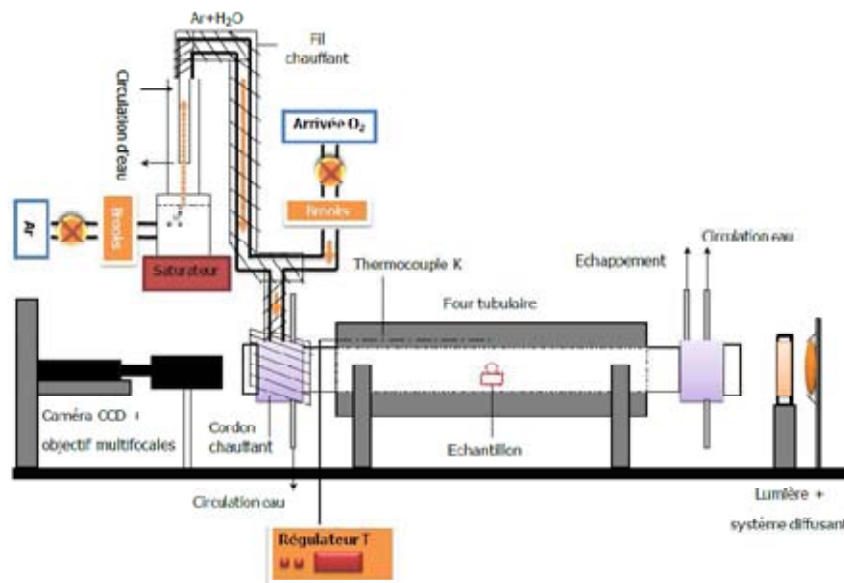


Figure 2-12 - Four "Basse Température" [WER09]

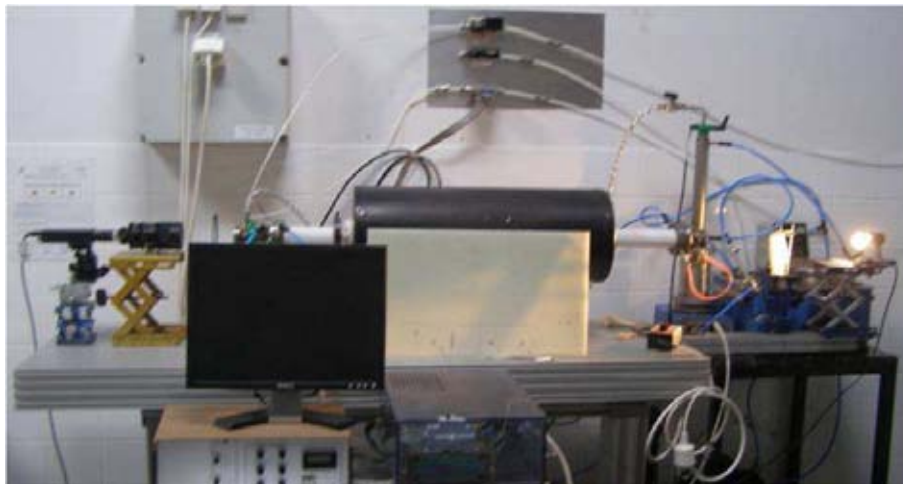
Le four de mouillage mis à notre disposition est un four à parois chaudes que nous appellerons de « Basse Température » constitué d'un tube en mullite fermé de chaque côté par un hublot. Ce four (cf. figure 2-12 et 2-13) permet d'atteindre une température de 1050°C au cœur de l'enceinte grâce au pilotage de la température par un thermocouple et un régulateur. L'échauffement des matériels sensibles et vers l'extérieur est évité grâce aux circulations d'eau mises en place dans la double paroi des hublots des extrémités du four. La vitesse de montée en température est de 10°C/mn au maximum et une forte inertie thermique est observée dans le four, celui-ci ne possédant pas de système de refroidissement. Le four est relié à une pompe à vide primaire et il est possible de travailler sous vide statique ou dynamique en atmosphère contrôlée (neutre Argon par exemple avec un débit maximal de 72 L/h).

Une caméra permet d'observer l'évolution au cours du temps de l'angle de mouillage macroscopique de la fusion et des interactions mouillantes, réactivement mouillantes ou non-mouillantes du système. Une fois l'alliage porté à la température de fusion, le mouillage est suivi à l'aide d'une caméra SONY XCD-X710 équipée d'un zoom 10–110 mm et les images sont exploitées à l'aide du logiciel Image J. Les informations que nous cherchons à obtenir grâce à l'analyse des images sont :

- l'étalement de l'alliage sur le substrat (surface occupée / surface initiale)

- l'angle de contact macroscopique liquide/substrat

La caméra utilisée ici a une définition de 1024 x 768 pixels et la fréquence d'acquisition des images que nous sélectionnons pour notre étude est d'une capture d'image toutes les 150 ms ; la fréquence minimale étant de 133 ms entre deux images. La difficulté à prendre en compte dans cette situation est la netteté des images compte tenu des émissions de l'ensemble substrat+alliage à chaud. Pour cela, nous l'éloignons de la sortie du tube en mullite. Nous avons dû ajouter un ajusteur de focale entre l'objectif et la caméra pour ne pas perdre en définition spatiale sur nos images acquises. Enfin, un filtre d'absorption des émissions a été ajouté sur le chemin optique. Ainsi les images obtenues sont nettes et seul un jeu sur l'ouverture optique de l'objectif est nécessaire pour limiter la saturation de pixels sur les images.



**Figure 2-13 - Photo du four « basse température »**

Le four présenté nous a permis de montrer l'influence des constituants de l'eutectique (Pb et Sn) et l'eutectique lui-même sur un substrat de cuivre et un substrat d'argent et de corréler ces résultats avec nos observations en enduction sur l'appareil expérimental. Ces études nous permettent de conclure sur le rôle du mouillage en enduction à grande vitesse. Cependant, les capacités de ce four ne sont pas suffisantes pour pouvoir mettre en évidence les interactions des alliages de titane avec des substrats céramiques susceptibles de représenter la surface du filament d'enduction. Un autre four a été conçu et réalisé dans le cadre de cette thèse.

### *2.3.2 LE FOUR DE MOUILLAGE HAUTE TEMPERATURE*

Une des composantes du procédé d'enduction à grande vitesse est le mouillage du filament SCS-6 par le Ti-6242. Pour une vitesse d'enduction rapide, il est impossible de faire pénétrer le filament dans la charge de titane. Notre idée est donc d'estimer par une étude de mouillage

réactif, toujours par la méthode de la goutte posée, l'influence du mouillage réactif Ti/C sur le comportement en étalement de différents alliages. La réalisation de cette étude a été possible grâce à l'exécution d'un four de mouillage réactif haute température. Le four a été réalisé en partenariat avec B. Guillaume (ICMCB), C. Picard (LCTS) et N. Martin (stage fin d'étude ingénieur ENSCBP au LCTS) et est décrit en figure 2-14.

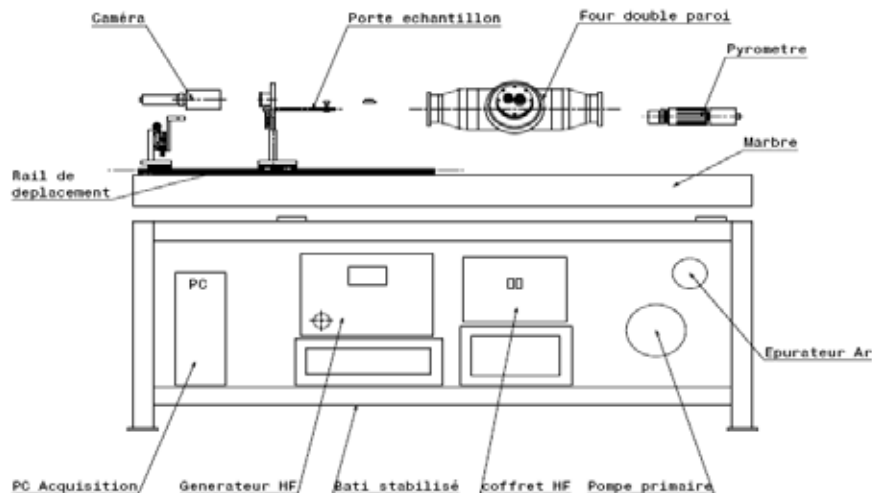
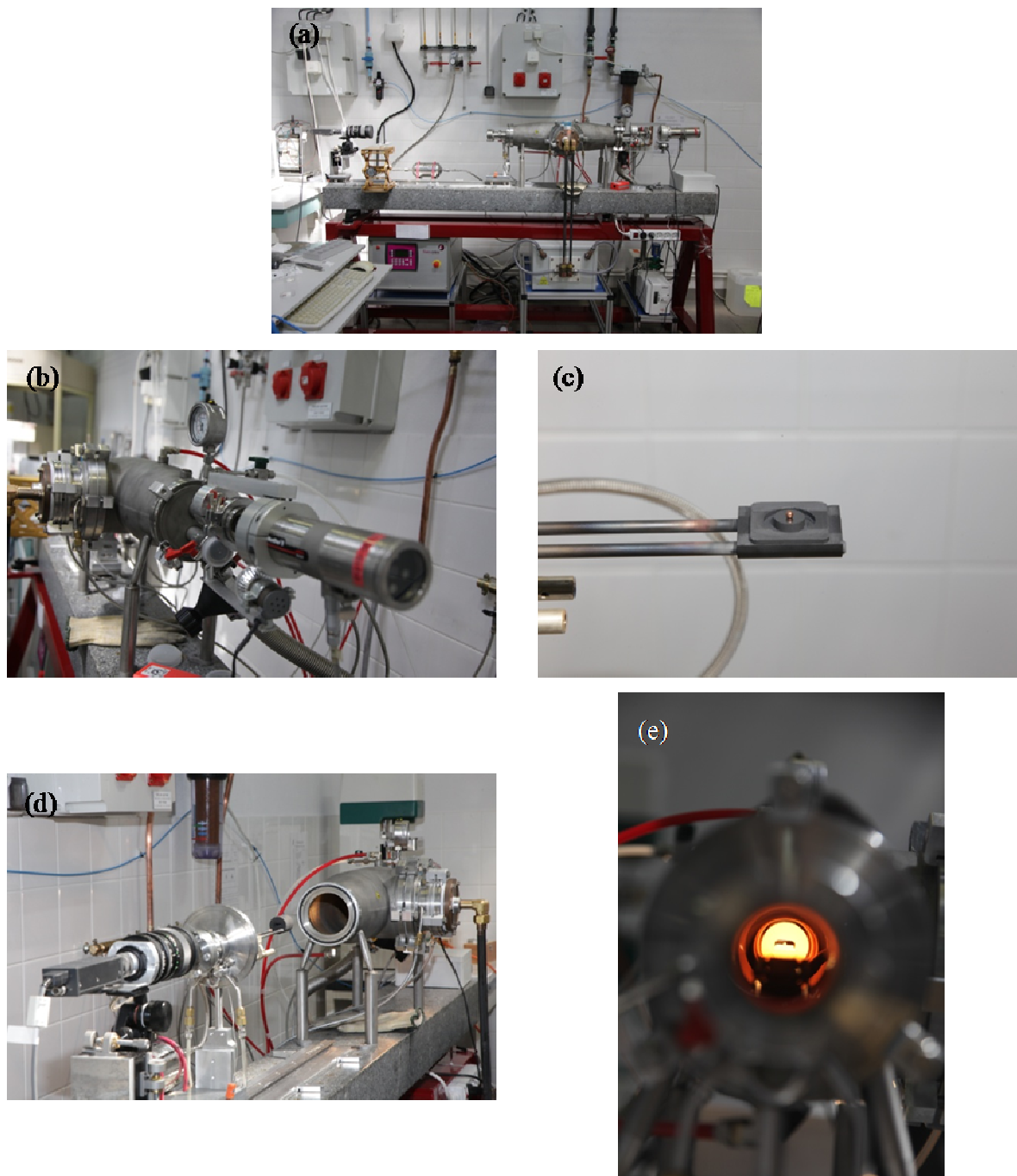


Figure 2-14 – Schéma technique du four Haute Température réalisé [GUI10]

### 2.3.2.1 EQUIPEMENT

Le four réalisé (cf. figure 2-15a) est un four à parois froides. Il est composé d'une enceinte à double paroi, fermée par deux hublots (vitre de silice), d'un porte échantillon, d'un générateur haute fréquence (Five Celes HF MP 3 12kW), d'un pyromètre (MODLINE 5) et d'une pompe à vide. L'enceinte à double paroi va nous permettre de refroidir l'enceinte et de limiter l'inertie thermique au sein du four. Elle est équipée aux extrémités de hublots qui nous permettent d'un côté d'observer l'expérience de mouillage avec le même système de caméra que décrit précédemment, et de l'autre de contrôler la température de l'enceinte du four grâce à la lecture optique de la température par un pyromètre à infrarouge en communication avec le générateur pour la régulation de la température (cf figure 2-15b). Un suscepteur en carbone dans lequel une cavité est creusée pour y déposer un échantillon (cf. figure 2-15c) est placé au centre d'une bobine (cf. figure 2-15e) alimentée par un générateur à haute fréquence et est chauffé par induction. Ce dispositif nous permet d'atteindre une température de 1800°C au cœur de la bobine en quelques minutes. Le suscepteur est amené au centre de la bobine grâce à sa fixation sur deux barres de SiC frittées elles-mêmes solidaires du porte échantillon fixé au hublot coulissant sur un rail de déplacement (cf figure 2-15d).





**Figure 2-15 – Four de mouillage Haute Température : (a) vue générale du four, (b) lecture de la température par le pyromètre et suivi de la pression, (c) porte échantillon, (d) dispositif de guidage et d'introduction de l'échantillon et (e) intérieur du four**

### 2.3.2.2 VALIDATION DU MONTAGE DU FOUR

Une fois l'appareil réalisé nous avons dû tester ses capacités et limitations. Dans un premier temps, nous avons dû tester l'étanchéité du four de mouillage. Un premier point a donc été de vérifier que le dispositif mis en place permet d'atteindre un vide primaire et de le maintenir en état statique. La mise sous vide dynamique permet d'atteindre une pression de  $4.10^{-3}$  mbar en

une vingtaine de minutes. Le vide résultant en statique est un vide primaire de  $p=2.10^{-2}$  mbar à  $t=30$  min et est conservé ( $p=1.10^{-2}$  mbar à  $t=12$ h).

L'étanchéité du four étant satisfaite, nous avons pu tester des températures de chauffe afin de vérifier la calibration du pyromètre, la tenue thermique des hublots (les hublots ne devant pas chauffer à plus de  $150^{\circ}\text{C}$ ), le pilotage et le réglage du générateur haute fréquence. Des essais ont été réalisés afin de vérifier les trois points cités ci-dessus en vide dynamique primaire. Dans un premier temps, nous testons pour une température de consigne donnée la différence entre la température de consigne et celles lues par un thermocouple de type S placé sur le susceptible et par le pyromètre (cf figure 2-16). Ces essais nous ont permis de constater que l'écart (Consigne-Thermocouple) est toujours inférieur à l'écart (Consigne-Pyromètre). L'écart minimal entre la température du thermocouple et celle relevée par le pyromètre est de  $5^{\circ}\text{C}$  et l'écart maximal de  $10^{\circ}\text{C}$ . La température lue par le pyromètre est toujours inférieure à celle de la consigne et compte tenu de l'écart de température constaté entre le pyromètre et le thermocouple, nous en déduisons que la température du porte échantillon présente une erreur négligeable ( $0,3\% < \text{erreur}(T) < 0,7\%$ ) par rapport aux températures atteintes. L'effet de la puissance délivrée par le générateur dans la figure 2-16 nous permet également de constater qu'un ajustement de la puissance délivrée permet de diminuer l'écart entre la température de consigne et celle réelle du susceptible lue par le thermocouple. Il est donc nécessaire d'étalonner les puissances à commander pour l'atteinte optimale de la température voulue pour les essais de mouillage.

La seconde phase consiste à vérifier que les hublots ne chauffent pas trop lors de l'utilisation du four. Des essais ont donc été menés sur une plus large plage de températures avec cette fois-ci le thermocouple placé au niveau du hublot d'observation. Nous notons à cette occasion que les hublots subissent une température d'environ  $90^{\circ}\text{C}$  au maximum pour une utilisation de l'appareil de 10 min (les temps maximum de manipulation à chaud étant de 5 minutes) à la température de  $1800^{\circ}\text{C}$  (cf. figure 2-17).

Cette étude (cf. figure 2-17) nous a également permis de mettre en évidence les plages de travail en température par rapport à la consigne en puissance à indiquer au générateur. En effet, nous avons pu constater que si la consigne est faible pour une forte puissance disponible, la température passe par un maximum supérieur à la consigne avant de se stabiliser. Nous préconisons donc l'étalonnage puissance du générateur et plage d'utilisation du four somme détaillée dans le tableau 2-6.

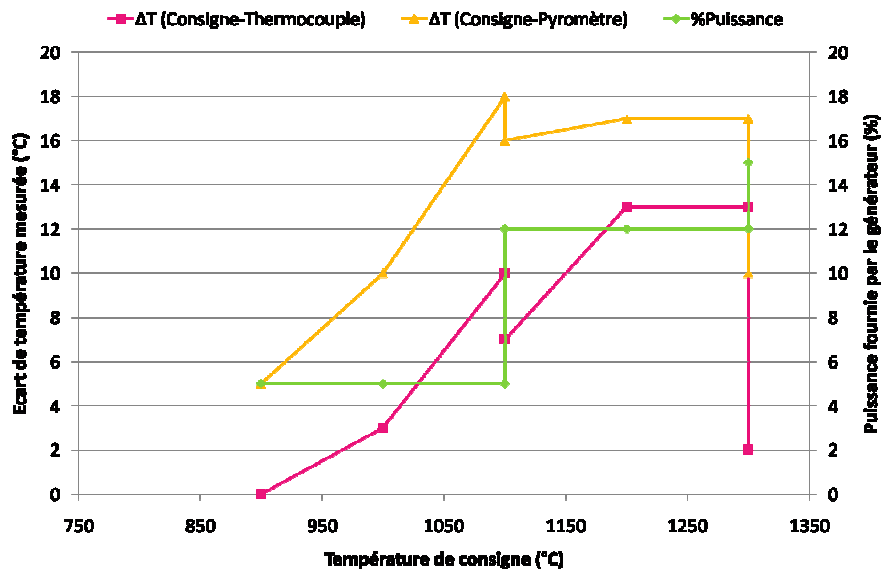


Figure 2-16 – Ecart de température entre la consigne et le thermocouple et entre la consigne et le pyromètre en fonction de la température de consigne pour différentes puissances

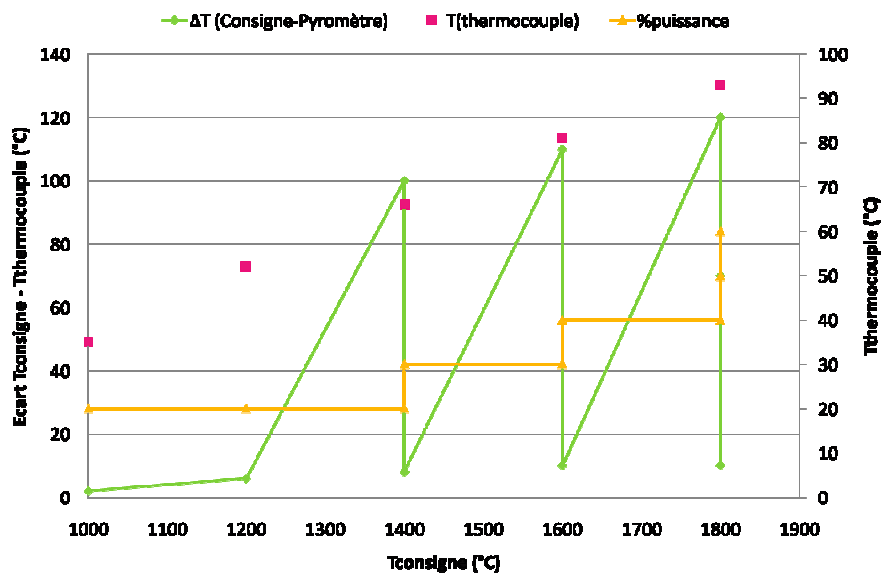


Figure 2-17 – Ecart entre la température de consigne et le pyromètre et évolution de la température du hublot en fonction de la température de consigne

Suite à cette validation pour l'utilisation du four, nous pouvons réaliser nos essais de mouillage. Cependant, comme le titane liquide s'évapore sous vide, des dispositions particulières sont prises pour assurer une atmosphère inerte et permettant nos essais dans le four. Après avoir placé l'alliage métallique et son substrat dans le four, un vide dynamique secondaire est réalisé ( $p=2.10^{-2}$ mbar) par l'action de la pompe à vide pendant au minimum 30 minutes. Puis le four est chargé d'argon purifié jusqu'au retour à pression atmosphérique. Une surpression est alors appliquée dans le four et est relaxée par le bulleur. Notre four est

rempli d'argon et nous appliquons de nouveau un vide secondaire pour les mêmes conditions que précédemment. Ainsi nous nous assurons une atmosphère inerte dans le four. Le four est de nouveau chargé en argon jusqu'à la pression atmosphérique et une atmosphère d'argon dynamique en légère surpression par rapport à l'atmosphère (0,1 bar au maximum) est conservé pour réaliser les essais de mouillage.

<b>% puissance</b>	<b>Tmax (°C)</b>	<b>plage d'utilisation (°C)</b>
<b>20</b>	1300	750-1200
<b>30</b>	1490	1200-1400
<b>40</b>	1680	1400-1600
<b>50</b>	1730	1600-1700
<b>60</b>	>1800	1700-1800

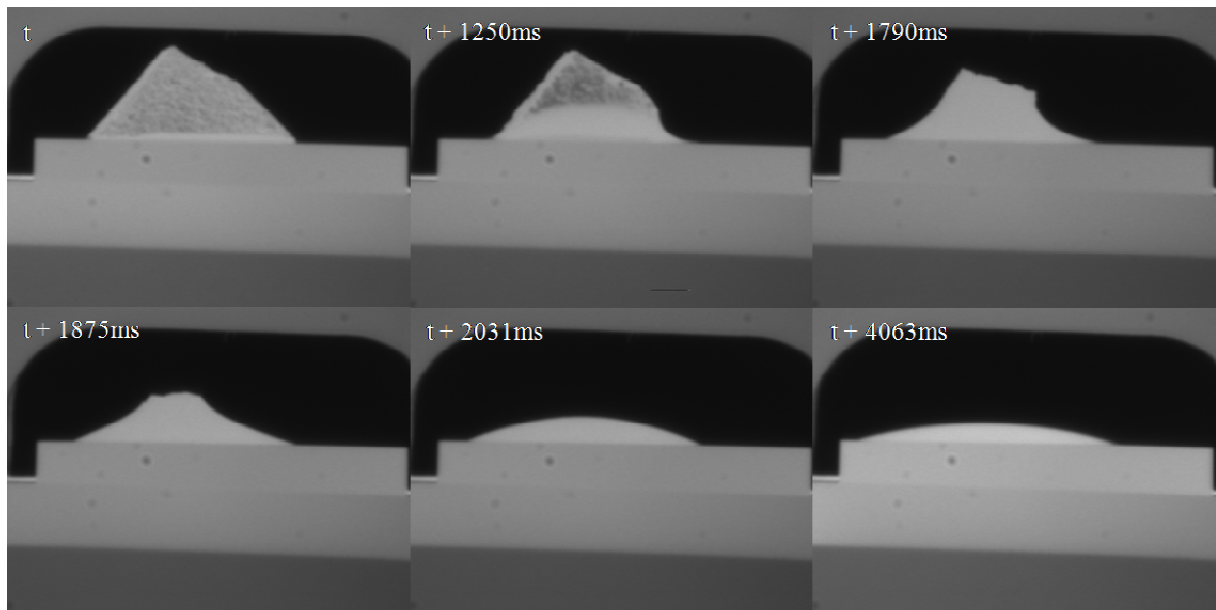
**Tableau 2-6 – Etalonnage du générateur haute fréquence en fonction de la température d'essai**

## **2.4 CARACTÉRISATIONS**

Cette partie de chapitre va décrire l'ensemble des méthodes et techniques utilisées pour préparer et caractériser les matériaux

### *2.4.1 METHODES DE PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LE MOUILLAGE*

La préparation des échantillons est importante pour l'analyse des expériences de mouillage réactif. Dans un premier temps, il faut nous assurer que l'alliage introduit, quand il sera liquide, ait une taille de goutte qui ne dépasse pas la longueur capillaire pour éviter que les effets de la pesanteur ne viennent perturber nos mesures d'angle de mouillage [GEN05]. Il a également été montré [DEZ02] que la masse de l'alliage influence légèrement l'étalement de l'alliage mais pas la mesure des angles de contact. Nous préparerons donc des échantillons dont la masse assurera la condition sur la longueur capillaire et sera équivalente pour la comparaison et la reproductibilité de nos expériences. Les morceaux d'alliage homogène sont donc préparés et désoxydés. Les premiers essais nous ont permis de constater que compte tenu de la méthode de la goutte posée choisie pour réaliser nos essais, il sera important de limiter la hauteur de l'échantillon afin de ne pas avoir un laps de temps trop important entre l'initiation de la fusion et la fusion totale de l'alliage. En effet, l'alliage n'étant en contact que sur une surface avec le substrat et le substrat avec le suscepteur, la chaleur diffuse dans l'alliage à partir de sa base (figure 2-18). Le mouillage commence donc avant la fusion totale de l'alliage et celui-ci est bloqué dans sa progression à cause de la partie non fondue de l'alliage (figure 2-18).



**Figure 2-18 – Exemple de fusion d’un morceau de TiAl de grande hauteur**

Une limitation de la hauteur du morceau d’alliage est donc nécessaire afin d’éviter ce phénomène. De plus, il est nécessaire de centrer le morceau d’alliage sur le substrat afin d’éviter les effets de bord lors de l’étalement de l’alliage (autant pour la mesure d’étalement que pour la mesure de l’angle de mouillage).

Pour ce qui est de la préparation des morceaux d’alliage, les échantillons utilisés provenaient de matériaux massifs (Sn, Pb, PbSn, Ti40, Ti6242, TA6V, TiAl, ...). Les morceaux sont ensuite découpés à la scie à métaux ou à la mini-tronçonneuse (minitom – Struers) pour atteindre les dimensions et poids voulus. Les morceaux ainsi débités sont lavés à l’acide chlorhydrique à 37,5% massique par immersion pendant 1 minute dans quelques centilitres d’acide, puis rincés à l’éthanol et séchés avant leur insertion sur le substrat dans le suscepteur. La composition des alliages de titane est précisée dans le tableau 2-7.

De leur côté, les supports de carbone graphite sont polis afin d’avoir une surface à rugosité contrôlée (reproductible) et désoxydée. Ensuite, l’ensemble alliage/substrat est placé dans le four et le vide primaire est réalisé pour effectuer l’essai de mouillage. D’autres types de support ont été testés afin de comparer les cinétiques d’étalement des alliages de titane sur les différents supports possibles. Dans un premier temps, ces essais ont concerné l’étude du mouillage sur différents supports « céramiques ». Ces supports sont des plots de carbone graphite sur lesquels des dépôts PVD ou CVD ont été réalisés. Nous avons ainsi testé le mouillage sur support : pyrocarbone (CVD), SiC (CVD) et TiC (PVD). Ces supports, compte

tenu des épaisseurs de dépôt de quelques micromètres, n'ont pas été polis. Le tableau 2-8 présente les mesures des rugosités des différents substrats utilisés.

alliages	% massique en constituants						
	Ti	Al	V	Sn	Zr	Mo	Si
<i>Ti40</i>	100	/	/	/	/	/	/
<i>TA6V</i>	90	6	4	/	/	/	/
<i>Ti6242</i>	85,9	6	/	2	4	2	0,1
<i>,TiAl</i>	44	56	/	/			

Tableau 2-7 – Les alliages de titane utilisés

Substrat	Diamètre	Dépôt	Ra / Rq
<i>Cgraph</i>	12 mm	/	154 nm / 280 nm
<i>pyC</i>	12 mm	1,7 µm CVD	268 nm / 417 nm
<i>SiC</i>	7 mm	45 µm CVD	3,95 µm / 5 µm
<i>TiC</i>	8 mm	2 µm PVD	réflectivité trop faible

Tableau 2-8 – Les substrats des essais de mouillage

Des substrats de tungstène et de zirconium ont également été testés pour montrer les différences entre un mouillage de type métal/céramique et de type métal/métal avec ou sans formation d'intermétallique. Ces substrats ont été débités par la mini-tronçonneuse afin d'obtenir des substrats à faces parallèles à partir des alliages massifs.

#### 2.4.2 CARACTÉRISATIONS MICROSCOPIQUES

Les échantillons issus des essais de mouillage ainsi que les filaments obtenus par EGV sont caractérisés par microscopies : optique et électronique à balayage. Dans ces caractérisations, nous cherchons à déterminer :

- pour les essais de mouillage : les angles microscopiques de mouillage et macroscopiques à froid afin de noter s'ils sont différents ou similaires à ceux relevés lors des essais à chaud, l'épaisseur et la nature de la couche de réaction formée.
- pour les essais d'EGV : la concentricité ou non de la gaine de métal autour du filament, l'épaisseur et la nature des différentes phases entourant le filament et la consommation de la couche protectrice de pyrocarbone du filament.

#### *2.4.2.1 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS*

Pour les échantillons de mouillage, une coupe transversale à cœur de l'échantillon est réalisée grâce à la mini-tronçonneuse. Cette découpe nous permet de nous assurer que l'ensemble des observations que nous souhaitons mener sont accessibles. Puis les échantillons sont enrobés dans une résine (EpoFix – Struers). L'enrobage est une résine d'enrobage à froid époxy mélangée à un durcisseur qui permet la polymérisation à température ambiante de l'enrobage (environ 8h) et sans retrait. Ensuite les échantillons sont polis jusqu'à l'obtention d'une surface sans rayure qui permet l'observation des différentes phases que nous cherchons à identifier et caractériser.

Pour ce qui est de l'enrobage pour l'observation des différentes couches autour des filaments issus de l'EGV une étape supplémentaire est nécessaire. En effet, les différences de dureté entre les différentes phases (filament SiC+C, TiCx et Ti) ne permettent pas une observation précise donc une étape de compaction des filaments dans une matrice dure est nécessaire. Pour cela, nous frittons par frittage flash (SPS) de l'alliage ZrV autour des filaments avant d'effectuer les coupes et l'enrobage. Ainsi lors de l'étape de polissage, les phases fragiles de céramique sont moins malmenées et une observation est possible.

#### *2.4.2.2 OUTILS DE CARACTÉRISATION*

Dans un premier temps, les échantillons sont observés au microscope optique qui permet un grossissement jusqu'à x 500. Ensuite lorsqu'une expertise plus approfondie est nécessaire, les échantillons sont observés au MEB Quanta du LCTS (FEI – Quanta 400F). Ce MEB (HV – EDS-ETD-BSE) permet sous vide d'atteindre une résolution jusqu'à 3 nm pour une excitation de 2 à 30 kV. Ce microscope permet une observation et une analyse chimique des éléments présents.

## **2.5 CONCLUSIONS**

Ce chapitre présente l'ensemble des outils qui ont été utilisés pour réaliser les travaux de thèse. Dans un premier temps, nous cherchons à comprendre l'enduction de fibres. Grâce à la double approche expérimentale et numérique présentée ici, nous voulons identifier les différents régimes d'emport en enduction grâce à une étude paramétrique. L'étude de mouillage de substrats céramiques par différents alliages de titane liquide nous permet de sélectionner le meilleur couple pour l'enduction qui est souhaitée par Snecma. Cette étude a

demandé la réalisation d'un four de mouillage à haute température répondant aux critères de faisabilité de l'étude à mener.

Les résultats des études menées lors de la thèse ont pu être testés directement à échelle 1 sur le prototype EGV semi-industriel de Snecma exploité par FSP-one. Les solutions proposées au cours de la thèse ont pu être testées et validées / invalidées grâce notamment à la collaboration de M. Gérald Sanchez de Thermocompact / FSP-One qui a réalisé les essais sur le prototype EGV.





### 3 ENDUCTION MOUILLANTE SANS RÉACTIVITÉ

\*\*\*\*\*

Les premiers résultats du travail de thèse concernent l'étude des régimes et des comportements des gaines de fluide autour d'un filament pour un cas d'enduction mouillante et sans réactivité chimique. Nous présenterons donc les résultats obtenus pour l'enduction à l'eau. Dans un premier temps, nous présentons une analyse des flux créés dans le bain de fluide par le passage du filament afin de poser les bases des réflexions sur l'emport de fluide selon les différents régimes que nous avons identifiés. Un retour sur le comportement théorique établi pour le phénomène d'enduction sera effectué afin de mieux cerner l'apport de la thèse sur la détermination de ces différents régimes d'emport. L'analyse paramétrique de l'enduction sera ensuite exposée et nous concluons sur la possibilité d'enduire une couche épaisse et stable de fluide sur un filament pour une situation isotherme.

#### 3.1 GRANDEURS CARACTERISTIQUES DES ECOULEMENTS

Avant de débiter la présentation de nos résultats, nous allons commencer par rappeler les principales grandeurs adimensionnées qui vont nous aider à caractériser l'écoulement d'un fluide.

##### - Le nombre de Reynolds

Le nombre de Reynolds caractérise l'importance du flux de quantité de mouvement par inertie par rapport à celui associé à la diffusion visqueuse. Grâce à sa valeur nous pouvons déterminer si l'écoulement est laminaire ou turbulent.

$$Re = \frac{\rho UL_0}{\eta}$$

Dans cette expression U et  $L_0$  sont respectivement la vitesse caractéristique et l'épaisseur caractéristique de l'écoulement tandis que  $\rho$  et  $\eta$  sont des caractéristiques du fluide, respectivement la masse volumique et la viscosité du fluide.

##### - Le nombre de Weber

Le nombre de Weber est le nombre adimensionnel qui va nous permettre de comparer les effets du flux de quantité de mouvement par inertie aux effets de tension superficielle. Ce nombre va nous permettre de savoir lequel de ces deux effets gouverne l'écoulement.

$$We = \frac{\rho U^2 L_0}{\gamma}$$

$\gamma$  étant la tension de surface entre le fluide et le milieu ambiant. Ce nombre est important pour notre étude car il est courant que les écoulements diphasiques présentant de grands nombres de Weber aient tendance à être des écoulements fragiles à rupture interfaciale créant des bulles ou des gouttes. Inversement un écoulement à faible nombre de Weber est un écoulement dominé par les effets capillaires ayant tendance à réduire l'interface fluide/atmosphère également favorables à la formation de goutte ou ondulations de la surface.

#### - **Le nombre capillaire**

Le nombre capillaire est le nombre qui compare les effets antagonistes de la viscosité et de la tension de surface. Dans notre exemple, les effets visqueux vont aider à l'échappement du fluide tandis que les forces de rappel capillaire vont contraindre le ménisque et minimiser son expansion.

$$Ca = \frac{\eta U}{\gamma}$$

Grâce à ce nombre, on peut déduire une relation entre le nombre de Weber et celui de Reynolds :

$$We = ReCa$$

#### - **Le nombre de Bond**

Le nombre de Bond compare les effets pressants que sont la gravité et les forces capillaires. Il se définit comme suit.

$$Bo = \frac{\rho g L_0^2}{\gamma}$$

Suite à cette description des nombres adimensionnés qui vont nous aider à classifier les différents types d'écoulements, nous allons détailler l'étude numérique et expérimentale. Dans un premier temps, nous allons nous intéresser aux mouvements du fluide générés dans le bain, suite au passage du filament à vitesse contrôlée dans celui-ci. Dans un second temps, nous étudierons le comportement du ménisque dynamique en fonction de ces flux et nous détaillerons l'étude des épaisseurs emportées en fonction des différents paramètres du procédé. Nous finirons l'étude par la compréhension des mécanismes de déstabilisation de la gaine de fluide.

## 3.2 LE BAIN

L'information que nous cherchons à obtenir par cette partie de notre étude est l'épaisseur de la couche limite visqueuse développée dans le bain qui arrive en butée contre le ménisque dynamique. Pour cela, nous avons besoin de connaître cette épaisseur de couche limite et l'influence des circulations dans le bain sur l'épaisseur de cette couche. Nous nous basons donc pour cette étude sur la définition des couches limites de Blasius et sur les évaluations de flux de type « cavité entraînée glissante ». La méthodologie utilisée et le cheminement suivi sont détaillés ci-dessous.

### 3.2.1 LA COUCHE LIMITE DE BLASIUS

#### 3.2.1.1 CONFIGURATION

La couche limite de Blasius est une épaisseur caractéristique qui définit la zone de cisaillement présente dans un écoulement au voisinage d'une paroi [TAI89], [CAN90], [CAL06]. Cette épaisseur caractéristique présente de forts gradients de vitesse qui sont d'autant plus marqués que le nombre de Reynolds de l'écoulement est grand. La couche limite de Blasius qui nous intéresse ici est la couche dynamique, la définition de cette couche est également utilisée en thermique pour la détermination de transfert de chaleur entre la plaque et le fluide en circulation.

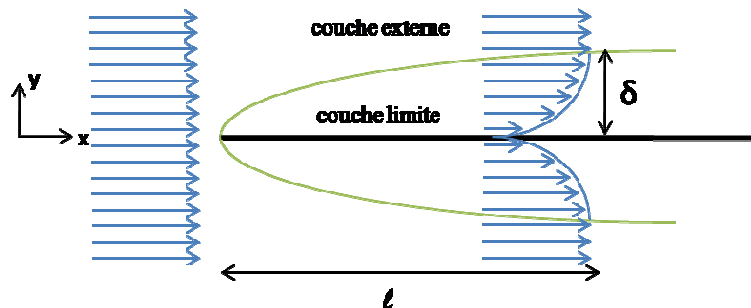


Figure 3-1 – Interaction d'un écoulement laminaire avec une paroi fixe

Le cas le plus simple utilisé pour illustrer cette couche limite est celui d'un écoulement perturbé par la présence d'une surface solide. Considérons, pour la description de ce modèle, une plaque plane de dimension infinie dans la direction de l'écoulement et d'épaisseur négligeable, dans le cas d'un écoulement laminaire, comme représenté à la figure 3-1. A la surface du solide, la vitesse du fluide est ramenée à zéro car il n'y a pas de glissement possible au niveau de la paroi et les particules de fluide restent solidaires de la surface. Il existe donc suite à ce contact deux zones distinctes dans l'écoulement. Une région dans

laquelle la vitesse varie rapidement : de la vitesse de l'écoulement à l'entrée dans la couche limite à une vitesse nulle à la paroi. L'autre région étant définie comme l'écoulement externe, soit une région à vitesse quasi-uniforme et dans laquelle les forces visqueuses ne sont pas à prendre en compte.

La couche limite occupe la région adjacente à la plaque plane et est définie par l'épaisseur  $\delta(m)$  à la longueur,  $l(m)$ . L'écoulement dans cette zone est donc caractérisé par ces deux longueurs :  $\delta$  dans la direction transversale et  $l$  dans la direction longitudinale. L'écoulement étant laminaire et parallèle à l'obstacle, les vitesses normales à l'écoulement (selon  $y$ ) sont considérées comme étant négligeables devant les vitesses tangentielles (selon  $x$ ). Grâce à une analyse dimensionnelle des forces, une estimation de l'épaisseur est possible. En effet, si l'on considère une plaque de longueur,  $l$ , alors les forces d'inertie par unité de volume sont de l'ordre de grandeur :

$$\rho u \frac{\partial u}{\partial x} \sim \rho \frac{U^2}{l} \quad (3.1)$$

et les contraintes visqueuses sont de l'ordre de grandeur :

$$\frac{\partial \tau_{xy}}{\partial y} \sim \eta \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \sim \eta \frac{U}{\delta^2} \quad (3.2)$$

Or dans la couche limite, les forces d'inertie et de viscosité s'équilibrent, on peut donc facilement tirer une expression pour l'épaisseur de la couche limite (3.3).

$$\delta \sim \left( \frac{\eta l}{\rho U} \right)^{1/2} = \frac{l}{\sqrt{Re}} \quad (3.3)$$

Le problème de la plaque plane a été étudié pour la première fois par Blasius [BLA13] et il a été montré qu'un calcul de l'épaisseur de la couche limite  $\delta_B$  (3.4) définie pour  $u=0,99U$  était possible.

$$\delta_B = 5,0 \frac{l}{\sqrt{Re}} \quad (3.4)$$

L'analyse théorique proposée par Blasius concerne le cas d'une couche limite développée sur une plaque dans un écoulement laminaire. De notre côté, nous allons chercher à déterminer numériquement, l'épaisseur de fluide mise en mouvement par un filament. Nous devons donc dans un premier temps effectuer une vérification numérique afin de nous assurer que la représentation de la couche limite de Blasius est possible avec Thétis puis les modifications

de l'espace de calcul seront effectuées pas-à-pas pour arriver à l'étude que nous souhaitons mener.

### 3.2.1.2 VÉRIFICATION DU CAS BLASIUS

Nous utilisons le code de calcul Thétis sur une grille de calcul en définition cartésienne de l'espace pour un espace physique simulé monophasique dont le fluide est de l'eau. La figure 3-2 représente les conditions limites du domaine simulé.

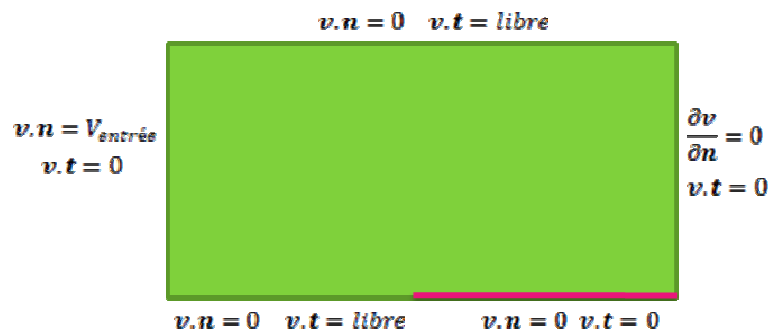


Figure 3-2 – Conditions limites du domaine de calcul

Ce domaine de calcul présente une condition limite sur la gauche du domaine de calcul d'entrée de fluide selon un écoulement laminaire et constant, une condition limite sur la droite du domaine de calcul de sortie du fluide et deux limites de type symétrie sur le haut et le bas du domaine de calcul de façon à imposer des vitesses normales à ces parois nulles, tout en laissant les contraintes tangentielles libres. Afin de représenter la plaque plane, nous ajoutons une condition d'adhérence sur la moitié de la limite basse du domaine de calcul.

Le domaine est dimensionné de façon à être dans le même ordre de grandeur que nos futurs bains d'induction. La limite inférieure est divisée en deux parties sur 4 cm : la première moitié n'impose pas de contrainte sur l'écoulement et la seconde est une condition d'adhérence (modélisation d'une plaque plane). Le choix de la longueur transversale a été quant à elle effectué par une étude sur un maillage constant en  $100^2$  mailles. Nous avons testé des longueurs transversales de 5 mm à 4 cm pour ces maillages et nous avons pu constater deux effets. Le premier est que plus le domaine est étroit plus la définition de la couche limite est précise, le pas d'espace étant plus petit. Le second effet observé est que plus le domaine est étroit, plus on s'éloigne du cas de Blasius présenté en figure 3-1. En effet, ce cas est décrit pour des dimensions infinies d'espace longitudinal et transversal. Or, dans notre cas, la dimension transversale est limitée et le code de calcul vérifie à chaque pas de temps la conservation du débit dans le domaine de calcul. De ce fait, la couche limite créant un

ralentissement local du flux, une accélération est générée juste au dessus de la couche limite pour conserver le débit global (figure 3-3). Cette accélération est d'autant plus importante que la dimension est petite.

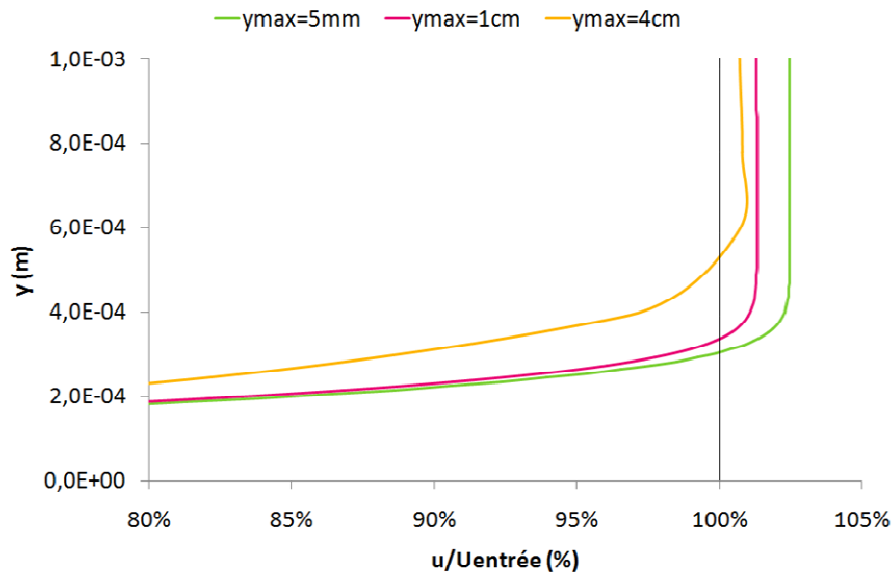


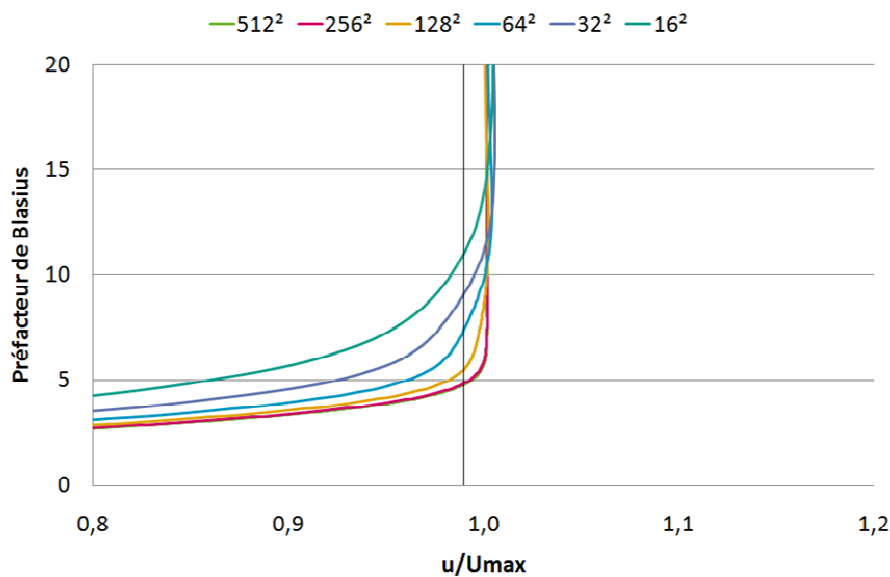
Figure 3-3 –  $u/U_{\text{entrée}}$  en fonction de  $y$  du domaine pour différentes largeurs du domaine

Le compromis que nous réalisons pour avoir à la fois une bonne définition spatiale et une accélération réduite est de prendre un domaine de 1 cm de large. De plus, dans la suite de nos calculs,  $U_{\text{entrée}}$  est remplacé par  $U_{\text{max}}$  car c'est cette valeur accélérée compte tenu du confinement qui définit le cisaillement soumis par le flux entrant et qui génère l'épaisseur de la couche limite.

Le second choix que nous effectuons est de travailler avec un maillage exponentiel plutôt qu'un maillage constant, raffiné à la limite inférieure du domaine pour gagner en précision dans la zone d'écoulement perturbé. Un maillage dit exponentiel est un maillage dont on fixe le nombre de maille ainsi que le pas d'espace minimal ou maximal (minimal dans notre cas) que l'on souhaite et dont les mailles suivantes sont calculées selon une variation exponentielle du pas d'espace. Ce type de maillage peut permettre un découpage de l'espace selon plusieurs zones [GLO10b]. Pour cette étude de vérification, nous avons choisi des maillages constants selon l'axe  $x$  et un maillage exponentiel pour l'axe  $y$  dont le pas d'espace minimal est déterminé selon le nombre de mailles dans le domaine. A partir de ces définitions, nous vérifions si la simulation de ce cas permet bien une convergence de la solution numérique vers la solution théorique par une étude de convergence en maillage pour les maillages  $16^2$ ,  $32^2$ ,  $64^2$ ,  $128^2$ ,  $256^2$ ,  $512^2$  (cf figure 3-4).

*N.B. : la valeur du pas d'espace minimal est plus grande pour un maillage  $16^2$  que pour le maillage  $512^2$ .*

Sur la figure 3-4, le préfacteur de l'équation 3.3 déterminant l'épaisseur de la couche limite en fonction de la valeur de la vitesse adimensionnée  $u(y)/U_{max}$  est représenté. Dans sa démonstration théorique, Blasius a montré que pour  $u(y)/U_{max}=0,99$ , la dimension de la couche limite est atteinte à  $y = \delta_B = 5\delta$ . Nous constatons bien que l'amélioration de la résolution des équations de Navier-Stokes passe par l'utilisation d'un maillage plus raffiné pour tendre vers la valeur théorique.



**Figure 3-4 – Etude de convergence du cas Blasius**

Cette étude nous permet de conclure qu'un maillage  $256^2$  permet d'obtenir un résultat numérique rendant bien le phénomène physique (%erreur=4%) mais qu'un maillage  $128^2$  peut suffire (%erreur=8%) et va nous permettre un gain en temps de calcul. Maintenant que nous sommes assurés de la possibilité de simuler la couche limite développée dans le cas Blasius, nous allons nous recentrer sur notre problème (de la configuration de Blasius vers les conséquences du mouvement d'un filament dans un bain d'enduction) et étudier les mouvements de flux dans le bain, ainsi que leurs conséquences sur la couche limite développée.

### 3.2.2 DE LA CAVITE ENTRAINEE GLISSANTE ...

Considérons la figure 3-5 sur laquelle le bain d'enduction est représenté. Les conditions limites du bain d'enduction en excluant la zone de ménisque dynamique sont décrites ci-dessous :



- parois supérieure et gauche : une condition d'adhérence de type paroi
- paroi inférieure : une condition d'adhérence imposant un mouvement de fluide par dissipation visqueuse, soit une paroi mobile à  $V=V_{\text{filament}}$ .
- paroi droite : une condition de glissement permettant des déplacements tangentiels mais pas normaux

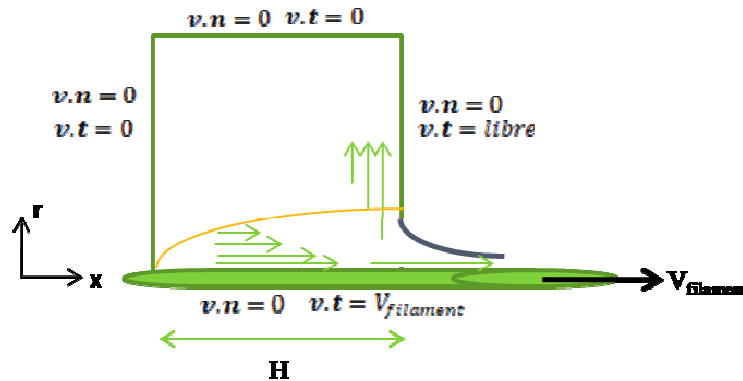


Figure 3-5 – Bain d'induction, conditions limites et couches limites

C'est cette configuration que nous appelons cavité entraînée glissante et afin de décrire cette cavité, nous nous basons sur le cas de cavité entraînée largement étudié en mécanique des fluides numérique [BOT88], [BRU90], [CHE06], [GHI82], [SCH83].

L'étude de l'écoulement dans une cavité carrée fermée, dont une paroi est mobile, est un test de mécanique des fluides numériques classique qui a fait l'objet de nombreuses études. Le cas le plus exploité est celui d'un écoulement dans une cavité carrée de 1 m de côté. Ce cas test permet d'étudier les mouvements d'un fluide entraîné par viscosité par une paroi sur une longueur,  $H$  (m), sur laquelle est calculée le nombre de Reynolds, ici,  $Re=1000$ . Cet écoulement atteint le coin entre la paroi mouvante et la paroi fixe puis recircule dans le bain. L'écoulement s'organise ensuite en un rouleau donnant lieu à des trajectoires circulaires et forme dans les coins des recirculations multiples contrarotatives. L'analyse des écoulements dans le bain d'induction va nous permettre de constater l'impact de la recirculation sur la couche limite et la position des circulations contrarotatives. Nous allons donc partir de ce cas, lui imposer une paroi glissante, puis le faire évoluer vers la configuration qui décrira notre bain d'induction. La vérification et la validation de la cavité entraînée dans Thétis est détaillée dans le cahier de validation de Thétis [GLO10c] ainsi que dans [ROM07] et [AHU10].

Nous allons comparer ici la répartition de la fonction courant dans une cavité entraînée et dans une cavité entraînée glissante à même Reynolds (cf. tableau 3-1). Le choix du fluide de façon

standard pour faire ces simulations est un fluide de viscosité  $\eta=0,001\text{Pa.s}$ . Comme nous cherchons à caractériser l'écoulement global dans le domaine de calcul, nous utilisons une grille Chebychev sur un maillage 2D cartésien de  $128^2$  points. Une grille de Chebychev est un maillage à variation de pas d'espace par un polynôme de Chebychev [ABR64] dans toutes les directions avec un raffinement aux extrémités du domaine donc près des parois. Le tableau 3-1 permet de comparer le cas de cavité entraînée classique, de cavité entraînée glissante et de cavité entraînée glissante remplie d'eau pour un nombre de Reynolds de 1000.

Cas simulé	Cavité	Cavité Glissante	Cavité Glissante
<i>Fluide</i>	air	air	eau
<i>Dimensions</i>	1 m <sup>2</sup>	1 m <sup>2</sup>	1 mm <sup>2</sup>
<i>Maximum de la fonction courant</i>	0,1187	0,1630	$1,630.10^{-4}$
<i>Position</i>	x=0,5245 y=0,4387	x=0,5612 y=0,4754	x= $5,612.10^{-4}$ y= $4,754.10^{-4}$
<i><math>\delta</math> pour <math>x=0,5H</math> à <math>u/V_{\text{filament}} = 0,75</math></i>	$1,680.10^{-2}$	$2,128.10^{-2}$	$2,128.10^{-5}$

Tableau 3-1 – Résultats des simulations des cas de cavité et cavité glissante pour  $Re=1000$  pour différents fluides

Pour la cavité glissante à l'eau, nous devons adapter la dimension  $H$  du domaine pour rester dans l'étude d'un écoulement à  $Re=1000$ . Notre premier constat est l'augmentation de la fonction courant par l'ajout d'une paroi qui permet le glissement du fluide le long de celle-ci (cf. figure 3-6). Cela s'explique par le fait que l'écoulement généré étant continu, l'ajout de cette paroi permet une accélération des particules par rapport au cas de cavité entraînée standard en supprimant une surface de frottements visqueux. Le vortex principal de circulation de fluide dont la valeur maximale de la fonction courant est le centre, est accéléré et déplacé vers les zones de circulation libre de flux (subissant moins de contraintes). Il est ainsi rapproché de la surface glissante et décalé vers le haut. Toujours concernant le vortex principal, nous remarquons que pour un même nombre de Reynold, il est placé à une même position relative entre le cas glissant à l'air et à l'eau. Cependant, nous notons dans le second cas que son intensité est divisée par 1000. La longueur d'entraînement a donc un rôle capital dans l'établissement des positions des vortex et de leur intensité.

Maintenant, si nous nous concentrons sur la représentation de la vitesse parallèle à la paroi mobile (cf. figure 3-6), nous constatons que la couche limite développée le long de cette paroi est déformée par la présence du vortex principal. En effet, une large bande de cette couche est

happée par le vortex. Cette bande correspond aux lignes de courant qui possédaient initialement le moins d'énergie, étant plus loin de la source.

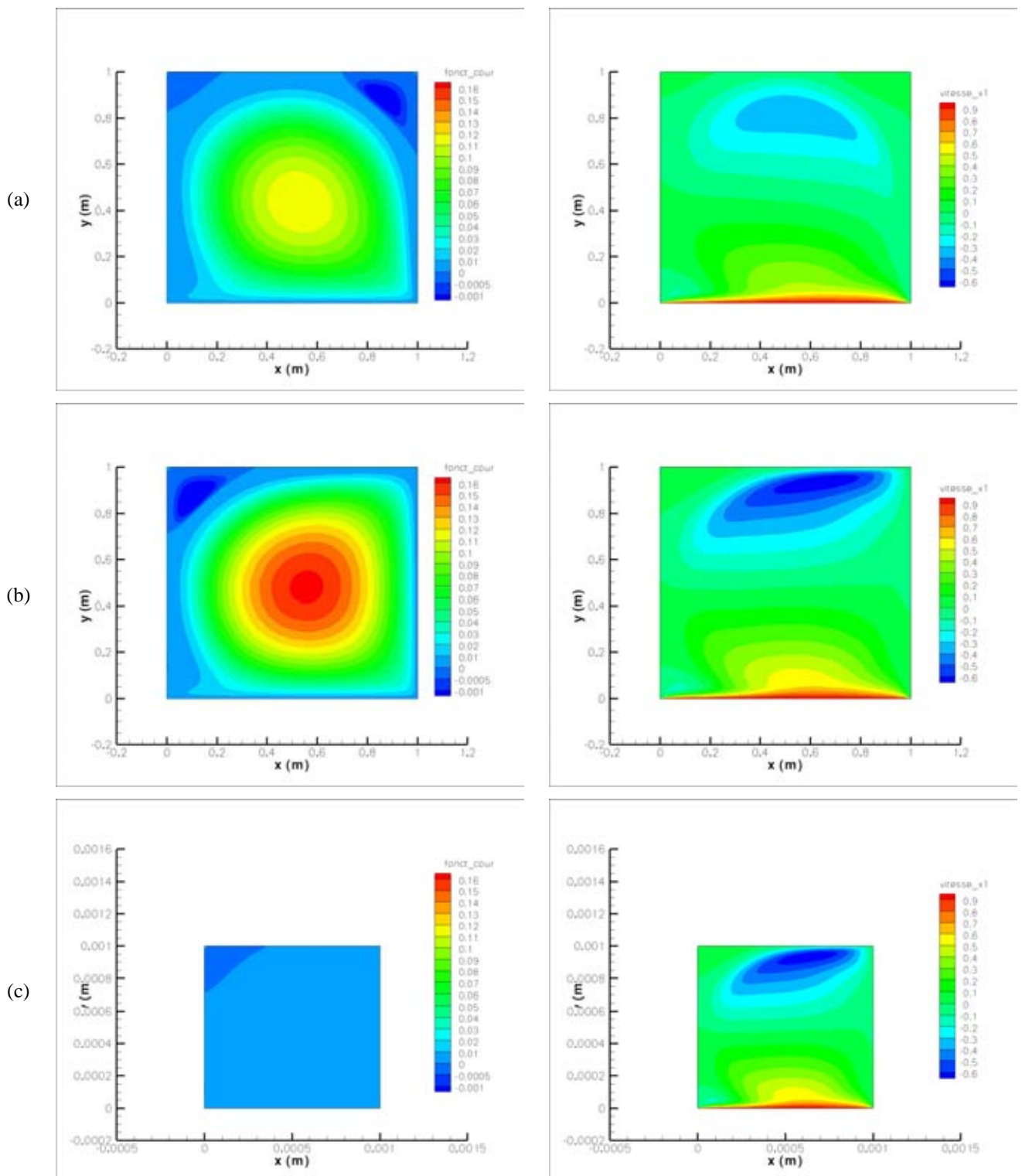


Figure 3-6 – Représentation de la répartition spatiale de la fonction courant et de la vitesse  $u$  sur les mêmes échelles pour  $Re=1000$  pour (a) le cas cavité, (b) le cas cavité glissante et (c) le cas cavité glissante à l'eau

Ce phénomène nous oblige à considérer uniquement une partie de la couche limite développée par contact avec la paroi pour effectuer notre étude. Nous nous fixons donc une étude de l'épaisseur pour laquelle  $u/V_{\text{filament}}=0,75$ , soit une étude d'une sous-couche énergétique de la couche limite non déformée à différents niveaux le long de H. Nous remarquons à cette occasion que l'ajout d'une paroi glissante a pour conséquence de laisser se développer la couche limite grâce à l'éloignement du vortex principal. Maintenant, nous allons utiliser ces résultats pour modéliser les phénomènes présents dans le bain d'enduction à l'eau.

### 3.2.3 ... VERS LE BAIN D'ENDUCTION

Le bain d'enduction est profond de 1 cm à plusieurs centimètres et cette profondeur est notée H. Un changement d'échelle est donc à effectuer par rapport à l'étude précédente. Cette étude va également nous amener à considérer des écoulements non plus générés par une plaque mais par un filament. Nous avons donc besoin de déterminer un nouveau nombre de Reynolds pour caractériser les écoulements. Ce nombre de Reynolds ne sera plus calculé sur la longueur H mais sur le rayon du filament, R, qui est la grandeur caractéristique qui permet l'établissement du flux. Un filament de rayon défini est en effet moins efficace pour la transmission de son énergie cinétique qu'une plaque du fait de sa surface extérieure limitée. Ce nouveau Reynolds est appelé Reynolds transversal,  $Re_T$  et l'ancien nécessaire pour la corrélation entre les couches limites Blasiusiennes et celles observées dans notre bain d'enduction est renommé Reynolds longitudinal,  $Re_L$ .

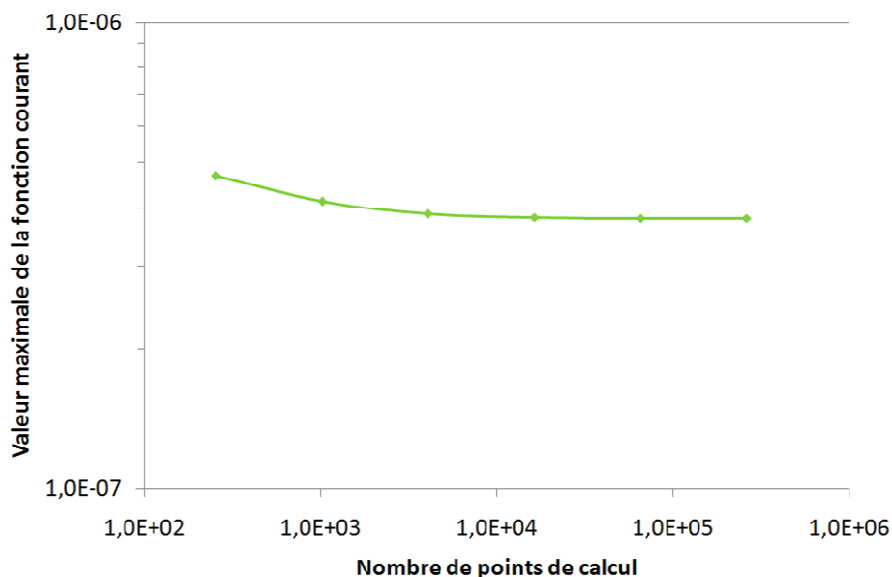
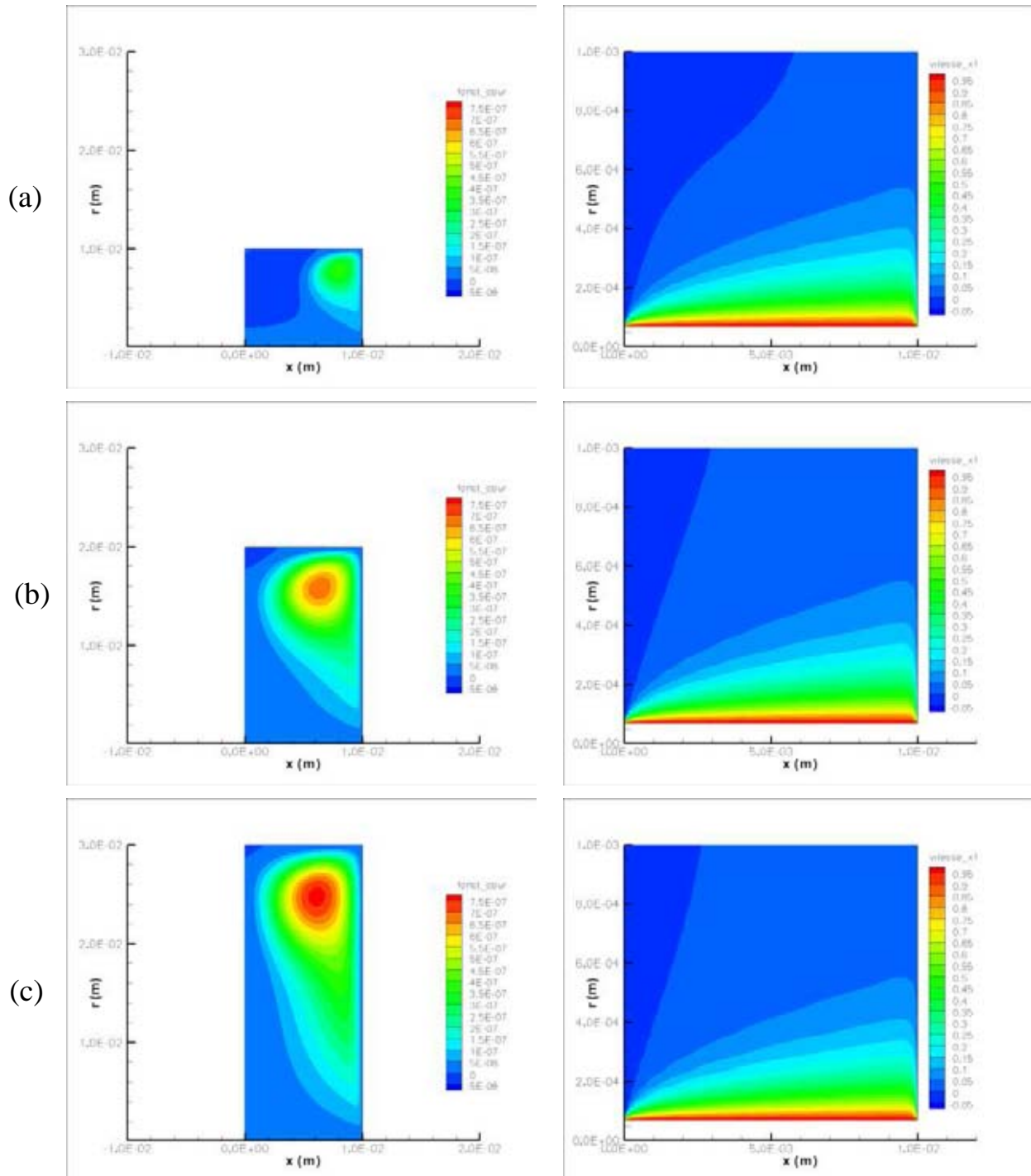


Figure 3-7 – Convergence de la valeur maximale de la fonction courant pour  $Re_T=70$

Afin de débiter cette étude, plusieurs changements sont nécessaires. Premièrement, nous passons de la résolution d'un système  $(x,y)$  cartésien à la résolution d'un système  $(x, r)$  axisymétrique ( $0 \leq x \leq H$  et  $R_{\text{filament}} \leq r \leq R_{\text{max}}$ ). Ensuite, nous augmentons la dimension du



**Figure 3-8 – Illustration de l'influence de la largeur du domaine sur l'établissement de flux et la couche limite : (a) pour H=10mm, (b) pour H=20mm et (c) pour H=30mm**

domaine de calcul pour réaliser des cas avec des profondeurs centimétriques. Ce changement de géométrie et de dimension, nous impose de vérifier la convergence de la solution obtenue

afin de déterminer le raffinement du maillage optimal pour notre étude (cf. figure 3-7). L'analyse des résultats nous montre que la convergence est obtenue et qu'un maillage de Chebychev de  $128^2$  sera suffisant pour notre étude. Elle nous permet également de constater que compte tenu de la petite dimension du filament par rapport au bain centimétrique simulé, la fonction courant est beaucoup plus faible.

De plus, la diminution de cette fonction courant nous permet de revoir certaines constatations précédentes. En effet, les couches limites développées proches du filament ne subissent pas l'influence du vortex principal de circulation déplacé vers le haut droit du domaine de calcul (cf figure 3-8), nous permettant une étude plus aisée de la couche limite développée. Ce constat est confirmé par l'étude de l'influence de la largeur du bain sur les flux et l'épaisseur de la couche limite (cf. figure 3-8). Cette analyse nous permet de mettre en évidence que la largeur du bain d'enduction n'influe pas sur la couche limite développée dans le bain, ne présente pas de vortex de circulation proche de la zone d'enduction et reste stationnaire. Ce constat est important pour l'analyse de nos essais expérimentaux car le passage du filament dans la cuve d'eau n'est pas centré. Cette analyse permet d'assurer un développement égal de la couche limite autour du filament que la dimension latérale locale soit de 1 cm ou de 3 cm. Nous allons donc maintenant quantifier l'épaisseur de la couche limite pour différentes valeurs de  $u/V_{\text{filament}}$  en fonction des paramètres (V, H, R) afin d'estimer l'épaisseur de fluide efficace venant en butée contre le ménisque dynamique en enduction pour former l'épaisseur de fluide emportée.

#### *3.2.4 DETERMINATION DE LA COUCHE LIMITE DEVELOPPEE EN ENDUCTION A L'EAU*

Les simulations des bains d'enduction à l'eau ont été réalisées pour un filament de rayon de  $120\ \mu\text{m}$ , pour des profondeurs de bain de 10 mm à 40 mm et pour des vitesses allant de 0,5 m/s à 4,0 m/s. C'est donc cette gamme de paramètres que nous testons. De plus, l'influence du rayon du filament sur l'épaisseur de couche limite va également être testée afin de poser les bases de l'analyse de l'influence du rayon du filament sur l'épaisseur enduite et des existences de régimes en enduction.

La première influence du changement de la vitesse de défilement du filament est la variation du nombre de Reynolds. La gamme de vitesses que nous évaluons ici de 0,5 m/s à 4,0 m/s permet de rester dans une gamme de nombre de Reynolds qui engendre un écoulement laminaire de  $Re_T = 60$  à  $Re_T = 480$  pour  $Re_L$  de  $1.10^4$  à  $1,6.10^5$ . La détermination de la couche limite est réalisée pour 10%, 20% et 50% de la vitesse du filament, l'énergie des couches

limites inférieures à 10% pouvant être trop faible pour ne pas être influencées par les écoulements environnant la couche limite. La figure 3-9 représente ces épaisseurs relevées en fonction du paramètre de couche limite  $\delta$ , décrit par l'équation 3.3 afin de vérifier si le comportement de la couche visqueuse déplacée est similaire à celle décrite par Blasius.

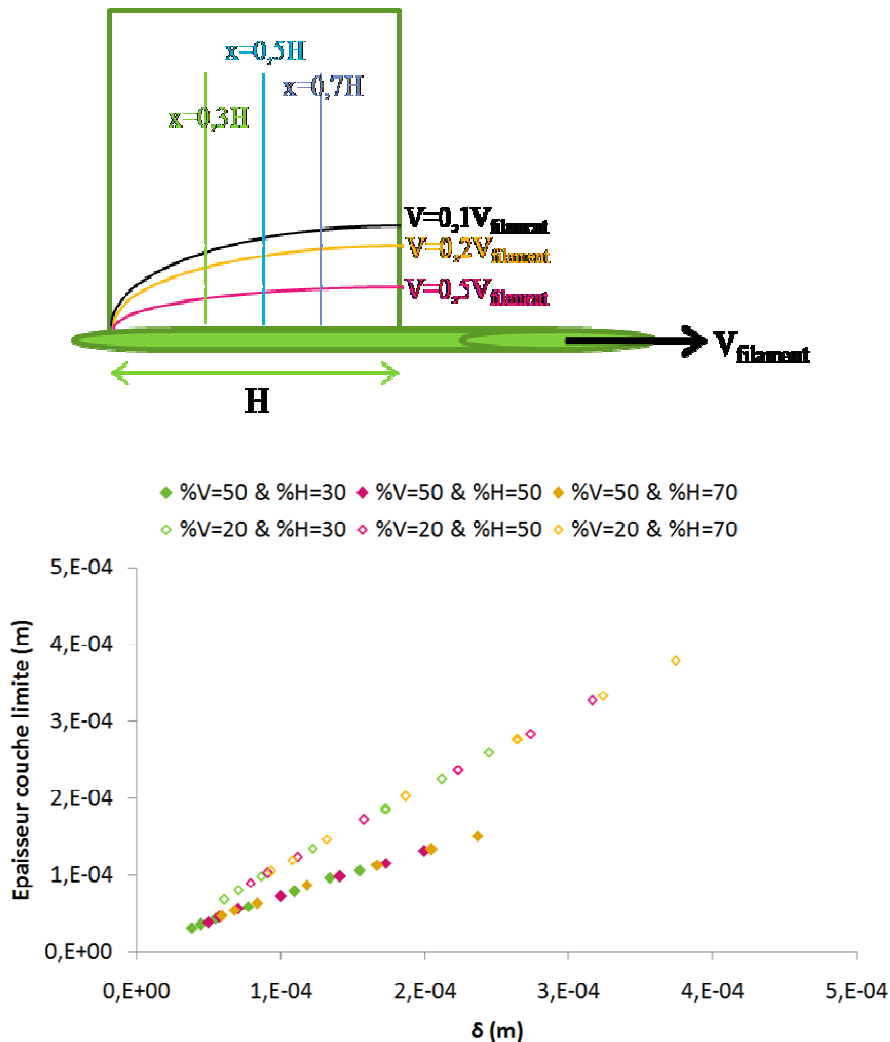


Figure 3-9 – Couche limite relevée à  $x=30\%H$ ,  $50\%H$  et  $70\%H$  pour  $v=20\%V_{\text{filament}}$  et  $v=50\%V_{\text{filament}}$  de  $V_{\text{filament}}=0,5\text{m/s}$  à  $4,0\text{m/s}$  et de  $h=10\text{mm}$  à  $H=40\text{mm}$

Cette analyse nous confirme une influence de la vitesse sur l'établissement de la couche limite. Plus la vitesse du filament augmente, plus la couche limite est faible notamment à cause du temps de passage du filament dans le bain qui diminue. De la même façon, l'augmentation de  $H$  va permettre une augmentation de l'épaisseur de couche limite par l'augmentation du temps de passage dans le bain. L'épaisseur de la couche limite présente une dépendance en  $\sqrt{H}/\sqrt{V}$  comme pour le modèle théorique de Blasius. Nous trouvons que

l'épaisseur de couche limite suit bien une loi de type Blasius par la linéarité avec le paramètre de couche limite  $\delta$  (cf figure 3-9).

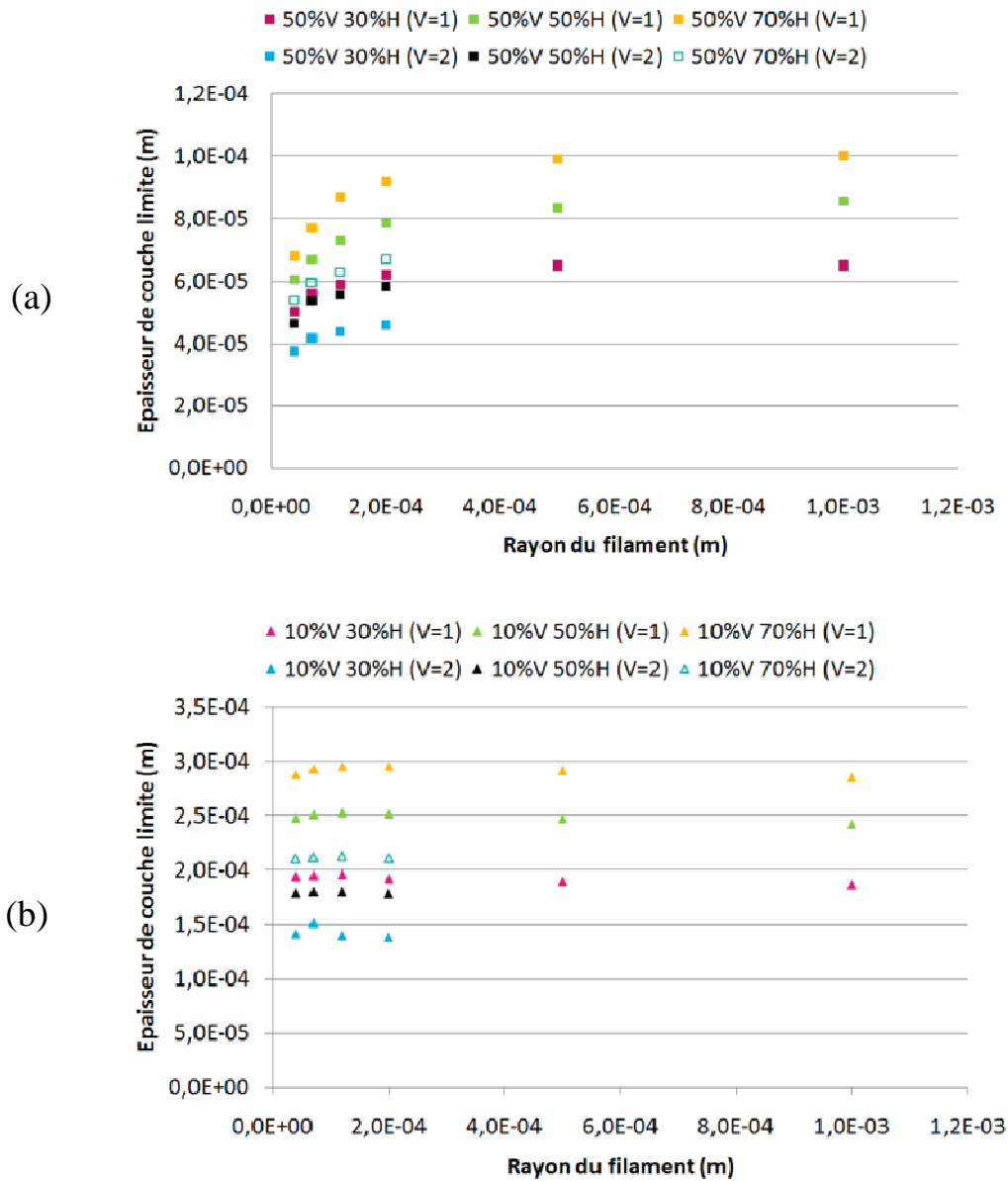


Figure 3-10 – Influence du rayon du filament sur la couche limite (a) pour  $V=0,5V_{\text{filament}}$  et (b) pour  $V=0,1V_{\text{filament}}$

Ensuite, nous testons l'influence du rayon du filament sur le développement de la couche limite. Il est raisonnable de penser que plus le rayon du filament sera grand, plus le comportement de la couche limite tendra vers la couche développée pour une plaque pour un bain d'enduction. L'étude de l'influence du rayon sur l'épaisseur de la couche limite développée est effectuée pour les rayons suivants :  $R=40 \mu\text{m}$ ,  $R=70 \mu\text{m}$ ,  $R=120 \mu\text{m}$ ,  $R=200 \mu\text{m}$ ,  $R=500 \mu\text{m}$  et  $R=1000 \mu\text{m}$ . Nous remarquons que l'épaisseur de la couche limite développée pour  $v=0,5V_{\text{filament}}$  (cf figure 3-10(a)) augmente bien avec le rayon et que cette



croissance tend vers une asymptote, quelle que soit la profondeur. Cependant, nous remarquons que l'épaisseur de la couche limite développée reste stagnante pour la partie de la couche faiblement dynamique (cf. figure 3-10(b)). Nous en déduisons que l'effet de bain confiné entre ici en jeu et que la stagnation de l'épaisseur de couche limite est due aux recirculations dans le bain venant alimenter la couche limite et l'épaississant. Il apparaît donc que dans nos analyses sur l'influence des couches limites sur la formation du ménisque dynamique, nous allons devoir différencier la partie intense de la couche limite qui dépend du rayon du filament et la couche limite complète d'enduction qui elle semble invariante selon le rayon d'enduction.

De cette analyse, nous en retirons sur l'épaisseur de la couche limite que compte tenu des dimensions des bains d'enduction et des variables que nous avons testées, la couche limite sera :

- plus importante pour un bain profond
- plus petite mais plus intense avec l'augmentation de la vitesse
- plus petite pour un petit rayon pour la partie de la couche intense et de même épaisseur pour les couches peu intenses quel que soit le rayon.

Suite à ces connaissances dans une configuration monophasique et simplifiée, nous allons maintenant détailler le développement du ménisque dynamique le long d'un filament en mouvement ainsi que l'épaisseur qui s'en échappe en fonction des paramètres d'enduction.

### **3.3 REGIMES EN ENDUCTION DE FIBRES**

Nous allons commencer à détailler les phénomènes connus d'enduction et les résultats du travail de thèse en nous basant sur le ménisque dynamique formé et l'épaisseur de fluide emportée. Afin d'entamer cette partie de notre travail, une recherche bibliographique sur l'enduction en général et plus particulièrement sur l'enduction de fibres est effectuée. Les premières études recensées datent du début du XX<sup>ème</sup> [GOU22], [LAN42], [DER43] et concernent l'enduction de plaques. Depuis de nombreux travaux ont été réalisés principalement pour la transposition de la théorie LLD à l'enduction de fibres [BRE61], [WHI66]. Puis, des travaux concernant les plus grandes vitesses d'enduction ont été traités [RYC96], [REB99], [REB00], [REB02], [RUC01], [BEE04]. Nous allons donc détailler les principaux résultats de ces études puis nous concentrer sur les résultats expérimentaux et numériques de nos travaux.

### 3.3.1 LA THÉORIE LLD

Les pionniers dans l'étude de l'enduction de plaques par de l'eau furent pour l'approche expérimentale : Goucher et Ward [GOU22] et pour l'approche théorique : Landau & Levich en 1942 [LAN42] et Derjaguin en 1943 [DER43] qui étudièrent le retrait d'une plaque hors d'un bain rempli d'eau à faible vitesse. Les études qui ont suivies concernaient l'amélioration et l'étendue de la validité de la loi « LLD » qu'ils avaient proposé.

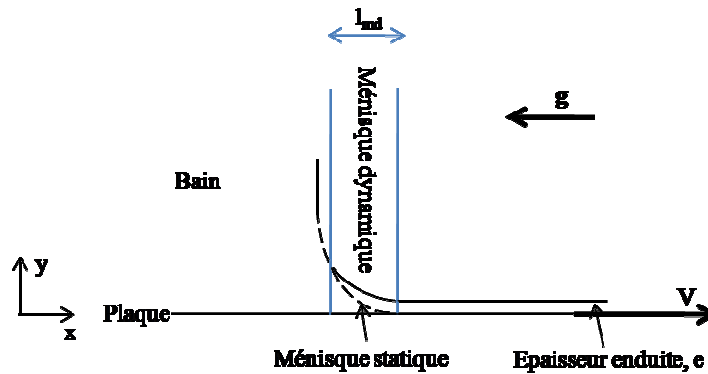


Figure 3-11 – Représentation du ménisque statique, du ménisque dynamique en enduction à faible vitesse et de l'épaisseur emportée

Leur théorie se base sur le fait qu'à faibles vitesses, le ménisque statique inhérent au contact d'un solide à l'interface d'un bain de fluide, n'est que faiblement déformé par le mouvement du solide. La mise en mouvement du solide forme par l'adhérence du fluide à la plaque et des contraintes de viscosité, une couche limite qui vient en butée contre le ménisque statique et forme un ménisque dynamique duquel s'échappe un fin film de fluide (cf. figure 3-11). Dans cette configuration, il est possible de considérer que le flux généré est unidirectionnel suivant x dans la couche limite, dans le ménisque dynamique et dans l'épaisseur de fluide s'échappant du ménisque. Dans ces conditions, l'épaisseur emportée est fine et l'écoulement à l'intérieur des couches est de type Poiseuille. L'approximation de lubrification peut donc être appliquée et l'écriture de l'équation de Navier-Stokes (2.2) est alors simplifiée (3.5).

$$\eta \frac{\partial^2 v_y}{\partial y^2} = -\gamma \frac{\partial^3 h(x)}{\partial x^3} + \rho g \quad (3.5)$$

où  $\eta$  est la viscosité du fluide,  $\gamma$  la tension de surface liquide/atmosphère,  $h(x)$  la fonction décrivant l'interface liquide/atmosphère en fonction de x,  $\rho$  la masse volumique du fluide et  $g$  l'accélération de la pesanteur.

Dans la résolution de ce problème de mécanique des fluides, l'épaisseur emportée par la plaque est recherchée et la résolution est proposée en deux temps. Dans un premier temps, une analyse de l'écoulement dans l'épaisseur emportée est possible. Dans cette épaisseur, l'équation 3.5 est soluble en considérant les hypothèses précédentes et les conditions limites suivantes :

- le fluide adhère au solide donc  $v_y(y=0)=V$
- à l'interface liquide/atmosphère la vitesse est nulle donc  $v_y(y=e)=0$

Un profil parabolique est trouvé pour décrire l'évolution de la vitesse dans l'épaisseur enduite et la solution suivante est trouvée :

$$v_y(y) = \frac{1}{\eta} \left( -\gamma \frac{\partial^3 h(x)}{\partial x^3} + \rho g \right) \left( \frac{y^2}{2} - yh(x) \right) + V \quad (3.6)$$

En régime stationnaire, il est possible de déterminer le débit massique de fluide à l'intérieur de cette couche (3.7) qui est également le débit de sortie du ménisque dynamique (3.8) en régime stationnaire (soit  $h(x)=e$ ,  $h'=h''=0$  et  $v_y=V$ ).

$$Q = \int_0^{h(x)} v_y(y) dy = h(x)V + \frac{h(x)^3}{3\eta} \left( \gamma \frac{\partial^3 h(x)}{\partial x^3} - \rho g \right) \quad (3.7)$$

$$Q = eV + \frac{\rho g e^3}{3\eta} \quad (3.8)$$

La seconde étape du raisonnement consiste à analyser le point de jonction entre le ménisque dynamique et le ménisque statique. Comme à ce point les deux zones se rejoignent, les pressions exercées en ce point sont les mêmes pour les deux ménisques. Cependant, la position exacte de ce point particulier n'est pas connue, alors Landau, Levich et Derjaguin ont utilisé l'expression de la dérivée seconde de l'interface en ce point particulier pour résoudre le problème (3.9).

$$\left( \frac{\partial^2 h(x)}{\partial x^2} \right)_{h(x) \rightarrow \infty}^{dynamique} = \left( \frac{\partial^2 h(x)}{\partial x^2} \right)_{h(x) \rightarrow 0}^{statique} \quad (3.9)$$

La limite du ménisque statique quand  $h(x)$  tend vers zéro est connue et est égale à  $\sqrt{2}\kappa$  pour un contact avec une plaque mais l'expression de la limite à l'infini du ménisque dynamique impose un changement de variables vers des variables adimensionnées pour résoudre un système d'équations plus simple. Le changement suivant est proposé dans la théorie LLD :

$$h(x) = eY \quad (3.10)$$

$$x = eCa^{-1/3}X \quad (3.11)$$

L'équation (3.8) devient donc, en prenant en compte l'équation (3.7) :

$$Y''' = 3 \frac{1-Y}{Y^3} + \frac{e^2 \kappa^2 Y^3 - 1}{Ca Y^3} \quad (3.12)$$

Ainsi la résolution de l'équation (3.12) permet d'obtenir une expression pour  $Y''$  et la résolution de l'équation 3.9. Se pose alors le problème de la prise en compte ou non du champ de pesanteur alourdissant la résolution de l'équation 3.12. En effet, les forces motrices pour l'advection de fluide hors du bain sont, pour les vitesses considérées, principalement les effets visqueux en opposition avec les forces de rappel : le champ de pesanteur et les effets capillaires. Cependant, les effets du champ de pesanteur peuvent être négligés tant qu'ils restent faibles devant la succion capillaire. Afin de comparer ces effets, il est possible d'estimer le nombre de Bond,  $Bo$  (3.13), qui compare les deux grandeurs caractéristiques de l'écoulement.

$$Bo_{plaque} = \frac{\rho g e^2}{\gamma} \quad (3.13)$$

Pour les faibles vitesses, l'épaisseur déposée étant faible (de l'ordre de la dizaine de micromètres), nous pouvons rapidement conclure à la négligeabilité des effets de la pesanteur sur le fluide enduit ( $e=10\mu\text{m}$  implique  $Bo=1,3 \cdot 10^{-5}$  et  $e=100\mu\text{m}$   $Bo=1,3 \cdot 10^{-3}$ ). L'épaisseur déposée aux faibles vitesses dépend donc uniquement de la dualité des effets de la tension de surface tendant à stabiliser le ménisque statique et ceux de la viscosité tendant à développer un ménisque dynamique large. L'équation 3.12 est alors réduite à son premier terme et l'intégration numérique de cette équation compte tenu des conditions limites permet de trouver une limite à la dérivée seconde de l'interface pour le ménisque dynamique à l'infini (3.14), (3.15) et une expression pour la détermination de l'épaisseur emportée (3.16).

$$\left( \frac{d^2 Y}{dX^2} \right)_{Y \rightarrow \infty}^{dynamique} = 1,34 \quad (3.14)$$

$$\left( \frac{d^2 h(x)}{dx^2} \right)_{h(x) \rightarrow \infty}^{dynamique} = 1,34 \frac{Ca^{2/3}}{e} \quad (3.15)$$

$$e = 0,94\kappa^{-1}Ca^{2/3} \quad (3.16)$$

Cependant, cette loi compte tenu des hypothèses nécessaires à son établissement est à faible domaine d'existence. Elle devient obsolète pour les fluides visqueux dès que les effets de la pesanteur ne sont plus négligeables devant ceux de la tension de surface et pour les fluides peu visqueux dès que les conditions de lubrification ne sont plus respectées.

### 3.3.2 ENDUCTION DE FIBRES

Le premier à s'intéresser à la géométrie cylindrique est Bretherton [BRE61]. Il étudia la vidange d'un tube capillaire et surtout en ce qui concerne notre étude, l'épaisseur résiduelle déposée sur les parois du tube capillaire lors de cette vidange. Soient les conditions limites pour l'épaisseur déposée inverses à celles de l'enduction. Son travail a surtout montré que dans la géométrie cylindrique une autre composante de pression vient s'ajouter dans la résolution LLD. Cette composante est la pression de courbure (ou pression de Laplace) imposée par la géométrie cylindrique du filament (3.17) et modifie l'approche de la limite quand  $h(x)$  tend vers zéro pour le ménisque statique (3.18) (3.19) [WHI65]. Une nouvelle expression est alors établie pour déterminer l'épaisseur de fluide emportée à faibles vitesses par une fibre ou un filament (3.20) par la même procédure que précédemment (3.10), (3.11), (3.12), (3.14).

$$\Delta P_{Laplace} = P - P_{atm} = \gamma \left( \frac{1}{R+e} - \frac{1}{R_c} \right) \approx \gamma \left( \frac{1}{R+e} - \frac{d^2h(x)}{dx^2} \right) \quad (3.17)$$

$$(\Delta P_{Laplace})_{h \rightarrow 0}^{statique} \approx 0 \quad (3.18)$$

$$\left( \frac{d^2h(x)}{dx^2} \right)_{h \rightarrow 0}^{statique} \approx \frac{1}{R+e} \quad (3.19)$$

$$e = \frac{1,34RCa^{2/3}}{1 - 1,34Ca^{2/3}} \quad (3.20)$$

Cette expression permet d'estimer l'épaisseur de fluide emportée par une fibre fine et verticale tant que l'écoulement responsable de la formation de cette épaisseur est dirigé uniquement par un équilibre entre la couche visqueuse développée dans le bain (la couche limite) et les forces de rappel capillaire. C'est le **régime visco-capillaire**. Ce régime est limité pour les nombres capillaires inférieurs à  $Ca < 0,64$ . Pour un fluide de faible viscosité, ce régime est conservé jusqu'à ce que l'inertie du fluide ne soit plus négligeable devant les autres forces déterminant l'écoulement. La pression de Laplace déterminant la courbure du

ménisque est alors composée de deux contributions : la pression hydrostatique et l'énergie cinétique (3.21). L'expression pour la détermination de l'épaisseur est alors ajustée (3.22). C'est le *régime visco-inertiel* qui est caractérisé par un épaissement notable du ménisque dynamique et d'une augmentation importante de l'épaisseur emportée sur une faible plage de vitesse.

$$\left(\Delta P_{Laplace} + \frac{1}{2}\rho V^2\right) = \gamma \left(\frac{1}{R+e} - \frac{d^2h(x)}{dx^2}\right) \quad (3.21)$$

$$e = \frac{1}{1 - \beta We} \left(\frac{1,34RCa^{2/3}}{1 - 1,34Ca^{2/3}}\right) \quad (3.22)$$

où  $We = \frac{\rho V^2 R}{\gamma}$  et  $\beta$  est fonction de la profondeur du bain, du rayon du filament et de l'angle d'enduction.

La relation (3.22) a une limite supérieure d'existence pour un nombre de Weber tendant vers 1. De plus, cette expression suggère qu'avec la vitesse de tirage du filament, l'épaisseur augmente de façon brutale jusqu'à  $We = 1$ , soit la vitesse limite  $V^*$  (3.23). Cependant, l'élargissement du ménisque n'est pas infini car les effets capillaires et ceux de la pesanteur agissent pour limiter l'expansion du ménisque dynamique.

$$V^* \sim \sqrt{\frac{\gamma}{\rho R}} \quad (3.23)$$

Pour l'enduction aux grandes vitesses de tirage, plusieurs observations ont été réalisées dans des conditions expérimentales différentes :

- [RYC96] l'épaisseur de fluide aux grandes vitesses est limitée par la couche limite arrivant en pied de ménisque. Comme la couche limite diminue avec la vitesse de tirage augmentant, l'épaisseur enduite suit un comportement de type couche limite dont le préfacteur est trouvé égal à  $1,3 \pm 0,1$  pour de l'eau pour un filament de rayon de  $110 \mu\text{m}$ .
- [REB00], [REB02] dès que  $Ca > 0,03$ , l'enduction est constante quelle que soit la vitesse de tirage pour de l'eau et pour un rayon de fibre de  $27 \mu\text{m}$ . Aux grandes vitesses, le filament atteint un maximum de quantité de fluide emportable. Dans cette configuration, les effets de gravité et d'inertie dominent l'écoulement devant les effets

capillaires. Cependant, un calcul du nombre de Bond permet de conclure que l'écoulement est strictement inertiel dans ce cas.

- [BEE04] aux grandes vitesses, pour un fluide visqueux de l'air se trouve transporté à l'entrée inférieure du filament dans le bain de fluide et vient perturber l'écoulement par le piégeage d'air le long du filament.

Ces observations ne permettent pas l'établissement d'un comportement unique, nous allons donc étudier l'enduction de filaments sur l'ensemble de la plage de vitesses afin de déterminer les régimes observés pour nos fluides. Pour cela, nous devons valider les outils expérimentaux et numériques détaillés dans le chapitre 2 grâce à la théorie LLD appliquée aux filaments.

### *3.3.3 VALIDATION DES APPROCHES PROPOSEES: L'EXPERIMENTAL ET LE NUMERIQUE*

Dans l'approche de l'enduction de filaments que nous proposons dans ce travail deux techniques sont utilisées. La première est l'étude du phénomène d'enduction à grande vitesse par l'appareil expérimental et la seconde par une approche numérique.

#### *3.3.3.1 VALIDATION DE L'APPROCHE EXPERIMENTALE*

Nous utilisons ici l'appareil détaillé précédemment et nous exploitons les expériences réalisées par capture d'images. Sur chaque série, l'analyse d'une seconde de phénomène physique est réalisée (120 images) pour obtenir les résultats présentés. Dans un premier temps, nous comparons les résultats obtenus sur notre appareil à l'expression 3.20 Puis, nous utilisons les résultats de [RYC96] sur l'enduction à l'eau de filaments de 110  $\mu\text{m}$  de rayon pour les comparer aux nôtres, soit l'enduction à l'eau de filaments de 120  $\mu\text{m}$  de rayon.

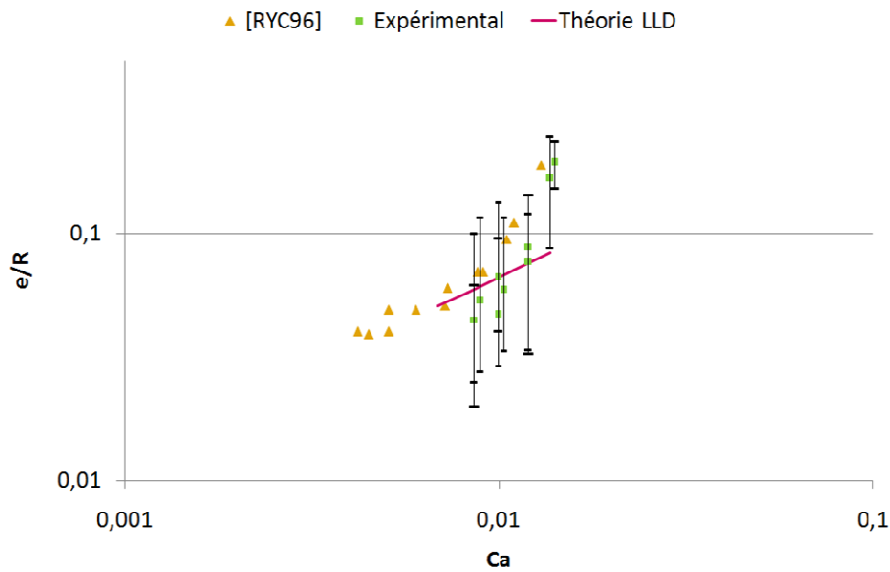


Figure 3-12 – Validation de l'appareil d'enduction laboratoire

L'analyse des résultats des expériences (cf. figure 3-12) nous permet de conclure que la méthode utilisée pour l'étude envisagée permet une représentation de la physique de l'enduction. Cependant, cette méthode ne nous permet pas d'atteindre une précision suffisante pour l'expertise que nous souhaitons entreprendre. Nous utiliserons donc les résultats des essais expérimentaux pour avoir une idée des phénomènes physiques réels occurrents en enduction et l'approche numérique pour analyser et comprendre l'enduction à grande vitesse.

### 3.3.3.2 VALIDATION DE L'APPROCHE NUMÉRIQUE

Nous allons ici détailler la grille de calcul sur laquelle nous réalisons nos simulations numériques pour modéliser l'enduction. Tout d'abord, nous utilisons une définition axisymétrique de l'espace suivant les deux axes ( $x$ ,  $r$ ) où l'axe  $x$  sera l'espace longitudinal selon lequel la profondeur du bain,  $H$ , et la hauteur au-dessus du bain seront définies et où l'axe  $r$  sera l'espace radial défini de  $R$ , le rayon du filament, à  $R_{\max}$  la dimension maximale radiale du bain. Dans le domaine de calcul, nous avons besoin de définir deux zones importantes (1) la zone d'épaisseur déposée le long du filament et (2) la zone interfaciale dans laquelle le ménisque dynamique se développe. La grille de calcul sera donc raffinée dans ces deux zones.



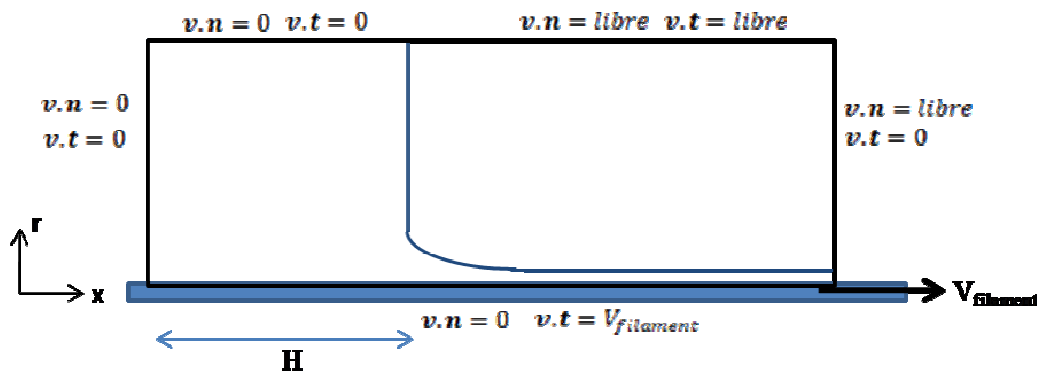


Figure 3-13 – Représentation des conditions limites de l'espace de calcul

En ce qui concerne les conditions limites choisies pour résoudre les équations de Navier-Stokes selon la description 1-fluide, nous imposons (cf figure 3-13) :

- une paroi sur la gauche du domaine
- une condition d'adhérence imposant un mouvement de fluide par entrainement, soit une paroi mobile à  $V=V_{\text{filament}}$  sur la paroi inférieure
- une condition de sortie sur la droite du domaine
- une double condition sectorisée sur la paroi supérieure avec une condition de paroi sur la zone du bain (de 0 à H) et une condition de type Neumann au dessus du bain.

Cette configuration nous permet de rendre compte des différents mouvements de fluides dans le bain mais également au dessus du bain. Nous établissons ensuite une grille calcul raffiné le long de la paroi inférieure et au niveau de l'interface fluide / air. Une étude de convergence du maillage en pas d'espace et en pas de temps a été réalisée afin d'optimiser les calculs numériques. Cette optimisation a conduit à la description suivante pour le domaine de calcul (cf. figure3-14) :

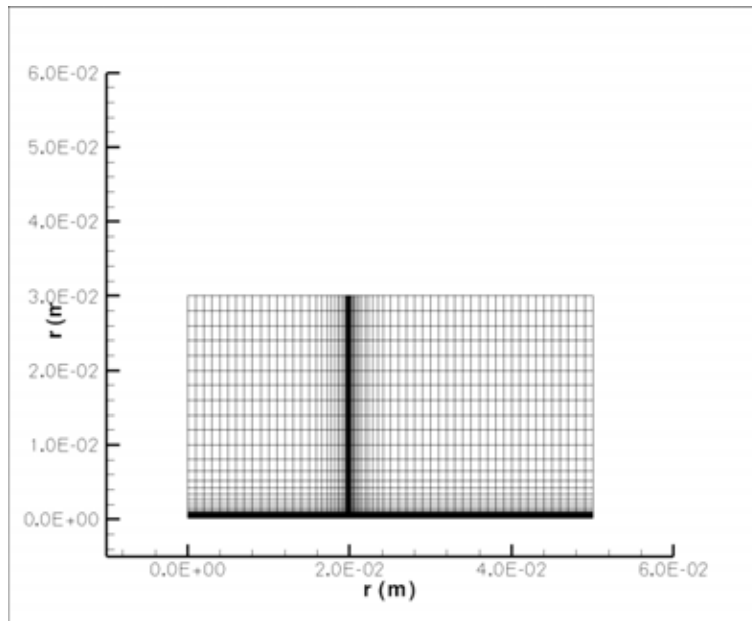


Figure 3-14 – Représentation d’une grille de calcul pour H=20 mm

- selon l’axe x :
  - de 0 à (H - 5 mm) le domaine est décrit par une maille tous les millimètres, le nombre de mailles étant dépendant de H que l’on simule.
  - de (H - 5 mm) à H le domaine est décrit par 30 mailles à rétrécissement exponentiel jusqu’à 10  $\mu\text{m}$ , taille longitudinale de la plus petite maille.
  - de H à (H + 5mm) le domaine est décrit par 30 mailles à agrandissement exponentiel depuis 10  $\mu\text{m}$ , taille longitudinale de la plus petite maille.
  - de (H + 5 mm) à (H + 30 mm) le domaine est décrit par une maille tous les millimètres, le nombre de mailles est de 25.
- selon l’axe r :
  - de R à (R + 0,1 mm) le domaine est décrit par 100 mailles à pas d’espace constant de 1  $\mu\text{m}$
  - de (R + 0,1 mm) à (R + 10 mm), le domaine est décrit par 35 mailles à agrandissement exponentiel depuis 1  $\mu\text{m}$ .
  - de (R + 10mm) à Rmax = 30 mm, le domaine est décrit par 10 mailles de 2 mm de largeur chacune.

Cette configuration permet grâce à la résolution, pour un pas de temps de  $\Delta t = 1.10^{-6}\text{s}$ , par un schéma centré, des équations de Navier-Stokes et de transport (selon les modèles physique et les méthodes numériques détaillées précédemment) d’obtenir les résultats présentés en figure 3-15 pour la validation de la méthode numérique. L’analyse de la faisabilité de la

simulation numérique de l'enduction nous a permis de sélectionner l'utilisation de la méthode VOF-TVD plutôt que VOF-PLIC pour la résolution de l'équation de transport et la définition de l'interface fluide/air dans le domaine de calcul numérique. En effet, la méthode VOF-PLIC est trop contraignante sur la surface libre qu'est le ménisque dynamique. Cette méthode bien que moins diffuse ne permet pas de simuler, l'ensemble des phénomènes occurs en enduction : allongement du ménisque et déstabilisation du ménisque car ces phénomènes ont besoin d'une tolérance en diffusion de l'interface trop importante pour la méthode. La méthode VOF-TVD permettant ce développement a été préférée pour la simulation numérique de l'enduction.

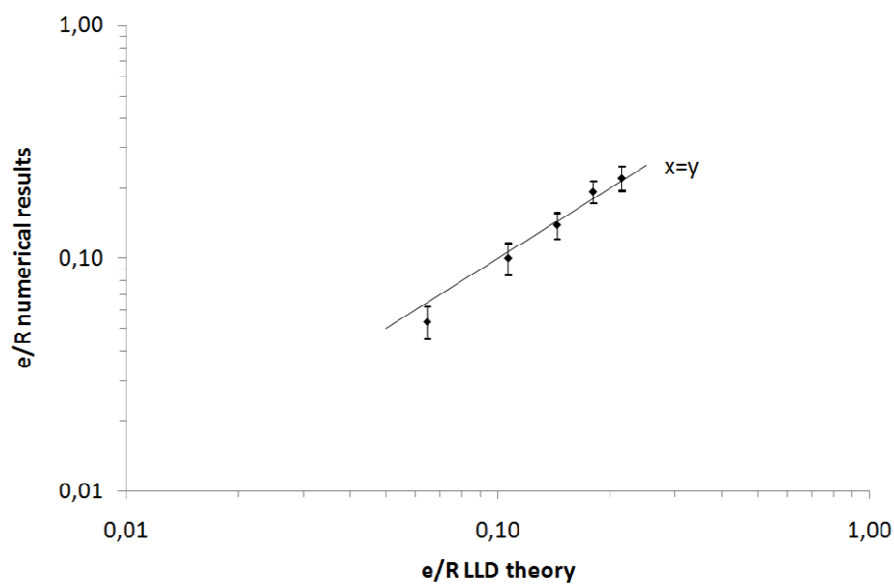


Figure 3-15 – Validation de l'approche numérique par la loi LLD

L'exploitation des données numériques est réalisée par Tecplot pour les représentations du phénomène et les données spécifiques sont obtenues, comme l'épaisseur déposée le long du filament, par des coupes puis les données sont exploitées avec Matlab. Ainsi, pour l'épaisseur déposée, nous obtenons un profil pour l'épaisseur (valeur  $\chi=0,5$  de la fonction de phase du modèle 1-fluide) en fonction du temps pour tous les pas de temps du calcul, ce qui facilite nos exploitations. La validation du numérique a été réalisée par le calcul de la moyenne et de l'écart-type de la courbe  $e=f(t)$  en régime stationnaire pour des valeurs de vitesses, viscosités et tensions de surface de façon à être dans le régime visco-capillaire. Les résultats du calcul présentent des divergences pour le champ de vitesses de l'ordre de  $1.10^{-7}$  à  $1.10^{-6}$ , pour un résidu de  $1.10^{-13}$  à  $1.10^{-15}$ , pour une itération VOF-TVD et une itération du Lagrangien. Compte tenu de la faible valeur de la divergence, nous n'imposons pas plus d'itérations du Lagrangien augmenté.

L'analyse de la figure 3-15 nous permet de conclure que la représentation numérique du phénomène d'enduction est fidèle à la réalité physique en ce qui concerne l'épaisseur de fluide emportée. Nous notons que pour des épaisseurs trop fine ( $e/R < 0.05$ ), la solution numérique semble sous-évaluer la physique d'emport. Ce résultat est principalement dû au fait que nous avons besoin d'une description macroscopique du phénomène pour une analyse de résultats microscopiques. Si nous tenions à identifier des phénomènes aux très petits nombres capillaires, nous aurions besoin de redéfinir la grille de calcul afin de pouvoir mieux représenter les épaisseurs fines emportées. Cependant, notre intérêt étant porté sur les grandes vitesses d'enduction et donc les grands ratios  $e/R$ , nous utilisons la configuration décrite pour réaliser notre étude.

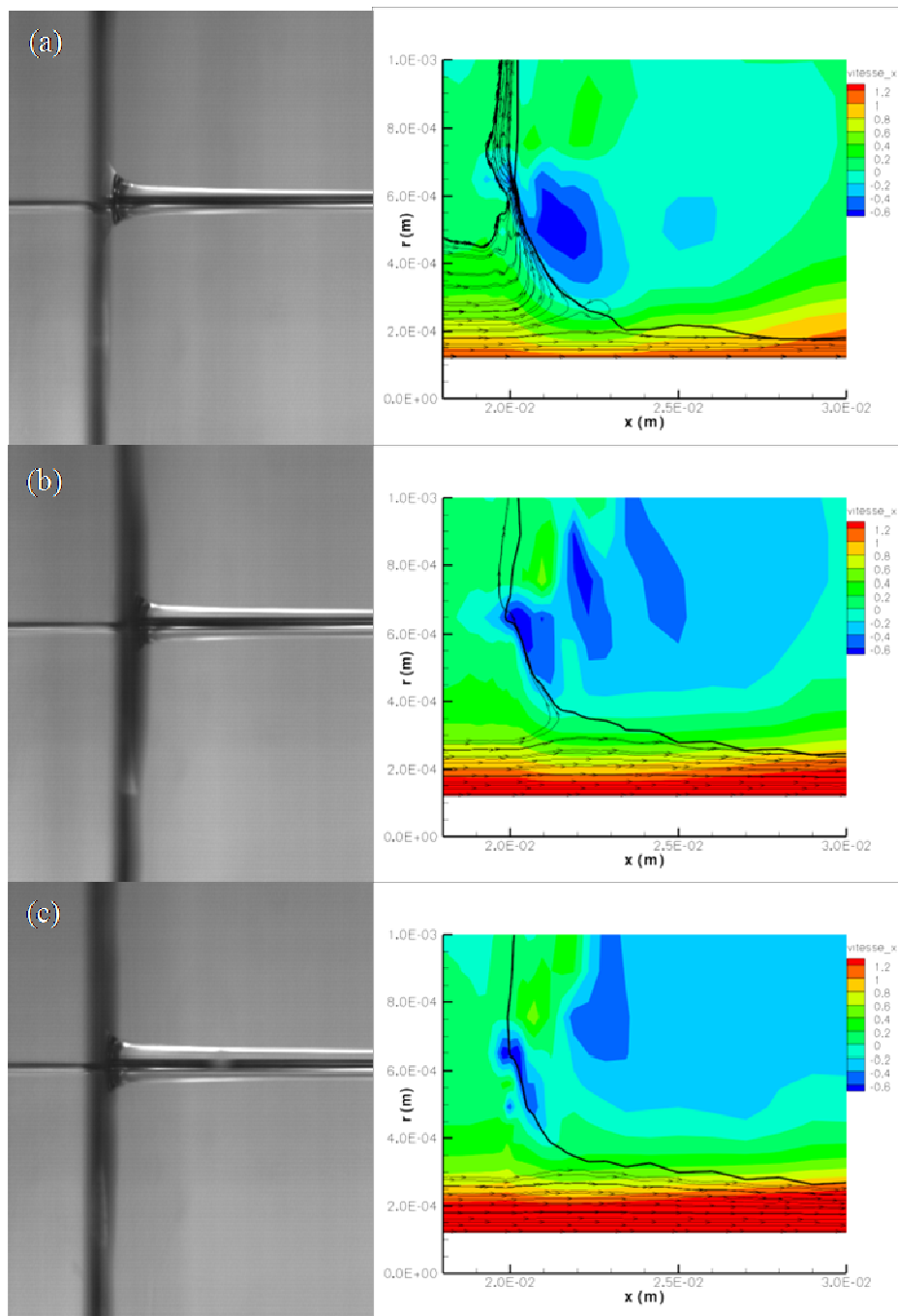
### **3.4 COMPORTEMENT DU MÉNISQUE DYNAMIQUE**

Dans cette section, nous allons étudier la forme et l'épaisseur du ménisque dynamique en cours d'enduction. En effet, nous avons vu par la description des travaux fondateurs des théories sur l'enduction de fibres [LAN42], [DER43], [BRE61], [WHI65] que c'est la formation du ménisque dynamique par le mouvement du filament qui permet l'établissement de l'épaisseur emportée,  $e$ .

#### *3.4.1 MÉNISQUE DYNAMIQUE ET RÉGIMES*

Afin d'entamer cette étude, nous considérons dans un premier temps l'enduction d'un filament de rayon de  $120 \mu\text{m}$  et une profondeur de bain arbitraire de  $H=20 \text{ mm}$ . La figure 3-16 nous permet de nous rendre compte de l'épaississement du ménisque dynamique avec la vitesse de défilement du filament bien que la couche limite développée dans le bain soit décroissante. Cela vient du fait que pour ces vitesses, le flux de quantité de mouvement par l'inertie est de plus en plus présent dans l'écoulement et devient prépondérant par rapport aux forces de rappel capillaire [REB02] qui tendent à limiter le développement du ménisque dynamique. L'observation des représentations numériques de ces ménisques dynamiques pour les mêmes grandeurs de représentation (même échelle pour la vitesse selon l'axe  $x$  et même ancrage pour la représentation des lignes de courant) nous permettent de mettre en évidence cet effet de l'inertie. Pour une vitesse d'enduction à  $1,2 \text{ m/s}$ , ces effets émergent ( $We = 3,4$ ) et nous constatons que la couche limite est divisée en trois zones avec des actions différentes. La première zone est la partie transmise vers l'épaisseur enduite et est la partie la plus énergétique de la couche limite. La seconde zone de cette couche est celle suffisamment énergétique pour pouvoir pénétrer dans le ménisque dynamique mais qui est drainée par les

forces de rappel capillaire et reflue en pied de ménisque. La troisième et dernière zone étant celle de faible énergie qui participe directement à la recirculation du flux dans le bain.



**Figure 3-16 - Ménisque expérimental et ménisque numérique pour (a)  $V = 1,2$  m/s, (b)  $V = 1,8$  m/s et (c)  $V = 2,6$  m/s**

L'augmentation de la vitesse va se faire en faveur de l'épaississement de la première zone qui va finir par englober les autres, devenir unique et d'épaisseur équivalente à celle de la couche limite développée dans le bain. Ces propos sont étayés par les représentations de la fonction courant qui présentent trois zones distinctes pour  $V = 1,2$  m/s ( $We = 3,4$ ), trois zones dont la

plus énergétique est prépondérante pour  $V = 1,8 \text{ m/s}$  ( $We = 9,5$ ) et une zone unique pour  $V = 2,6 \text{ m/s}$  ( $We = 21$ ) (cf figure 3-16).

Suite à ces remarques, nous comprenons bien que l'enduction de fibres passe par plusieurs régimes pour une plage de vitesses complète. L'ensemble des régimes est représenté sur la figure 3-17 par le biais de la représentation du ménisque dynamique. Cette figure représente la courbure du ménisque pour différentes vitesses de tirage du filament. Nous constatons que pour les petites vitesses, le ménisque dynamique est faiblement déformé par la mise en mouvement du filament et qu'une fine épaisseur de fluide est advectée en sortie de ménisque conformément à la théorie LLD. A partir d'une vitesse de  $1 \text{ m/s}$  ( $Ca = 1,3 \cdot 10^{-2}$ ,  $We = 2$ ), le ménisque s'épaissit par l'action de l'inertie du fluide entrant dans le ménisque dynamique. Cet épaississement n'est pas infini et l'épaisseur du ménisque dynamique reste stable pour une plage de vitesses déterminée. En effet, la figure 3-17 nous permet de constater que les ménisques dynamiques de  $V=2,6 \text{ m/s}$  et  $V=4,0 \text{ m/s}$  sont d'épaisseurs équivalentes ce qui valide l'existence d'un plateau asymptotique d'emport de fluide [REB02]. De plus, l'analyse de cette figure nous permet également de valider les observations de [RYC96] car les ménisques dynamiques de  $V=1,8 \text{ m/s}$  et  $V=5,0 \text{ m/s}$  sont identiques ce qui indique une diminution de l'épaisseur du ménisque pour les très grandes vitesses.

Cela signifie donc que l'évolution de l'épaisseur du ménisque dynamique évolue selon quatre régimes :

- le **régime visco-capillaire** dans lequel un équilibre se crée entre les effets antagonistes de la viscosité et la tension de surface, cette dernière étant prédominante car les épaisseurs déposées sont fines.
- le **régime visco-inertiel** dans lequel les effets d'inertie émergent conduisant à l'épaississement du ménisque dynamique sur une plage de vitesse limitée. Cet épaississement va de paire avec la division du flux entrant dans le ménisque dynamique en trois zones : une transmise, une drainée et une recirculante qui tendent vers une transmission totale de ce flux.
- le **régime asymptotique** dans lequel les effets d'inertie dominant l'écoulement et la formation du ménisque dynamique. L'épaisseur du ménisque dynamique est constante dans ce régime.
- le **régime de couche limite** dans lequel les effets d'inertie dominant toujours l'écoulement mais pour lequel le flux entrant dans le ménisque dynamique devient

égal aux couches limites développées dans le bain. L'épaisseur du ménisque diminue avec la vitesse de défilement du filament augmentant.

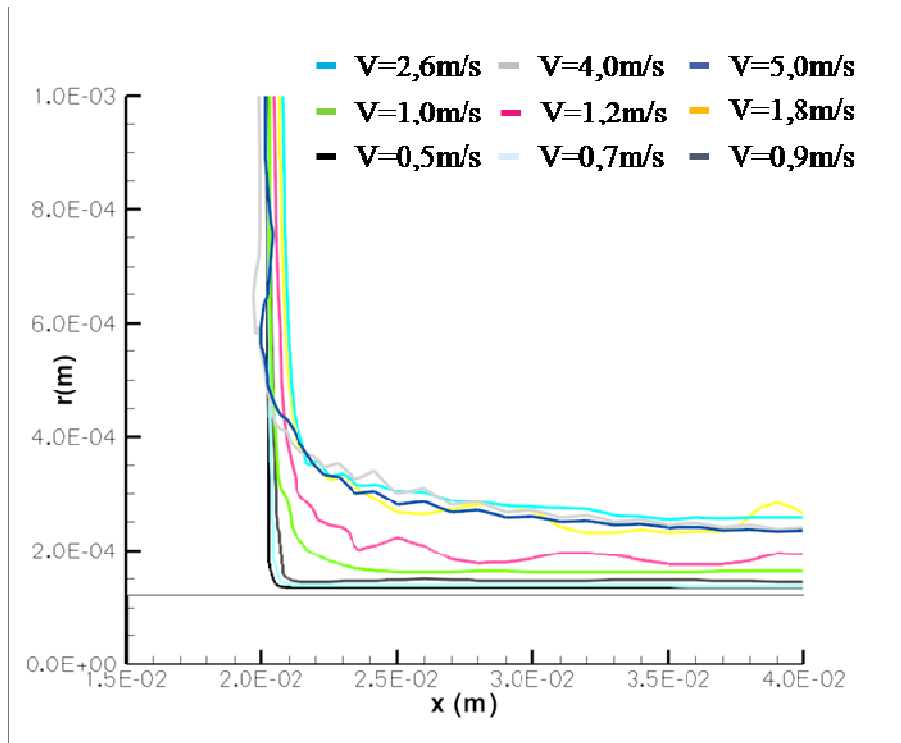
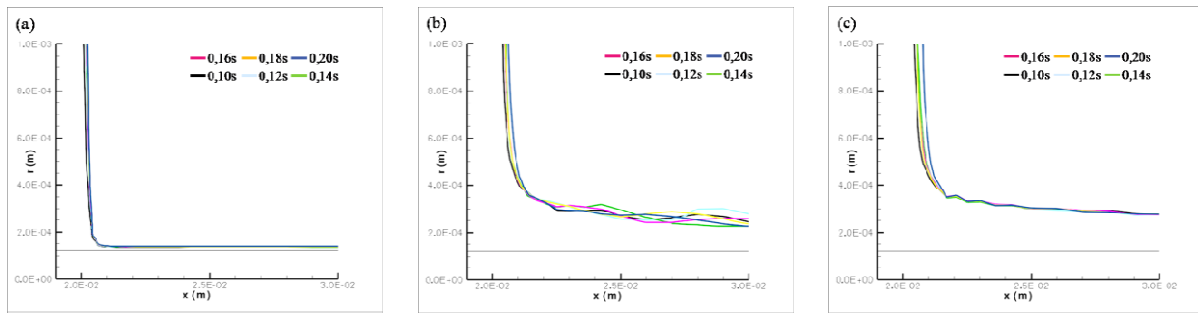


Figure 3-17 – Ménisques dynamiques pour des enduction à  $R=120\ \mu\text{m}$ ,  $H=20\ \text{mm}$  pour des vitesses de  $v=1,0\ \text{m/s}$  à  $5,0\ \text{m/s}$

Ainsi nous avons pu identifier quatre régimes en enduction et les régimes aux grandes vitesses sont caractérisés par deux régimes : un d'épaisseur constante d'emport avec la vitesse de tirage et un d'épaisseur décroissante avec la vitesse de tirage. L'existence du régime asymptotique d'emport est un avantage par rapport à l'application que nous visons, car la vitesse de défilement du filament, une fois réglée, on peut se permettre de faibles écarts par rapport à la vitesse moyenne choisie sans porter à conséquences sur l'épaisseur emportée, contrairement au régime visco-inertiel.

### 3.4.2 MÉNISQUE DYNAMIQUE ET ÉCOULEMENT

L'étude du ménisque dynamique en fonction de la vitesse nous a également permis de constater que pour certains régimes, le ménisque dynamique n'est pas stable au cours du temps. En effet, si l'on compare la forme du ménisque dynamique au cours du temps entre le régime visco-capillaire, le régime visco-inertiel et le régime asymptotique comme proposé en figure 3-18, nous constatons que le régime visco-inertiel est marqué par de fortes déstabilisations du ménisque au cours du temps entraînant des expulsions d'excroissances hors du ménisque dynamique appelées expulsions sporadiques [QUE96], [REB02].



**Figure 3-18 – Evolution au cours du temps du ménisque dynamique pour différents régimes (a)  $V=0,7\text{m/s}$  régime visco-capillaire, (b)  $V=1,8\text{m/s}$  régime visco-inertiel et (c)  $V=2,6\text{m/s}$  régime asymptotique**

Ces expulsions sporadiques sont observées à partir du régime visco-inertiel, nous en déduisons donc qu'elles sont intimement liées à l'émergence des forces inertielles qui entrent en compétition avec les forces de rappel capillaire pour l'imposition de la courbure du ménisque dynamique. Comme nous l'avons expliqué précédemment, le flux généré dans ce régime impose une expansion du ménisque dynamique ce qui permet à une plus grande quantité de fluide de s'échapper du bain (cf. figure 3-19(a)). Mais la quantité de fluide mise en mouvement dans le bain est toujours plus étendue que le fluide s'échappant par le ménisque. De la matière est alors temporairement accumulée en pied de ménisque (l'épaisseur drainée du flux entrant dans le ménisque) et participe à l'élargissement du ménisque dynamique à sa base (cf. figure 3-19(b)). Or le phénomène d'enduction étant continu, cette matière accumulée en pied de ménisque ne peut pas être évacuée vers le bain. Elle se retrouve donc piégée et une nouvelle modification du rayon de courbure en pied de ménisque intervient le rendant plus épais et plus long. Mais cette expansion présente un large gradient de vitesse entre l'interface fluide/atmosphère et la partie du flux entrant dans le ménisque directement transmis. Cette zone est donc faiblement énergétique et les forces de tension superficielle agissent sur l'interface pour diminuer la surface extérieure du manchon de fluide formant ainsi une goutte qui est advectée par le filament (cf. figure 3-19(c) à (e)). Ces gouttes sont d'autant plus larges que le bain d'enduction est profond (cf. figure 3-19(e) et (f)). Le phénomène est donc lié au développement de la couche limite et la dimension maximale possible pour les expulsions sera l'épaisseur de la couche limite.

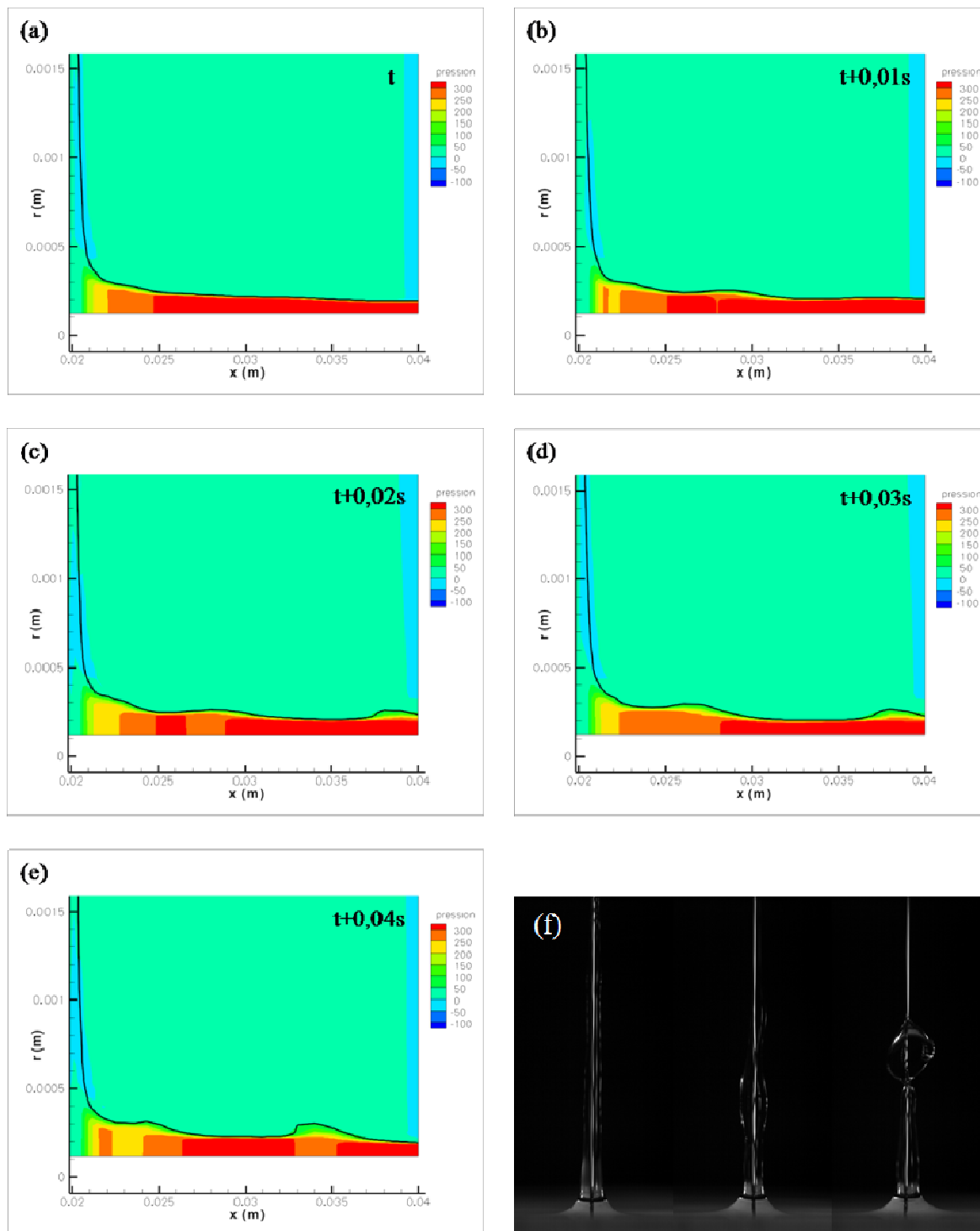
Nous constatons que la formation de gouttes expulsées du ménisque permet la relaxation des contraintes radiales subies par le manchon de fluide (cf. figure 3-19). L'action des forces de tensions de surface est donc bien le moteur de la formation de ces gouttes malgré le flux interne du manchon de fluide. De plus, la forme des gouttes expulsées nous renseigne sur leur déplacement. En effet, les représentations numériques nous permettent de constater que les



gouttes étant larges possèdent un fort gradient de vitesse interne et la zone la plus éloignée du filament se trouve ralentie par rapport à la vitesse du filament à cause du champ gravitaire qui agit sur ces excroissances et des dissipations visqueuses dans la couche de fluide. L'existence de ce gradient va générer un retard de la goutte (par rapport à sa position si elle se déplaçait à la vitesse du filament) qui risque de résulter en la coalescence de plusieurs gouttes qui finiront par retomber dans le bain. Ce phénomène limite d'ailleurs nos observations expérimentales car les gouttes retombent dans le bain perturbant le ménisque dynamique alors que la dimension d'observation au dessus du bain numérique est limitée et les excroissances sont advectées hors du domaine, évitant l'observation des coalescences. Ce régime est à éviter pour l'application que nous visons.

L'augmentation de la vitesse de défilement du filament laisse moins de temps à l'accumulation de liquide en pied de ménisque pour se développer et la couche accumulée est plus énergétique. De ce fait, le ménisque est continuellement contraint par l'inertie du fluide et est déformé en permanence. Les expulsions sont donc de plus faible amplitude mais plus fréquentes jusqu'à s'annuler à l'entrée dans le régime asymptotique (cf. figure 3-18(c)) qui est marqué par la dominance des effets inertiels.

Suite à cette analyse des différents régimes et de leurs conséquences en enduction de filaments, nous concluons que quatre régimes existent dont un est très fortement perturbé par la présence d'expulsions du ménisque dynamique, le régime visco-inertiel. Nous nous intéressons ensuite à l'épaisseur emportée par le filament pour différents paramètres d'enduction et à la stabilité de la gaine dans l'ensemble des régimes.



**Figure 3-19 – Représentation d’une expulsion sporadique pour une enduction en régime visco-inertiel pour  $R=120\mu\text{m}$  (a) à (e) pour une enduction  $H=20\text{mm}$  en numérique et (f) pour une source profonde expérimentale**

### 3.5 ÉPAISSEUR EMPORTÉE

L'épaisseur emportée par un filament en enduction dépend de la vitesse de défilement du filament comme nous l'avons vu précédemment mais également de la profondeur du bain d'enduction, du rayon du filament et de l'inclinaison entre le filament et la surface du bain appelé angle d'enduction. C'est donc l'ensemble des paramètres que nous allons investiguer ici en évaluant l'influence de ces paramètres non seulement sur l'épaisseur déposée mais également sur sa stabilité. Pour effectuer notre analyse nous nous basons sur les résultats expérimentaux mais également sur l'analyse numérique de l'épaisseur en fonction du temps relevée à 25 mm au dessus de la surface du bain.

#### 3.5.1 ÉPAISSEUR EMPORTEE ET PARAMETRES D'ENDUCTION

##### 3.5.1.1 INFLUENCE DE LA PROFONDEUR DU BAIN

Pour tester l'influence de la profondeur du bain, nous nous basons sur les expériences réalisées pour des profondeurs de 10 mm et de 20 mm et sur les simulations numériques pour des profondeurs équivalentes. Les résultats sont indiqués en figure 3-20 et représentent l'évolution de l'épaisseur adimensionnée par le rayon du filament en fonction du nombre de Weber. Nous adoptons ici cette représentation plutôt qu'une représentation en nombre capillaire car la dualité inertie / tension de surface permet une meilleure analyse du phénomène d'enduction. L'analyse de ces courbes confirme que les simulations numériques permettent une représentation du phénomène physique réel en étant plus précises. Nous nous concentrons donc sur ces résultats pour effectuer nos analyses.

Cette représentation de l'épaisseur adimensionnée en fonction du nombre de Weber permet de constater que nous retrouvons bien les quatre régimes d'enduction (observés au niveau du ménisque dynamique) pour l'épaisseur emportée (cf. figure 3-20). Cette épaisseur est la même quelle que soit la profondeur du bain dans le régime visco-capillaire. Ce constat nous confirme que ce régime est marqué par une prédominance des effets capillaires et les propriétés d'adhésion du fluide au filament permettent l'échappée d'une fine épaisseur de fluide. Puis au-delà de  $We = 1$ , l'entrée dans le régime visco-inertiel voit la différenciation des comportements. En effet, le saut visco-inertiel est plus abrupt pour une profondeur de bain plus importante. La transition entre le régime visco-capillaire et le régime visco-inertiel est observée entre  $V=0,7\text{m/s}$  et  $V=0,9\text{m/s}$ , le critère de l'équation 3.23,  $V^*$ , ici  $V^* = 0,78\text{ m/s}$  peut être conservé pour délimiter les deux premiers régimes. Puis l'épaisseur évolue selon la capacité de transmission de la couche limite grâce à l'augmentation de l'intensité du flux de

quantité de mouvement par inertie du fluide venant contre la courbure du ménisque dynamique jusqu'à l'atteinte d'une déformation maximale. L'entrée dans le régime asymptotique est commune pour toutes les profondeurs et ce régime présente un meilleur ratio  $e/R$  pour un bain plus profond. La transition entre le régime asymptotique et le régime de couche limite est quant à elle marquée par l'égalité entre l'épaisseur emportée et celle de la couche limite efficace développée dans le bain observée pour  $We=20$ .

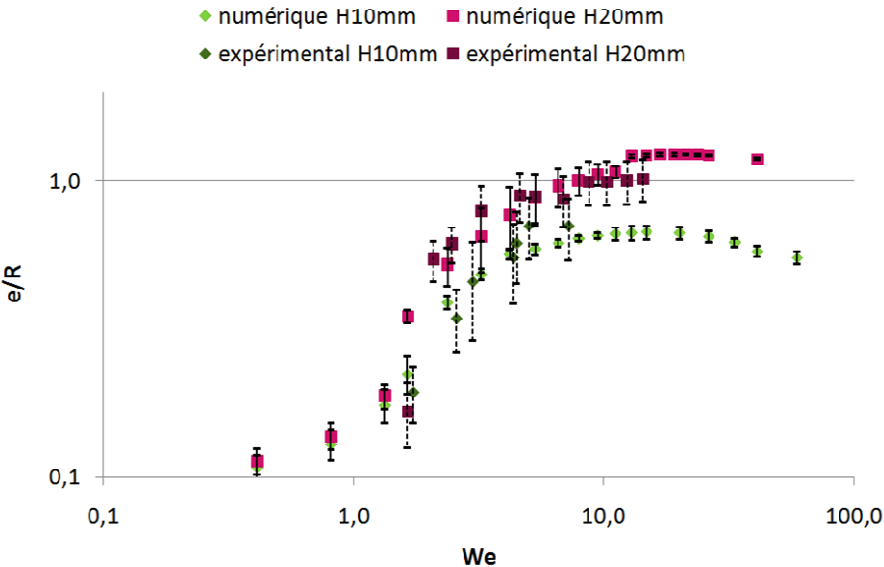


Figure 4-1 – Influence de la profondeur du bain sur l'épaisseur adimensionnée emportée

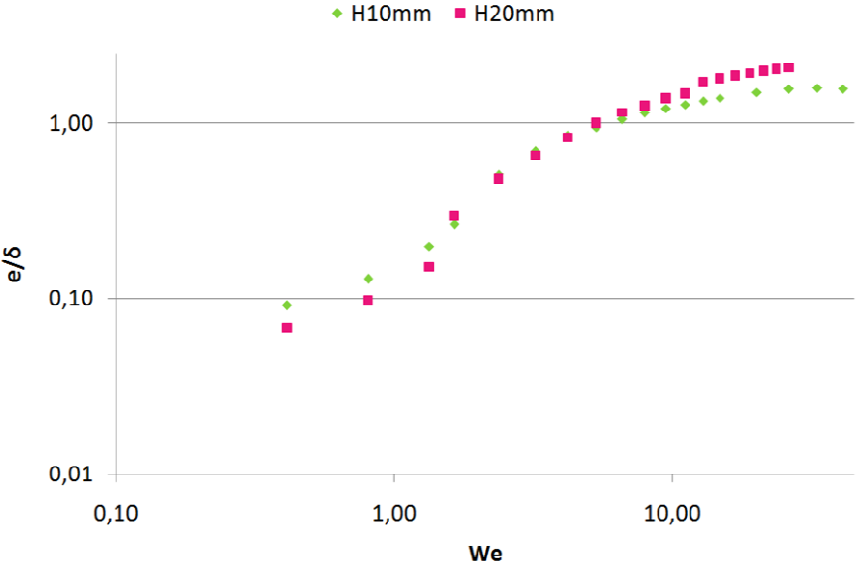


Figure 4-2 – Epaisseur emportée adimensionnée par le paramètre de couche limite en fonction du nombre de Weber

L'émergence de l'inertie permet une meilleure transmission de la part énergétique de la couche limite qui est plus large pour un bain profond. Cet argument est appuyé par la figure 3-21 qui représente l'épaisseur emportée adimensionnée en fonction du nombre de Weber. En effet, pour un nombre de Weber inférieur à 1, le ratio épaisseur emportée / paramètre de couche limite  $\delta$  (3.3) est plus important pour  $H=10$  mm que pour le bain plus profond. Cela signifie bien que l'épaisseur emportée étant la même, la couche limite est plus large pour les bains profonds sans pour autant que cette épaisseur soit efficace pour l'enduction. Puis au delà de  $We = 1$ , les ratios des différentes profondeurs de bain tendent vers un même ratio dans le régime visco-inertiel puis se re-dissocient avant l'entrée dans le régime asymptotique. Ces ratios présentent un comportement asymptotique à l'entrée dans le régime de couche limite. Nous en déduisons qu'avec l'entrée dans le régime asymptotique, la même part efficace de la couche limite est transmise au travers du ménisque dynamique. L'effet géométrique de dimensionnement agit, l'enduction est moins efficace puis la déformation du ménisque tend vers son maximum compte tenu du flux le déformant. L'atteinte de la valeur maximale de la couche limite transmise est obtenue pour  $1,6\delta$  pour  $H=10$ mm et pour  $2,0\delta$  pour  $H=20$ mm.

### 3.5.1.2 INFLUENCE D'UN ANGLE D'ENDUCTION

Maintenant, nous nous intéressons à l'influence de l'angle d'enduction sur l'épaisseur déposée sur un filament de rayon  $120 \mu\text{m}$  pour  $H=10$  mm en fonction du nombre de Weber (cf. figure 3-22). Nous représentons ici les résultats de la simulation numérique pour  $\alpha=90^\circ$  et ceux d'expériences d'enductions réelles pour les autres angles. En effet, les simulations numériques des autres angles nous auraient contraints à la simulation numérique 3D cylindrique du système d'enduction coûteuse en temps de calcul. Nous avons donc préféré nous appuyer sur l'exploitation des résultats des expériences pour appréhender cette influence.

Nous constatons que pour  $65^\circ < \alpha < 90^\circ$ , la diminution de l'angle d'enduction a pour conséquence de permettre un emport de fluide plus important. En effet, si l'on considère les ménisques statiques de ces différentes situations, nous comprenons bien que la diminution de l'angle impose de contraintes sur le ménisque statique qui sont relaxées par son élargissement. Le phénomène se conserve dans l'établissement dynamique du ménisque et l'épaisseur emportée est plus épaisse. Rebouillat et al. [REB99], [REB02] ont montré que dans le régime

visco-capillaire, l'épaisseur emportée sous angle peut être exprimée par la relation 3.23 ce qui confirme nos observations.

$$e = \frac{1}{\sqrt{1 - \cos(\alpha)}} \frac{1,34RCa^{2/3}}{1 - 1,34Ca^{2/3}} \tag{3.23}$$

◆ 45°   ■ 65°   ▲ 78°   ● 90°

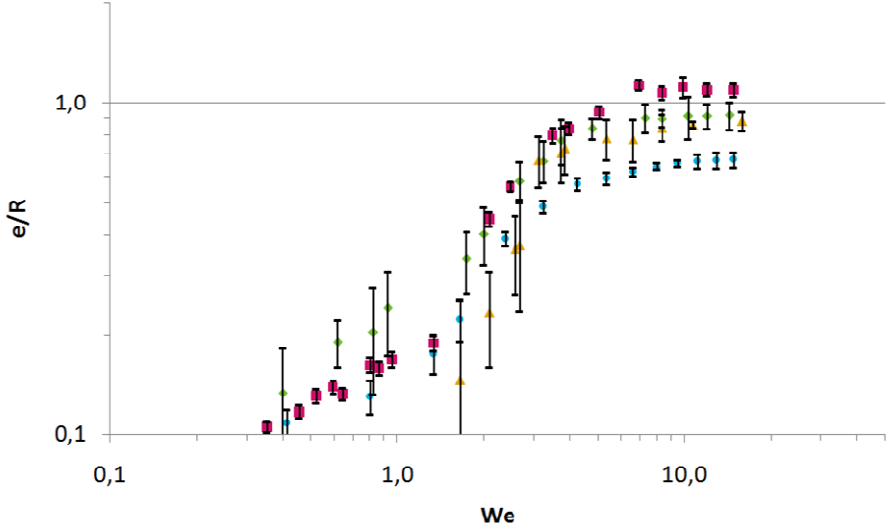


Figure 4-3 – Influence de l'angle d'enduction sur l'épaisseur adimensionnée emportée

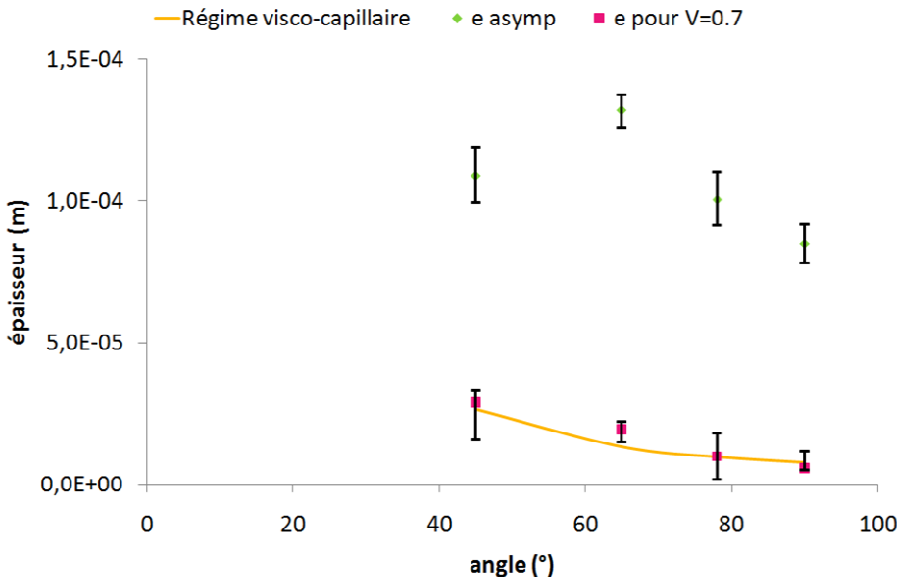


Figure 4-4 – Angle d'enduction et régimes

Cependant, nous notons que l'épaisseur asymptotique emportée pour 45° ne suit pas la tendance observée pour les autres angles. Afin d'étayer nos résultats, nous traçons l'évolution de l'épaisseur emportée en fonction de l'angle d'enduction pour le régime visco-capillaire et le régime asymptotique (cf. figure 3-23). Nous remarquons alors que l'expression 3.23 est

bien valide pour l'ensemble des angles testés aux faibles vitesses d'enduction mais pas pour le régime asymptotique, l'enduction sous angle de 45° crée une rupture de comportement. Nous expliquons ce fait par la géométrie de l'enduction. En effet, pour un angle de 45° aux petites vitesses d'enduction l'épaisseur de fluide emportée est faible et ne concerne que la part énergétique de la couche limite proche du filament en mouvement. L'épaisseur emportée est alors plus importante que pour des angles plus grands compte tenu de l'épaisseur de son ménisque dynamique. Mais pour les régimes aux plus grandes vitesses, la géométrie du système à 45° fait que seule la part énergétique de la couche limite est transmise dans le ménisque dynamique. La part de flux modéré recircule directement dans le bain plutôt que de participer à l'enduction (cf. figure 3-24). Une partie de la couche limite développée est inefficace. Les conséquences sont que l'épaisseur emportée est plus faible mais également que les expulsions sporadiques sont amoindries, l'épaisseur de flux drainée étant limitée ou inexistante. Pour les autres angles testés, nous constatons également cet effet, d'amoindrissement des amplitudes des expulsions sporadiques sans qu'il y ait de conséquences sur l'épaisseur emportée par rapport au phénomène attendu. L'effet de l'angle dans ces cas est positif car il permet d'emporter plus de matière moins déstabilisée à une vitesse donnée.

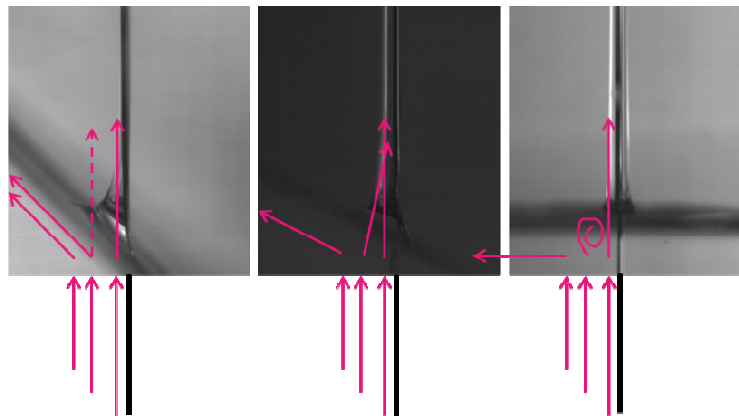


Figure 4-5 – Angle d'enduction et flux

Angle d'enduction	45°	65°	78°	90°
Préfacteur de couche limite	1,9±0,1	2,3±0,1	1,8±0,1	1,6±0,1

Tableau 4-1 – Préfacteur de Blasius déterminant la couche limite transmise en enduction sous angle

Si l'on se base sur les valeurs en fin de régime asymptotique pour ces différentes valeurs d'angles, nous trouvons les valeurs des préfacteurs de Blasius répertoriés dans le tableau 3-2

décrivant l'épaisseur de la couche limite absorbée par le ménisque dynamique et transmise à déformation du ménisque maximale.

Il est à noter que sous angle, l'épaisseur emportée est dissymétrique et que les épaisseurs présentées ici sont les épaisseurs emportée ramenées à une épaisseur équivalente axisymétrique. Pour un emport de fluide plus important à autres paramètres du procédé constants, la diminution de l'angle d'enduction permet l'emport d'une plus grande quantité de fluide et les régimes d'emport sont les mêmes avec les mêmes limites que pour une enduction réalisée à  $90^\circ$ . La dissymétrie générée par une enduction sous angle est également un bon facteur pour la stabilité de la gaine de fluide car nous ne sommes plus dans une configuration de manchon de fluide co-axial avec le filament solide. Les forces de tension de surface sont gênées par cette dissymétrie et leur action est donc moins efficace.

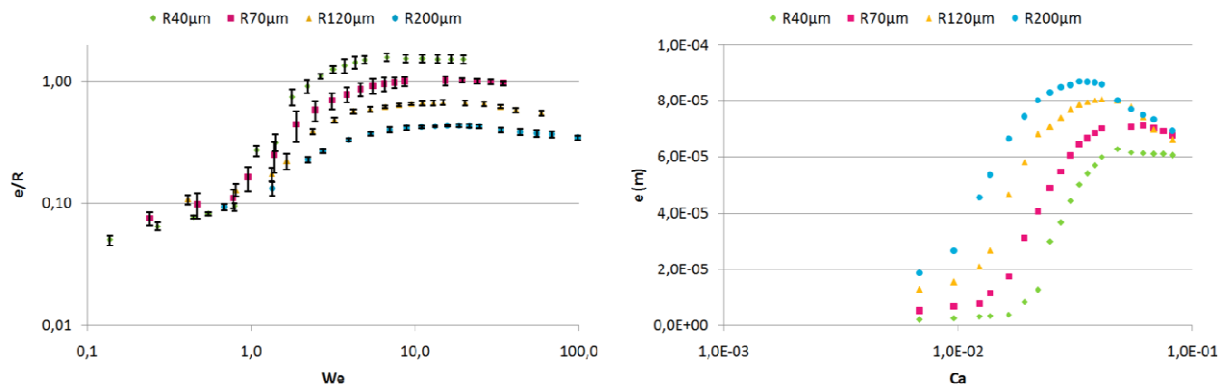
### *3.5.1.3 INFLUENCE DU RAYON DU FILAMENT*

Maintenant, nous testons l'influence du dernier paramètre géométrique de l'enduction : le rayon du filament. En effet, nos essais expérimentaux sont réalisés avec un filament de  $120\ \mu\text{m}$  de rayon, le plus petit filament qui nous permettait une résolution suffisante pour l'exploitation de nos essais mais les élaborations en EGV seront réalisées pour des filaments de carbure de silicium SCS-6 ou SCS-9 soit respectivement  $R=70\ \mu\text{m}$  et  $R=40\ \mu\text{m}$ . Nous réalisons donc notre étude sur l'influence du rayon du filament en enduction pour ces trois rayons et un quatrième que nous choisissons arbitrairement de  $200\ \mu\text{m}$  afin de mieux comprendre l'influence de ce paramètre. Les résultats présentés en figure 3-25(a) et (b) sont ceux pour  $H=10\text{mm}$  et  $\alpha=90^\circ$ .

Nous observons que les quatre régimes su-citées décrivent toujours le phénomène d'enduction mais que leur domaine existence varie avec le rayon du filament. Le régime visco-capillaire est toujours défini jusqu'à  $We=1$  avec des épaisseurs emportées plus faibles pour les petits rayons, les contraintes imposées par la courbure du filament étant plus importantes dans ce cas. Les vitesses de transition sont donc toujours bien définies par la relation 3.23 et sont répertoriées dans le tableau 3-3. Le régime visco-inertiel quant à lui est marqué par différents comportement selon le rayon du filament. Nous notons que le saut du ratio  $e/R$  (cf. figure 3-25(a)) est plus important pour un petit rayon alors que l'épaisseur emportée (cf. figure 3-25(b)) est plus faible. Nous attribuons cette observation à la différence de pression de courbure imposée par les différents rayons. En effet, le ménisque dynamique développé pour le rayon de  $40\ \mu\text{m}$  est beaucoup plus contraint que celui pour le rayon de  $200\ \mu\text{m}$ , donc le flux



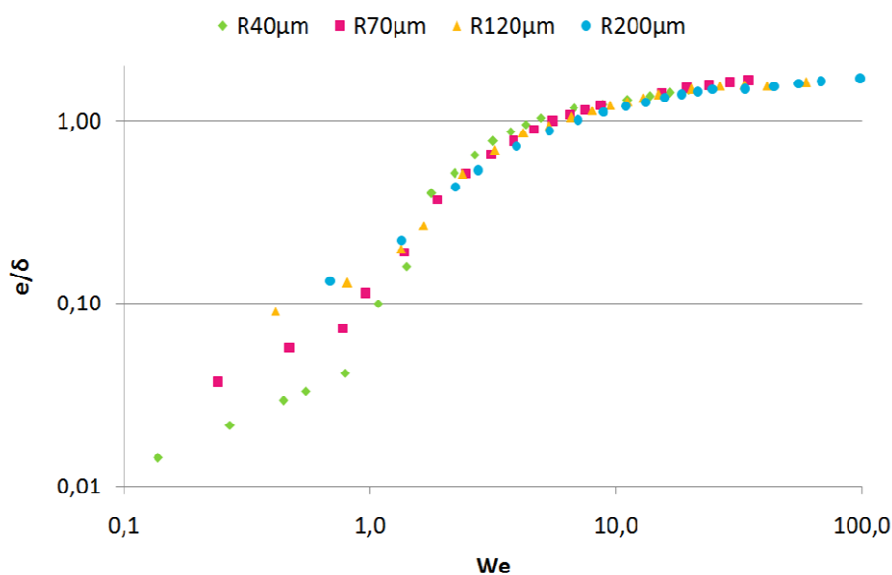
entrant dans le ménisque dynamique doit être plus intense pour permettre sa déformation. La plage de vitesses nécessaire du déclenchement de l'épaississement à l'atteinte du maximum de déformation est donc plus large. L'épaisseur emportée dans ce régime est plus importante pour un grand rayon (cf. figure 3-25) mais le gain en épaisseur,  $\Delta e$ , par l'augmentation du rayon,  $\Delta R$ , est plus faible que  $\Delta R$ , les ratios  $e/R$  sont donc plus importants pour les petits rayons.



**Figure 4-6 – Influence du rayon du filament sur l'épaisseur adimensionnée emportée**

La seconde différence notable apportée par le changement du rayon d'enduction est la plage de maintien du plateau asymptotique d'enduction. Ce plateau est conservé sur une large plage de nombre de vitesses pour les petits rayons car l'épaisseur emportée est plus faible et la jonction avec l'épaisseur de couche limite retardée. La transition entre le régime asymptotique et le régime de couche limite est observée pour  $We=20$ . Nous pouvons donc définir une nouvelle vitesse de transition  $V^{**}$  qui marque la jonction entre le régime asymptotique et le régime de couche limite.

Nous notons qu'aux grandes vitesses dans le régime de couches limites, l'épaisseur emportée tend vers une valeur commune pour l'ensemble des rayons. Nous en déduisons que l'épaisseur efficace des couches limites dans ce régime est la même quel que soit le rayon d'enduction ce qui est confirmé par la figure 3-26 qui représente l'épaisseur emportée adimensionnée par le paramètre de couche limite,  $\delta$ , en fonction du nombre de Weber. Le ratio tend vers une valeur commune de  $1,6\pm 0,1$  pour les différents rayons. Cet argument rejoint nos observations faites lors de l'étude préliminaire pour l'influence du rayon sur le développement des couches limites dans le bain. Les recirculations qui se mettent en place dans le bain d'enduction viennent alimenter la couche limite développée aux grandes vitesses et contribue à l'imposition d'une couche limite similaire selon les différents rayons d'enduction.



**Figure 4-7 – Epaisseur emportée adimensionnée par le paramètre de couche limite en fonction du nombre de Weber pour différents rayons de filament**

Nous en déduisons que l'épaisseur asymptotique qui peut être atteinte en enduction est dépendante de la profondeur du bain et de l'inclinaison réglée pour l'enduction. En effet, pour une configuration donnée ( R, H,  $\alpha$ ), la vitesse de transition  $V^{**}$  (dépendante de R) est calculée et l'épaisseur de couche limite atteinte pour cette vitesse est dépendante de H et de  $\alpha$  par le biais du préfacteur de Blasius. Ce préfacteur est trouvé égal à  $1,6 \pm 0,1$  pour  $H=10\text{mm}$ ,  $2,0 \pm 0,1$  pour  $H=20\text{mm}$  et  $2,2 \pm 0,1$  pour  $H=30\text{mm}$  pour un angle d'enduction de  $90^\circ$ .

<b>Rayon du filament (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>40</b>	<b>70</b>	<b>120</b>	<b>200</b>
<b><math>V^*</math></b>	1,34	1,01	0,78	0,60
<b><math>V^{**}</math> (<math>We=20</math>)</b>	6,0	4,6	3,5	2,7

**Tableau 4-2 – Critères de transition entre les régimes**

L'étude menée sur l'évolution de l'épaisseur d'enduction en fonction des paramètres du procédé, nous a permis de mettre en évidence l'existence universelle de quatre régimes d'enduction. La succession de ces régimes et leur domaine d'existence sur une plage de vitesse sont dépendant du rayon du filament utilisé pour réaliser les enductions. La hauteur de source et l'angle d'enduction jouent quant à eux un rôle sur la déformabilité du ménisque dynamique. La hauteur de source influe sur le flux généré dans le bain tandis que l'angle d'enduction joue sur la géométrie du ménisque et détermine l'absorption plus ou moins efficace de ce flux. Les critères déterminant l'épaisseur de fluide emportée sont déterminés, il nous reste donc à étudier la stabilité de cette épaisseur.

### 3.5.2 EPAISSEUR EMPORTEE ET STABILITE DE LA GAINE

L'étude du ménisque dynamique nous a permis d'identifier la source des déstabilisations de type flux de l'épaisseur emportée. Maintenant, nous étudions l'épaisseur emportée à 25 mm au dessus un bain de fluide pour analyser les déstabilisations de la gaine en dehors du ménisque dynamique.

Pour cela, nous utilisons la dispersion de l'épaisseur de fluide relevée (représentée sur les figures : 3-20, 3-22 et 3-25) pour les différents paramètres d'enduction pour mener notre analyse. L'étude de la dispersion des épaisseurs de fluide montre que les plus larges dispersions sont observées pour le saut visco-inertiel et sont d'autant plus importantes que le bain est profond. Afin d'étayer notre analyse, nous représentons sur la figure 3-27 l'évolution de l'épaisseur emportée en fonction du temps pour différents rayons et différentes profondeurs de bain. Nous remarquons qu'à cette distance, l'épaisseur emportée dans le régime visco-capillaire reste stable. Le flux interne de la gaine est suffisant pour stabiliser la gaine à cette distance dans l'ensemble des cas de figure.

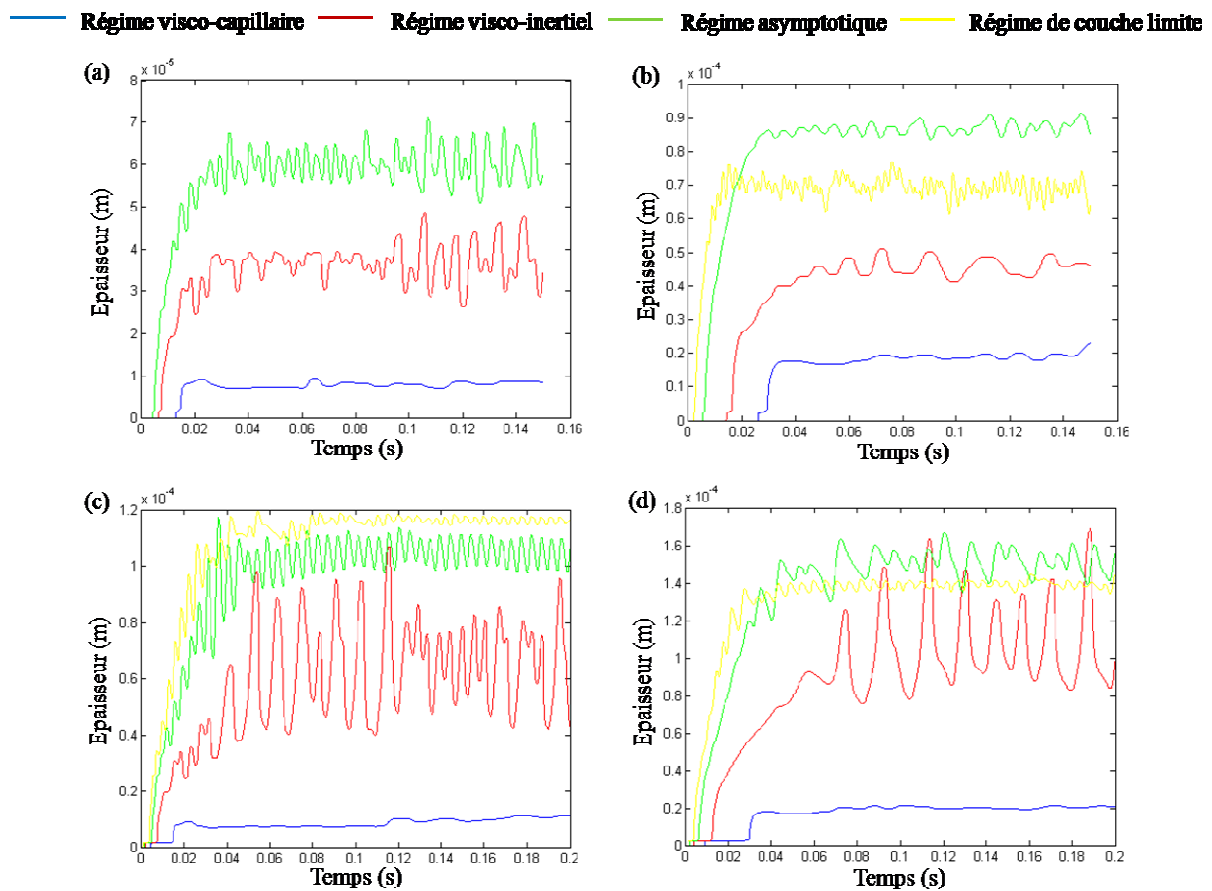


Figure 4-8 – Epaisseur emportée en fonction du temps pour (a) R=40µm, H=10mm, (b) R=200µm, H=10mm, (c) R=40µm, H=20mm et (d) R=200µm H=20mm

Dans le régime visco-inertiel, les épaisseurs emportées sont très perturbées par les expulsions sporadiques. Nous remarquons que les expulsions sont plus fréquentes pour un petit rayon et d'amplitude plus importante pour une hauteur de source plus importante. Ce premier phénomène s'explique par le rayon de courbure du filament de rayon  $40\ \mu\text{m}$  qui impose de plus grandes contraintes sur le ménisque dynamique dans ce régime. Comme le ménisque dynamique n'a pas encore atteint sa déformation maximale imposée par le flux de fluide, la pression imposée par la courbure du filament agit pour former les expulsions sporadiques (suite à l'accumulation de fluide en pied de ménisque 3.4.2.) et cette formation est plus efficace pour une plus grande contrainte. Le second phénomène est quant à lui dû à la largeur de la couche limite plus importante pour un bain profond. De ce fait, le ménisque est plus large et l'accumulation en pied de ménisque est plus importante. Les expulsions sporadiques sont bien proportionnelles à l'épaisseur de la couche limite.

L'entrée dans le régime asymptotique voit la limitation puis l'arrêt des expulsions sporadiques. Il en résulte de faibles variations de l'épaisseur déposée en fonction du temps et de grande fréquence. Cependant, l'observation simple de ces excroissances ne nous permet pas de déterminer si ces excroissances sont des déstabilisations spontanées de la gaine de fluide ou des déstabilisations issues des flux s'établissant en pied de ménisque. Nous déterminons donc la fréquence et les amplitudes de ces déstabilisations en fonction du nombre de Weber pour différents cas testés au cours de nos travaux (cf. figure 3-28).

Les fréquences d'observation des déstabilisations (déterminées par une transformée de fourrier du signal  $e=f(t)$ ) sont trouvées de l'ordre de 80 à 350Hz ce qui est très inférieur aux fréquences des déstabilisations de Rayleigh (1.9). De plus, ces fréquences suivent la même tendance en passant d'un régime à l'autre sans rupture de comportement du passage du régime visco-inertiel au régime asymptotique, ni du passage du régime asymptotique au régime de couche limite. Nous en déduisons qu'à la hauteur d'observation considérée, les déstabilisations observées sur la gaine de fluide sont des déstabilisations de flux et sont inhérentes au procédé d'enduction de fibres. La seule rupture de comportement qui est constatée est pour l'évolution des amplitudes des expulsions (prise égales à deux écart-types du signal  $e=f(t)$ ) dans le régime visco-inertiel). En effet, ce régime voit l'apparition puis le début de la dissipation du phénomène d'expulsions sporadiques et est donc marqué par l'augmentation des épaisseurs des expulsions puis au point d'inflexion du saut visco-inertiel une diminution de ces épaisseurs. Nous remarquons que les amplitudes des expulsions sont plus importantes (relativement au rayon du filament) pour les petits rayons d'enduction

toujours dans le saut mais que la tendance de régression de ces amplitudes est similaire pour l'ensemble des rayons vers l'annulation du phénomène.

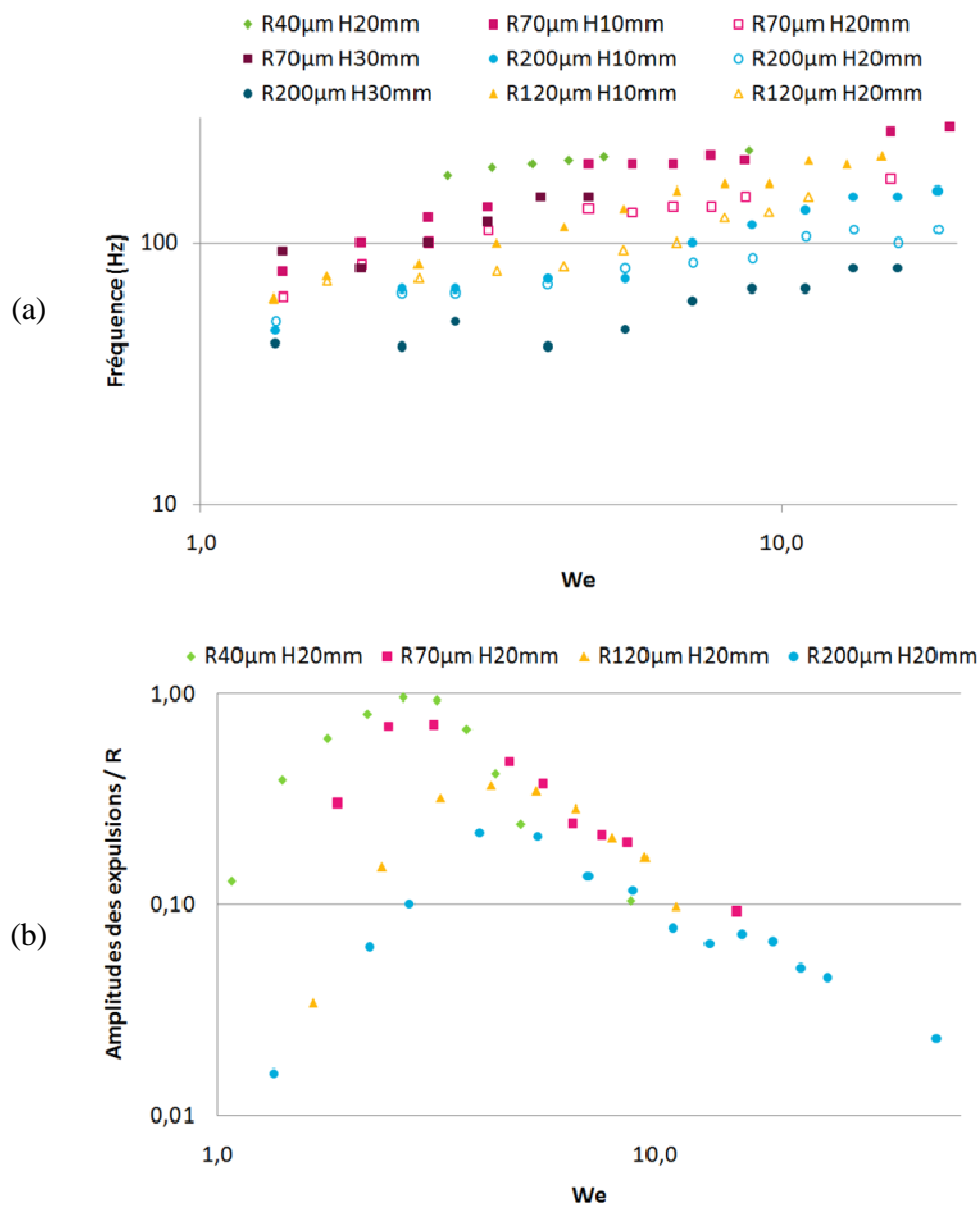


Figure 4-9 – (a) Fréquence et (b) amplitude des expulsions dans les régimes : visco-inertiel, asymptotique et de couche limite

La hauteur à laquelle nous avons réalisé notre analyse est relativement proche de la sortie du bain mais cependant la fréquence des déstabilisations et leurs faibles amplitudes, nous permettent de conclure que les déstabilisations spontanées de la gaine de fluide n'existent pas en enduction à grande vitesse. Le développement des excroissances créées à la sortie du ménisque dynamique par l'action du flux développé dans le bain et de la courbure du ménisque dynamique, pourront se développer au-delà de la hauteur analysée selon un mode

Rayleigh (action des tensions de surface) mais se fera en appui des perturbations existantes si la gaine de fluide n'est pas figée.

### 3.6 CONCLUSIONS

Par cette étude, nous avons pu constater que le phénomène d'enduction à grande vitesse est le résultat de la compétition entre la couche limite développée dans le bain de fluide et la courbure du ménisque dynamique. Une étude préliminaire nous a permis de mettre en évidence le comportement Blasiusien de la couche limite développée par le passage d'un filament de rayon  $R$  à une vitesse  $V$  dans un bain d'enduction. Cependant, le caractère confiné du bain d'enduction a pour conséquence de créer des vortex de circulation au sein du bain de fluide, certes loin de la zone interfaciale mais influençant la partie peu énergétique de la couche limite. Cette recirculation a cependant un impact positif sur le phénomène d'enduction car elle contribue au développement d'une couche limite épaisse efficace qui vient en butée au pied du ménisque dynamique impliquant diverses conséquences selon le régime d'enduction dans lequel on se place.

L'étude de l'évolution du ménisque dynamique en fonction de la vitesse de tirage du filament suggère quatre régimes pour l'enduction de filaments. Ces quatre régimes sont marqués par un comportement du ménisque dynamique, de l'épaisseur emportée et de sa déstabilisation. Le régime des petites vitesses est celui identifié par Landau, Levich et Derjaguin. Ce régime est marqué par la dominance des effets capillaires sur l'établissement du ménisque dynamique. Ce ménisque est peu différent du ménisque statique formé au contact d'un filament sans mouvement dans un bain de fluide. Il s'en échappe une fine épaisseur de fluide stable dépendante de la dualité viscosité/contraintes interfaciale (tension de surface, inclinaison et courbure du filament) indépendamment de la profondeur du bain.

Ce régime est abandonnée au profit du régime visco-inertiel dès que les effets d'inertie prennent de l'importance pour une vitesse  $V^*$  calculée pour  $We=1$ . Ce régime est caractérisé par un saut en épaisseur emportée. Ce phénomène est possible car l'émergence de l'inertie permet à la couche limite développée dans le bain de s'intensifier et de venir contrer les forces interfaciales. Cependant, cette intensification n'est pas sans conséquences car le flux généré à l'émergence des effets d'inertie se divise en trois zones à l'entrée dans le pied du ménisque dynamique. Une de ces zones est retenue en pied de ménisque et contribue à la formation d'expulsions sporadiques. Le régime visco-inertiel est marqué par ces expulsions qui sont d'autant plus fréquentes que le rayon du filament est petit et d'amplitude plus importante avec

la profondeur du bain augmentant. L'inclinaison du filament permet quant à elle de limiter cet effet car la zone retenue en pied de ménisque est plus facilement transmise vers l'épaisseur advectée hors du ménisque dynamique. L'épaisseur emportée est de ce fait augmentée à autres paramètres d'enduction constants. Ce phénomène est cependant limité pour les inclinaisons trop importantes car la recirculation du flux de la couche limite est favorisée par la géométrie du système.

L'augmentation de la vitesse de tirage du filament intensifie le flux de quantité de mouvement par inertie développé le long du filament et une courbure maximale pour le ménisque dynamique est atteinte. C'est l'entrée dans le régime asymptotique. Ce régime est marqué par l'atteinte d'une épaisseur asymptotique d'enduction dépendante de la profondeur du bain et l'inclinaison du filament ainsi que par l'amoindrissement du phénomène d'expulsion sporadique. Le plateau asymptotique se termine à l'atteinte de  $We=20$  soit une vitesse pour laquelle l'épaisseur emportée sur le plateau asymptotique rejoint celle de la couche limite efficace. Il s'en suit le régime de couche limite dans lequel l'épaisseur emportée décroît avec la vitesse de tirage selon le comportement de la couche limite.

Pour l'application que nous visons, il serait judicieux de pouvoir réaliser l'enduction des filaments SCS-6 par du titane liquide dans des conditions permettant l'atteinte du régime asymptotique. L'atteinte de ce régime nous permettrait en effet un réglage sur la vitesse de défilement du filament plus aisé ainsi que l'emport d'une épaisseur constante et peu perturbée. Cependant, nous ne sommes pas assurés que le comportement d'un fluide métallique réactif avec son support soit le même que pour l'eau. Nous devons donc effectuer une étude de l'influence des propriétés du fluide sur son emport ainsi que celle de la réactivité du fluide par rapport à son support. L'étude de la réactivité permet également d'introduire l'influence du type de mouillage sur le phénomène d'enduction.





## 4 ENDUCTION PAR UN ALLIAGE METALLIQUE

\*\*\*\*\*

Maintenant que les différents régimes d'enduction sont identifiés pour un fluide simple, nous voulons étudier l'enduction de filaments par un fluide métallique. Comme nous l'avons décrit précédemment, le fluide métallique modèle d'enduction que nous utilisons pour cette étude est l'eutectique plomb-étain. Nous tenons ainsi à identifier les influences des paramètres propres du fluide d'enduction : la viscosité, la tension de surface et la masse volumique sur la succession des régimes, sur l'épaisseur déposée ainsi que sur sa stabilité. Le second objectif de cette étude est de tester l'influence des interactions entre le filament et le fluide d'enduction. Nous mettrons en évidence cette influence par la comparaison des résultats numériques (cas adhérent, système mouillant non réactif) et expérimentaux sur différents filaments (filament de cuivre et filament de cuivre couvert de  $1,35 \mu\text{m}$  d'argent) pour l'enduction à l'eutectique. L'analyse proposée ici commence par l'étude de l'influence des propriétés du fluide sur le développement de la couche limite dans le bain d'enduction puis sur l'épaisseur emportée. Ensuite, nous avons besoin de déterminer le type de mouillage entrant en jeu dans l'enduction de filaments de cuivre ou argentés par l'eutectique plomb-étain afin d'identifier les mécanismes entrant en jeu dans ce système et le caractère mouillant ou non du système expérimental. En complément de cette étude, un test de cinétique de la consommation des filaments à  $200^\circ\text{C}$  est réalisé afin de nous assurer de la faisabilité de l'enduction. Enfin, les essais d'enduction réalisés sont détaillés.

### 4.1 ENDUCTION ET PARAMÈTRES DU FLUIDE

Dans cette partie, nous nous intéressons plus particulièrement aux paramètres physiques du fluide d'enduction et à l'influence de ceux-ci sur le développement de la couche limite développée dans le bain et l'épaisseur déposée sur le filament. Cette étude est une étude numérique du phénomène car nous utilisons des fluides fictifs de propriétés variables afin de tester indépendamment la viscosité du fluide, sa masse volumique ainsi que la tension de surface. Pour cela, nous allons dans un premier temps borner notre étude grâce aux propriétés des fluides que nous voulons étudier.

#### 4.1.1 PROPRIÉTÉS DES FLUIDES D'ENDUCTION

Le tableau 4-1 répertorie les propriétés physiques de l'eau à  $20^\circ\text{C}$  et de l'eutectique plomb-étain à  $200^\circ\text{C}$ . Nous notons que les fluides choisis sont bien des fluides à faible viscosité qui

présenterons donc la présence d'un saut visco-inertiel dans les régimes d'enduction [QUE96]. Le calcul des nombres de Bond pour ces fluides nous indique également que les effets de la pesanteur sont toujours négligeables et ne participent donc pas à la formation du ménisque dynamique ( $Bo=0,01$  implique  $e_{eau}\sim 270\ \mu m$  et  $e_{PbSn}\sim 240\ \mu m$ ). La formation du ménisque dynamique pour l'enduction de filaments avec ces fluides est donc le résultat de la compétition entre les effets visqueux, l'inertie du fluide et la tension de surface comme décrit pour l'enduction à l'eau.

Fluide	Température d'utilisation (°C)	Viscosité (mPa.s)	Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	Tension de surface (N.m <sup>-1</sup> )
<i>Eau</i>	20	1,0	1000	0.07275
<i>PbSn<sub>E</sub></i>	200	2,4 [PLE05]	8420	0,35< $\gamma$ <0,53 [BEL03], [CAR87], [HOA57], [HOW04], [WHI71]

**Tableau 4-1 – Propriétés des fluides d'enduction à leur température d'utilisation**

Les propriétés de l'eau sont celles de l'eau pure que nous utilisons pour réaliser nos essais. Nous notons que la valeur de la tension de surface pour l'eutectique PbSn présente un large domaine selon les auteurs. Différentes méthodes sont utilisées afin de déterminer la tension de surface de PbSn<sub>E</sub> et les différents expérimentateurs, cités dans le tableau 4-1, ont trouvé pour un mélange eutectique (ou proche de l'eutectique) des valeurs pour la tension de surface comprises entre  $0,50 < \gamma(PbSn_E) < 0,53\ N.m^{-1}$ . Ces expériences sont réalisées en atmosphère inerte et pour des composés purs. De plus, Picha et al. [PIC08] proposent un modèle de calcul de la tension de surface d'un système binaire par l'utilisation de données thermodynamiques qui montre un bon accord entre leur théorie et les résultats expérimentaux pour le binaire Pb-Sn à 700°C. Le modèle proposé se base sur le modèle de Butler [BUT32] qui repose sur la considération d'une monocouche d'atomes au niveau de l'interface qui possède des propriétés physiques différentes des atomes situés au cœur du liquide, les deux phases étant en équilibre. L'utilisation de ce modèle appliqué à notre système et à notre température d'utilisation nous permet de calculer la tension du surface théorique de l'eutectique  $\gamma(PbSn_E)=0,526N.m^{-1}$ , valeur utilisée pour nos simulations numériques [MAR10] (le détail de ce calcul est donné en Annexe 1).

Cependant, Howel et al. [HOW04] ont testé l'influence de la présence d'oxygène dans l'atmosphère expérimentale pour la détermination de la tension de surface par la méthode du jet oscillant (déstabilisation en mode Rayleigh d'un jet de liquide). Leurs essais ont montré

que l'oxydation de la gaine de fluide à pour conséquence de diminuer la tension de surface du liquide ( $0,35 < \gamma(\text{PbSn}_E) < 0,53 \text{ N.m}^{-1}$  suivant la concentration). Ces essais ont cependant leur limitation car la trop grande présence d'oxydes en surface crée l'apparition d'une couche solide sur l'extérieur du jet de fluide empêchant la déstabilisation en mode Rayleigh du jet. La tension de surface n'est alors plus calculable. Dans nos essais d'enduction, l'atmosphère environnant l'eutectique n'est pas contrôlée. La formation d'oxydes et la diminution de la tension de surface réelle du fluide n'est donc pas à négliger. Cependant, comme nous ne sommes pas capables de quantifier cet impact sur nos essais, nous utilisons la valeur de la tension de surface à 200°C de l'eutectique pour effectuer les simulations numériques et déterminer le comportement idéal de l'eutectique que nous comparerons avec les filaments expérimentaux. Les différentes propriétés des fluides d'enduction étant définies, nous utilisons la plage de propriétés de ces fluides afin de réaliser nos études.

#### 4.1.2 INFLUENCE DES PROPRIETES FLUIDES SUR LE DEVELOPPEMENT DE LA COUCHE LIMITE

L'étude de l'enduction de filaments par de l'eau a montré l'importance du développement de la couche limite visqueuse sur l'établissement et la succession des régimes d'enduction. Nous effectuons donc une analyse rapide de l'évolution celle-ci en fonction de la viscosité du fluide et de sa masse volumique afin de vérifier que le développement de la couche limite suit bien un comportement de type Blasius. Les résultats de cette analyse sont proposés en figure 4-1 et en figure 4-2. L'étude de l'influence de la viscosité est bornée aux valeurs  $1,0 \leq \eta \leq 5,0 \text{ mPa.s}$  et celle de la masse volumique aux valeurs  $1000 \leq \rho \leq 10000 \text{ kg.m}^{-3}$ . Nous rappelons que nous étudions le développement de la couche limite selon le critère de Blasius défini en (3.3) et rappelé en (4.1).

$$\delta \propto \sqrt{\frac{\eta H}{\rho V}} \quad (4.1)$$

Nous remarquons sur la figure 4-1 que l'épaisseur de la couche limite relevée en fonction de la racine de la viscosité suit bien un comportement de type Blasius pour les différentes hauteurs de source, vitesses testées et la plage de viscosités décrite précédemment. Cette plage de viscosités est limitée car nous tenons à rester dans la plage des fluides peu visqueux pour être dans un domaine d'étude de fluides permettant un saut visco-inertiel en enduction. Pour ce qui est de la masse volumique, la plage de tests est plus large car nous devons couvrir l'étude pour les deux fluides expérimentaux. Cependant, un calcul du nombre de Bond pour

les densités les plus importantes nous permet toujours de négliger les effets de la pesanteur pour le développement du ménisque dynamique. Nous constatons que l'augmentation de la masse volumique du fluide entraîne une déviation au comportement Blasius dans l'établissement de la couche limite aux différentes intensités de flux (cf. figure 4-2). La figure 4-2 présente l'évolution de l'épaisseur de couche limite développée pour  $V=50\%V_{\text{filament}}$  à niveaux déterminés dans le bain de fluide. Il apparaît que même pour la part intense de la couche limite développée une déviation existe et elle est de plus en plus marquée quand la distance parcourue par le filament dans le bain est grande. Cette déviation n'est cependant pas néfaste pour l'enduction car elle se fait en faveur d'un épaissement de la couche limite de Blasius.

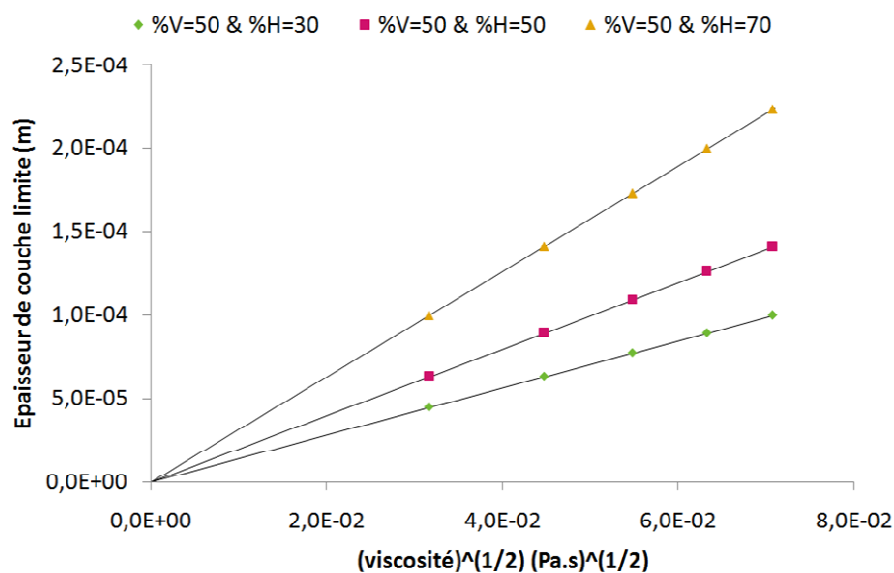


Figure 4-1 – Influence de la viscosité sur l'établissement de la couche limite

Pour comprendre cette déviation, nous considérons les nombres de Reynolds transversaux et longitudinaux définis dans l'étude des bains pour l'enduction à l'eau qui bornent notre étude :  $20 \leq Re_T \leq 1200$  et  $6.10^2 \leq Re_L \leq 2.10^5$ . L'étude menée concerne donc une large plage de nombres de Reynolds et les flux s'établissant à l'intérieur du bain de fluide s'en retrouvent impactés. L'étude des grandes masses volumiques étant directement liée aux grands nombres de Reynolds, des accélérations des vortex de circulation de flux sont constatées et impactent directement sur l'établissement de la couche limite, celle-ci étant proche d'un vortex l'alimentant. L'épaississement de la couche limite est favorisé aux grands Reynolds. Cette étude nous a également amenés à vérifier la stabilité de la couche limite au cours du temps afin de vérifier la stabilité des vortex de circulation de flux. Des simulations sur des longs temps physiques ont donc été réalisées (30 minutes de temps physique contre 10 secondes

précédemment). Nous avons ainsi pu constater qu'au delà de la combinaison  $Re_T=200$  et  $Re_L=2.10^4$ , des fluctuations apparaissent dans le bain de fluide. En effet, bien que la position des vortex de circulation évolue peu au cours du temps, leurs intensités respectives varient et génèrent des variations de l'épaisseur de la couche limite (cf. figure 4-3). Ces oscillations restent cependant de faible amplitude et de trop faible fréquence pour pouvoir être l'origine des expulsions sporadiques (cf. figure 4-4). En effet, si l'on considère une enduction d'un filament de  $120\mu\text{m}$  par de l'eau à partir de  $Re_L=2.10^4$ , les expulsions sporadiques sont d'amplitude de  $9\mu\text{m}$  pour une fréquence de 72 Hz et les oscillations du bain sont d'amplitude de  $4\mu\text{m}$  pour une fréquence de 0,03 Hz. Nous remarquons également grâce à la figure 4-4 que l'augmentation de la profondeur du bain n'influe pas sur la fréquence des perturbations.

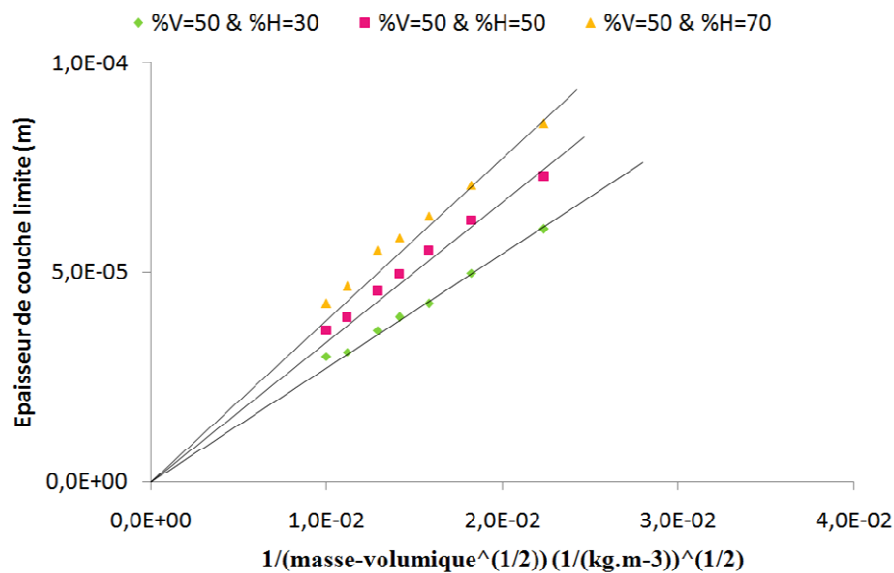


Figure 4-2 – Influence de la masse volumique sur l'établissement de la couche limite

Les essais expérimentaux n'étant jamais effectués sur des temps assez longs pour pouvoir étudier l'impact de ce phénomène (notamment à cause de la vidange du bain d'enduction), nous n'avons pas pu prouver sa négligeabilité. Cependant, nous allons considérer que l'épaisseur de couche limite est constante au cours du temps dans les essais que nous réalisons (temps de manipulation ~30s à 1 min et temps physique simulé = 1s) afin d'effectuer nos exploitations.

Cette étude nous a permis de mettre en évidence que l'augmentation de la masse volumique du fluide entraîne l'intensification des vortex de circulation dans le bain ayant pour conséquence l'augmentation de l'épaisseur de la couche limite. Cette augmentation allant de paire avec l'augmentation des nombres de Reynolds  $Re_L$  et  $Re_T$ , des instabilités sont

observées sur des temps longs d'expérimentation générant de faibles modifications au court du temps de l'épaisseur de la couche limite.

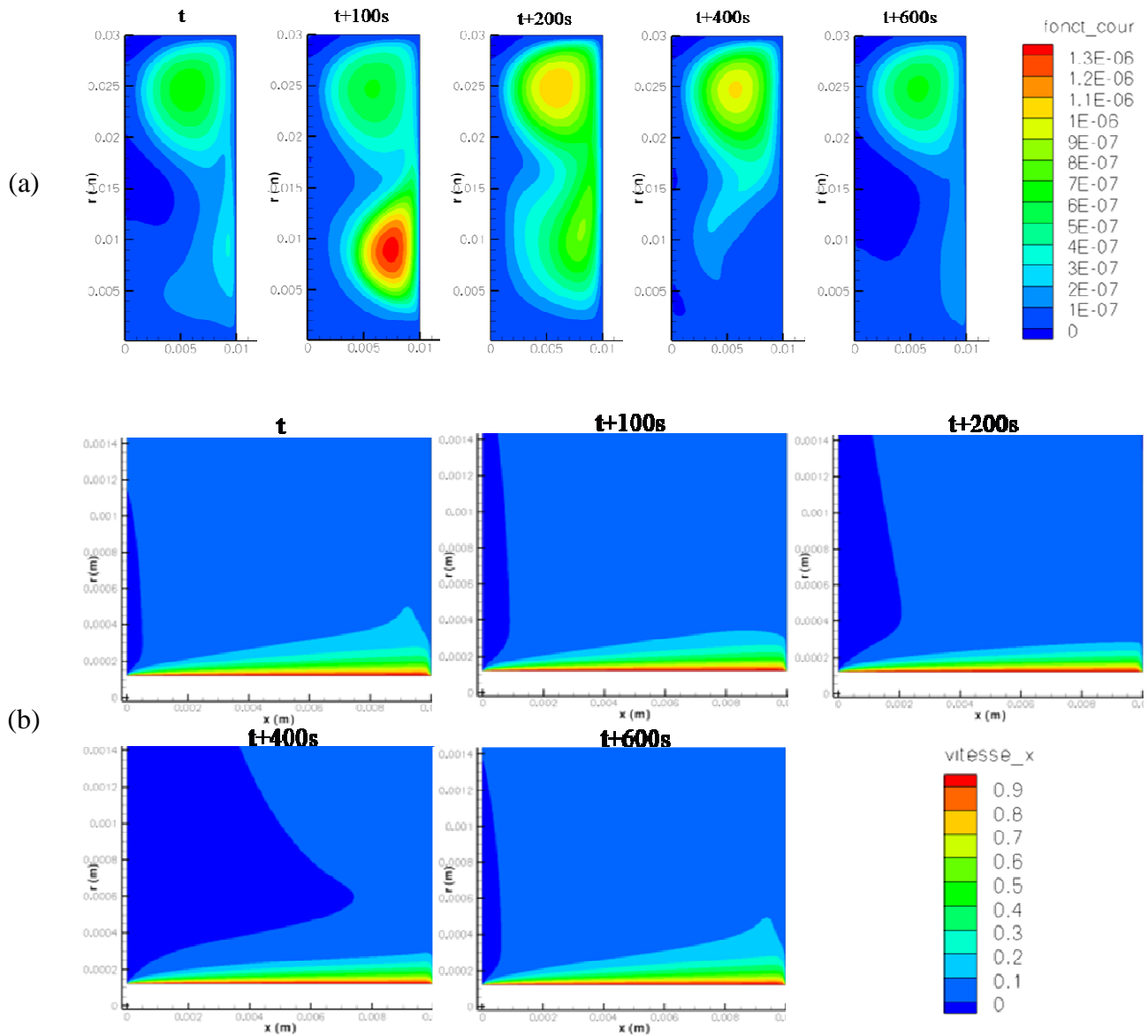


Figure 4-3 – Evolution au cours du temps (a) de la fonction courant pour le plomb-étain et (b) de la couche limite

Ces phénomènes étant identifiés, nous nous intéressons maintenant à l'influence des propriétés du fluide sur l'épaisseur déposée et sa stabilité en enduction. Afin de borner notre étude, nous nous limitons à l'étude pour un bain de profondeur de  $H=20$  mm et un rayon de filament de  $120 \mu\text{m}$  pour les caractéristiques suivantes : **viscosité** :  $1,0 \leq \eta \leq 5,0$  mPa.s, **masse volumique** :  $1,0 \cdot 10^3 \leq \rho \leq 1,0 \cdot 10^4$  kg.m<sup>-3</sup>, **tension de surface** :  $0,07275 \leq \gamma \leq 0,7$  N.m<sup>-1</sup>

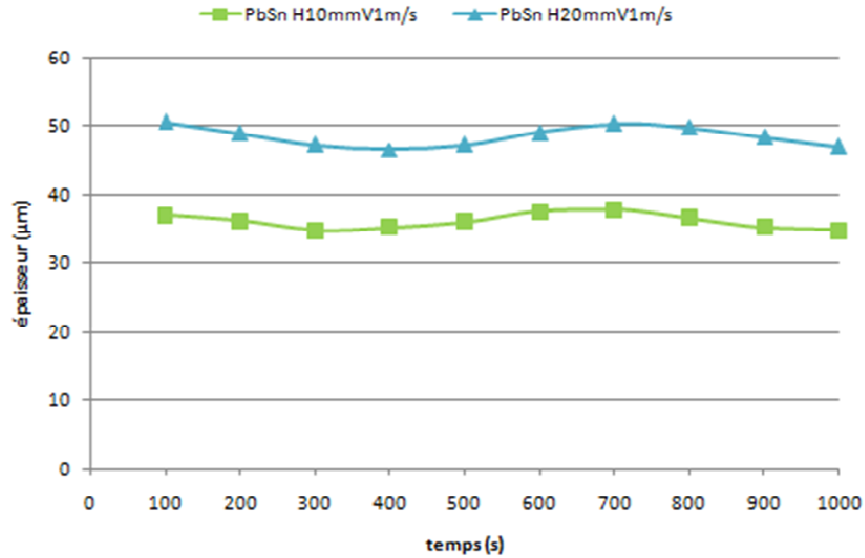


Figure 4-4 – Evolution de l'épaisseur de la couche limite en fonction du temps

#### 4.1.3 INFLUENCE DES PROPRIETES DU FLUIDE SUR L'ÉPAISSEUR EMPORTEE

L'étude de cette influence est réalisée pour les paramètres physiques du fluide d'enduction. Nous avons établi précédemment que la formation du ménisque dynamique, l'épaisseur emportée et sa stabilité sont le résultat de la compétition à l'interface des forces capillaires, des effets visqueux et de l'inertie du fluide. Afin de quantifier ces compétitions, nous pouvons utiliser le nombre capillaire (viscosité vs. tension de surface), le nombre de Weber (inertie vs. tension de surface) ou le nombre de Reynolds (inertie vs. viscosité) caractérisant l'écoulement. Comme nous l'avons vu précédemment, l'utilisation du nombre de Reynolds est délicate car différentes longueurs caractérisant l'écoulement sont identifiables. Nous choisissons donc de mener notre étude pour un nombre capillaire constant afin de réaliser cette étude à compétition équivalente entre les effets visqueux et ceux de la tension de surface. Un nombre capillaire pour lequel l'épaisseur emportée pour l'eau à  $H=20$  mm est dans le plateau asymptotique est choisi, soit  $Ca=4,0 \cdot 10^{-2}$ . La seule contrainte que nous imposons est que le nombre de Weber des situations simulées doit être supérieur à 5 afin de limiter l'obtention d'épaisseurs d'enduction dans le régime visco-inertiel. Le point de départ choisi pour l'étude est l'eau dont nous faisons évoluer les paramètres vers ceux du plomb-étain. Les choix de simulations sont détaillés dans le tableau 4-2 pour les plages de valeurs de paramètres décrits précédemment.

Afin de maintenir, un nombre capillaire constant entre nos essais, nous devons faire varier un couple de paramètres pour l'influence de la tension de surface et celle de la viscosité.

Cependant, compte tenu des contraintes fixées, nous ne pouvons pas étudier l'influence de la viscosité seule car cela entraînerait une analyse de plusieurs régimes dont le régime visco-inertiel que nous tenons à éviter. Nous devons donc faire cette étude par la variation de la tension de surface et celle de la viscosité. Le second point que nous notons est que la plage de nombre de Weber que nous testons ainsi est large et risque de couvrir des essais dans le régime asymptotique et dans le régime de couche limite, la transition pour l'eau entre ces deux régimes étant trouvée à  $We=20$ . Les résultats de cette étude sont présentés en figure 4-5 et 4-6(a)&(b) pour l'épaisseur emportée.

Paramètres testés	Paramètres variables	Plage de nombre de We
$\gamma$	$(\gamma, V)$	20 – 170 pour $\eta=\eta_{\text{eau}}$
	$(\gamma, V)$	5 – 50 pour $\eta=2\eta_{\text{eau}}$
$\eta$	$(\eta, V)$	0,1 – 14 pour $\gamma=\gamma_{\text{eau}}$
	$(\eta, \gamma)$	5 – 25 pour $\gamma=\gamma_{\text{eau}}$
$\rho$	$\rho$	5 – 50 pour $\gamma=\gamma_{\text{eau}}$ & $\eta=2\eta_{\text{eau}}$
		5 – 50 pour $\gamma=7\gamma_{\text{eau}}$ & $\eta=2\eta_{\text{eau}}$

Tableau 4-2 – Choix des paramètres variables pour l'étude de l'influence des propriétés du fluide d'enduction

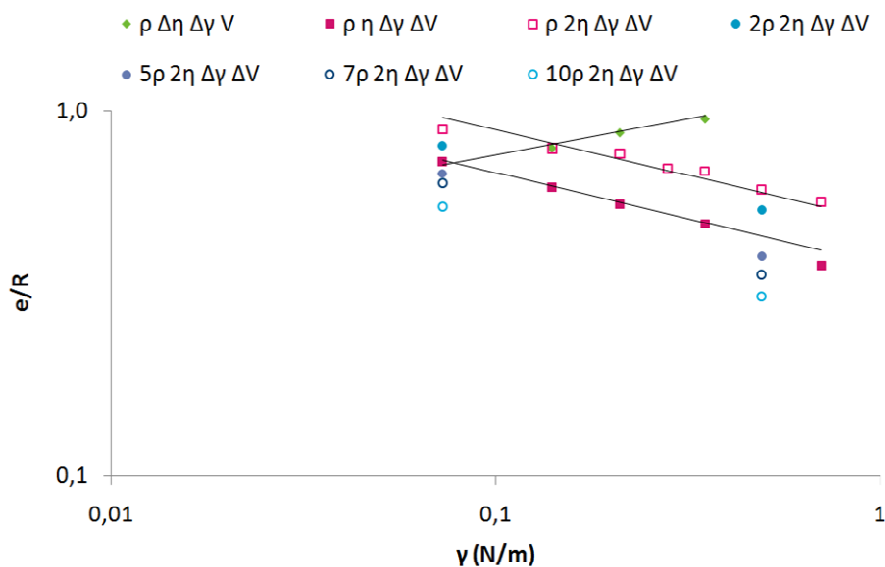


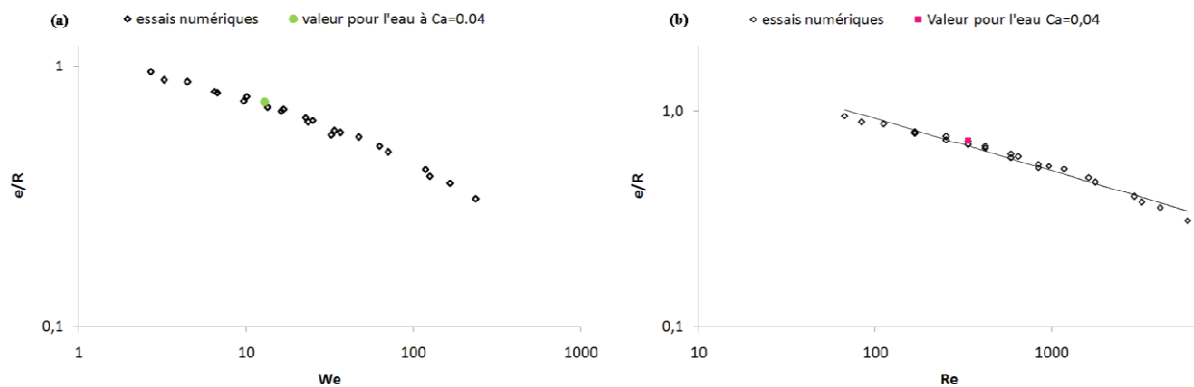
Figure 4-5 – Evolution de l'épaisseur adimensionnée en fonction de la tension de surface pour différents fluides fictifs

Dans un premier temps, nous commentons la figure 4-5 qui représente l'évolution de l'épaisseur emportée adimensionnée par le rayon du filament en fonction de la tension de surface du fluide fictif simulé. Sur cette figure, les séries sont décrites selon les propriétés du



fluide en se basant sur l'eau. Ainsi la série  $\rho\Delta\eta\Delta\gamma V$  représente l'étude de la variation de la viscosité décrite précédemment. Dans cette série, la viscosité  $\Delta\eta$  et la tension de surface  $\Delta\gamma$  varient pour une vitesse de défilement du filament fixe  $V$  ( $V$  à  $Ca = 0,04$  pour l'eau) et une masse volumique fixe  $\rho$  ( $\rho = \rho_{\text{eau}}$ ). De la même façon, la série  $7\rho 2\eta\Delta\gamma\Delta V$  étudie la variation de la tension de surface pour un fluide de propriété  $7 \rho_{\text{eau}}$  et  $2 \eta_{\text{eau}}$ .

Nous notons pour cette étude que l'augmentation de la tension de surface diminue l'épaisseur emportée dans l'ensemble des cas testés sauf dans le cas où la viscosité du fluide augmente aussi. En effet, il paraît normal que plus les contraintes imposées au ménisque dynamique augmentent moins celui-ci se développe et l'épaisseur emportée diminue. Cependant, nous notons que si cette augmentation de contrainte est couplée avec une augmentation de la même intensité des effets visqueux, ce sont ces derniers qui prédominent et l'épaisseur emportée augmente. Ce constat nous renforce dans l'idée que l'épaisseur de la couche limite développée dans le bain d'enduction est directement responsable des épaisseurs emportées en régime asymptotique. L'étude de l'influence à une tension de surface pour deux fluides de viscosités différentes montre en effet que l'épaisseur emportée est plus importante pour un fluide plus visqueux, la part efficace de la couche limite étant plus large dans ce cas. Ce constat est également étayé par l'étude de l'influence de la masse volumique. Plus la masse volumique augmente, plus l'épaisseur emportée ainsi que celle de la couche limite diminue.



**Figure 4-6 – Evolution de l'épaisseur adimensionnée en fonction du nombre de Weber et du nombre de Reynolds pour l'ensemble des fluides fictifs à  $Ca=0,04$**

Nous reportons ensuite l'ensemble de ces résultats sur les figures 4-6(a)&(b) qui représentent respectivement l'évolution de l'épaisseur adimensionnée emportée en fonction du nombre de Weber et du nombre de Reynolds. Nous constatons que cette épaisseur est une fonction puissance de ces nombres dans la plage des propriétés testées. Ce résultat nous permet

d'évaluer que pour  $Ca=0,04$ , l'enduction au plomb-étain dans un cas idéal (mouillant, non-réactif, sans changement d'état) présentera une épaisseur adimensionnée d'enduction de 0,33.

Aucune rupture en comportement n'est observée avec le nombre de Weber augmentant pour l'évolution de l'épaisseur. La détermination d'une limite « universelle » entre le régime asymptotique et le régime de couche limite pour un nombre de Weber n'est pas possible. Cela signifie donc que des fluides différents présentent des limites différentes entre ces deux régimes. Nous confirmerons cette remarque avec l'analyse des enductions numériques et expérimentales de l'eutectique plomb-étain.

Maintenant que nous avons vu la dépendance de l'épaisseur emportée en fonction des paramètres du fluide, nous voulons vérifier la stabilité de la gaine emportée en fonction de ces paramètres. La figure 4-7(a) nous permet de constater qu'à  $Ca=0,04$ , l'augmentation de la tension de surface à pour conséquence de stabiliser l'épaisseur emportée. Nous imputons ce résultat au fait que pour conserver le nombre capillaire, nous devons augmenter la vitesse de défilement du filament. Le ménisque dynamique est fortement déformé par l'intensité du fluide dans ce cas et sa capacité à se déstabiliser est faible. La figure 4-7(b) représentant l'évolution de la stabilité de la gaine en fonction du temps avec l'augmentation de la masse volumique, permet de conclure à un effet stabilisant du paramètre. L'augmentation de la masse volumique du fluide permet de diminuer la mobilité du fluide dans le bain (mobilité que nous assimilons à la viscosité cinématique du fluide,  $\nu=\eta/\rho$ ). L'utilisation d'un fluide dense va donc permettre de limiter l'accumulation de matière en pied de ménisque car il lui sera plus énergétiquement favorable de « retomber » dans le bain (et ainsi participer à l'accélération des vortex de circulation) que d'être advecté en pied de ménisque. De son côté, la figure 4-7(c) nous permet de constater que l'augmentation simultanée de la tension de surface et de la viscosité à vitesse constante à pour conséquence de générer plus de déstabilisations. En effet, en augmentant la viscosité du fluide, nous augmentons sa mobilité (notamment dans les directions autres que celle de l'écoulement principal généré par le filament). La part de fluide accumulée en pied du ménisque y est donc plus facilement advectée par les couches plus intenses et piégée. De plus, comme la tension de surface est plus importante, la déformation de la courbure du ménisque demande un apport plus grand en matière pour permettre l'expulsion de gouttes. Les expulsions pour une même vitesse d'enduction sont donc plus amples et de fréquence moindre.

Cette étude nous a permis de mettre en évidence différentes actions des propriétés du fluide. L'augmentation de la masse volumique d'un fluide d'enduction bien que diminuant

l'épaisseur emportée est favorable à l'enduction d'une couche homogène de fluide. En effet, il a été montré que la couche limite advectée en pied de ménisque est plus épaisse que celle attendue selon la loi de Blasius et que la mobilité du fluide est réduite dans ce cas, entraînant la formation du ménisque dynamique par un flux intense limitant les accumulations en son pied. Comme attendu, l'augmentation de la tension de surface limite l'emport de fluide et son action sur la déstabilisation de la couche limite dépend des autres paramètres, notamment l'intensité du flux et de sa mobilité. De son côté, l'augmentation de la viscosité étant favorable à la mobilité du fluide, permet une meilleur advection de matière en pied de ménisque ce qui peut s'avérer déstabilisant pour la gaine de fluide si le flux d'entrée dans le ménisque n'est pas assez intense. Nous nous attendons donc pour l'eutectique plomb-étain à observer des déstabilisations plus larges de la gaine en régime visco-inertiel mais une stabilisation plus rapide de l'épaisseur aux grandes vitesses.

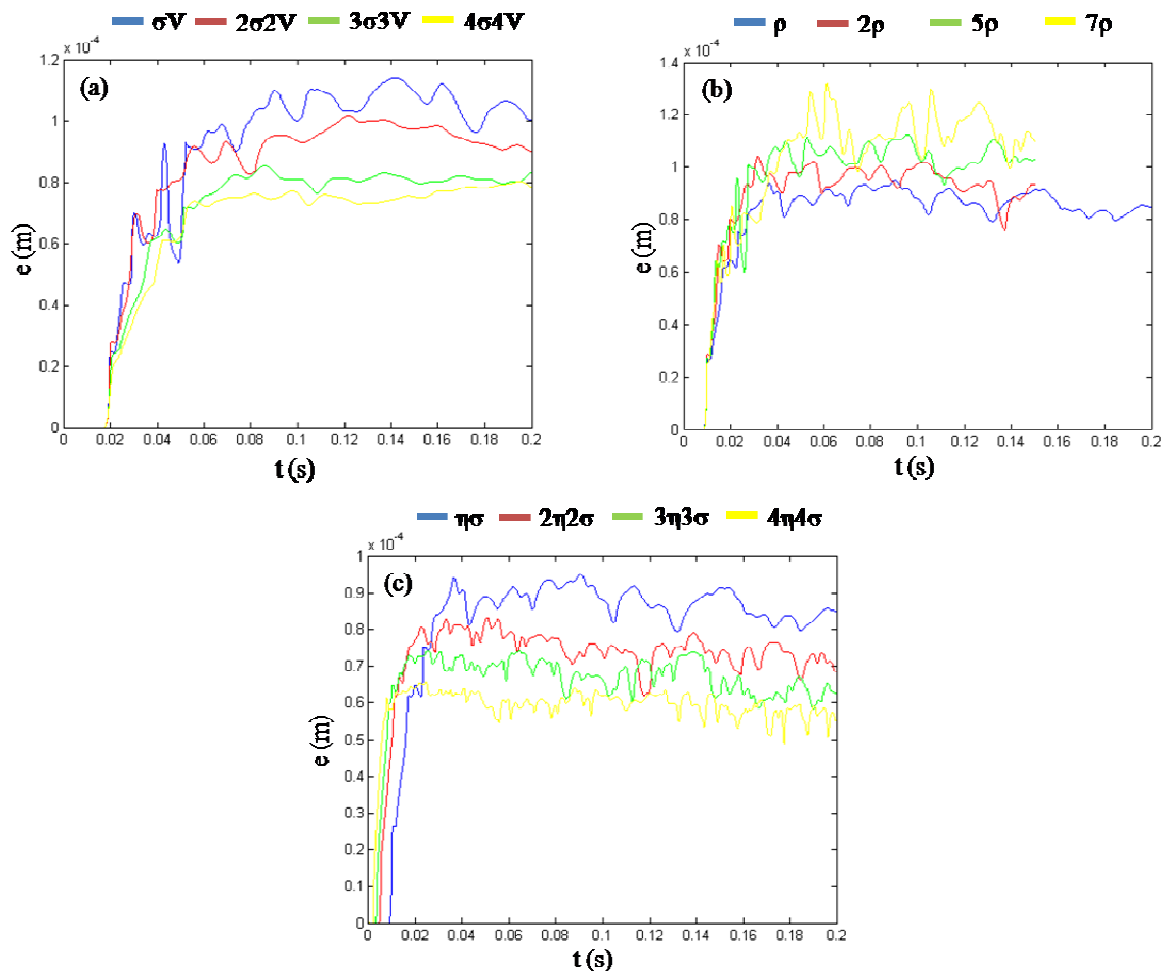


Figure 4-7 – Stabilité de l'épaisseur emportée en fonction des propriétés du fluide : (a) influence du couple  $(\gamma, V)$ , (b) influence de la masse volumique et (c) influence du couple  $(\eta, \gamma)$

Cette analyse réalisée nous nous intéressons ensuite au mouillage et la réactivité des filaments expérimentaux par le fluide métallique afin de pouvoir commenter l'enduction de ces filaments et de comparer les résultats expérimentaux et numériques.

## **4.2 REACTIVITE DU PLOMB-ETAIN AVEC LES FILAMENTS**

Maintenant que nous avons une idée de l'influence des propriétés des fluides sur l'enduction de fibres, nous voulons comprendre le type de mouillage qui entre en jeu pour l'eutectique plomb-étain en contact avec nos filaments. Nous possédons deux types de filaments pour réaliser nos essais : des filaments de cuivre de 240  $\mu\text{m}$  de diamètre et des filaments de cuivre couverts de 1,35  $\mu\text{m}$  d'argent de 254  $\mu\text{m}$  de diamètre. Nous avons donc besoin dans le cadre de cette étude, de tester le mouillage de supports de cuivre et d'argent par du plomb et de l'étain afin de comprendre le rôle de chaque composé particulier en mouillage puis le mouillage de l'eutectique sur ces mêmes supports.

### *4.2.1 LE PLOMB*

Pour effectuer cette étude, nous utilisons un barreau de plomb de pureté 99,99% duquel sont découpés des morceaux de métal de masse proche mais inférieure à 100 mg. Ces échantillons sont lavés à l'acide chlorhydrique concentré (37,5% en volume molaire) pendant 5 minutes afin de supprimer les oxydes de surface puis rincés à l'éthanol et séchés avant leur insertion dans le four de mouillage. De leur côté, les substrats sont extraits de barreaux de cuivre (99,995% pureté) et d'argent (99,95% de pureté) coupés en face parallèles grâce à l'utilisation de la mini-tronçonneuse. Les supports ainsi débités sont ensuite polis par une polisseuse automatique jusqu'à un drap de polissage 4000 afin d'obtenir un poli miroir. Les substrats sont ensuite trempés dans de l'acide chlorhydrique une minute, rincés à l'éthanol, puis séchés. L'ensemble substrat et alliage est ensuite placé dans le four et le vide primaire est réalisé en atmosphère neutre (pression partielle d'argon). Le four est ensuite chauffé selon une rampe de température de 10°C par minute et à l'atteinte de la température de consigne,  $T_{\text{consigne}} = T_{\text{fusion}} + 50^\circ\text{C}$  (cf. tableau 4-3 pour les essais au plomb), la température est maintenue constante pendant au minimum 30 minutes. Les paramètres utilisés pour réaliser les essais sont répertoriés dans le tableau 4-3 et les diagrammes binaires du plomb avec les substrats en annexe 2. L'angle de contact final relevé est l'angle de contact apparent au dernier temps analysé tandis que la durée d'étalement est déterminée au premier temps pour lequel l'étalement et l'angle de contact présentent une variation inférieure à 5 % par rapport à la situation finale.

Support	Masse de Plomb (mg)	Tconsigne (°C)	Angle de contact apparent final (°)	Durée de l'étalement (s)
<i>Cu</i>	91	377	57	180
<i>Ag</i>	95	377	34	600

Tableau 4-3 – Conditions expérimentales pour l'action du plomb sur des substrat de cuivre et d'argent

Les résultats obtenus nous permettent de remarquer que compte tenu des temps d'étalement, le type de mouillage du plomb sur ces substrats est différent. En effet, comme nous pouvons le constater sur la figure 4-8, le plomb mouille l'argent par dissolution de ce dernier tandis que sur le cuivre, le plomb est non-réactif vis-à-vis de son substrat.

L'analyse de la figure 4-9 nous permet de comprendre les conséquences de ces différences de mouillage sur la cinétique d'étalement au cours du temps. Avant de commenter les résultats à proprement parlé de cette étude de mouillage, nous allons rappeler le principal inconvénient de la méthode de la goutte posée pour l'étude du mouillage réactif. Cette méthode met en contact à froid l'alliage à tester et son substrat et lors de la mise en chauffe, la transmission de la chaleur est plus efficace à l'interface alliage/substrat qu'entre l'atmosphère et le substrat. De ce fait, des diffusions interfaciales peuvent intervenir durant la chauffe du substrat et la fonte du substrat est initiée dans cette zone. Il faut ensuite un temps de diffusion thermique dans l'alliage pour que celui-ci soit totalement fondu. Ce temps semble être de 20 secondes pour le plomb compte tenu de la rampe de température du four de mouillage et de la température de consigne fixée et de 30 secondes pour l'étain pur et l'eutectique.

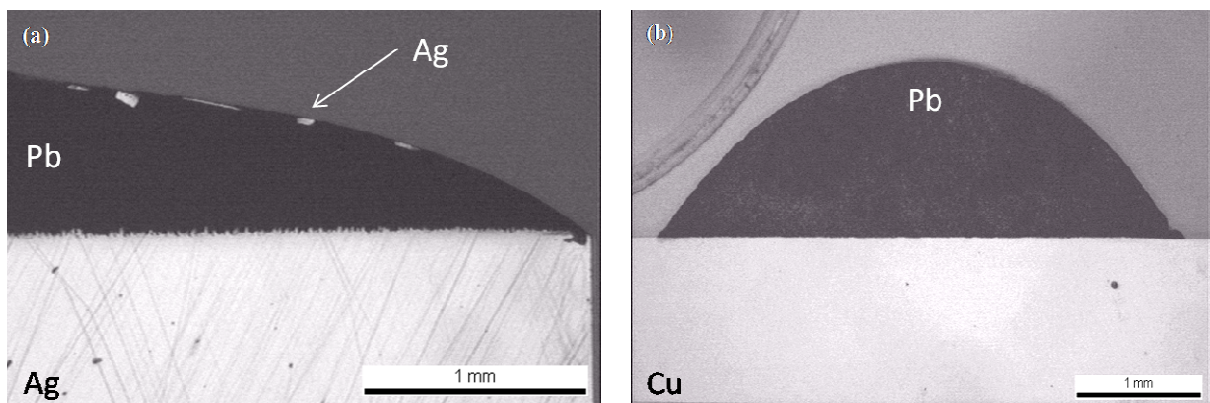
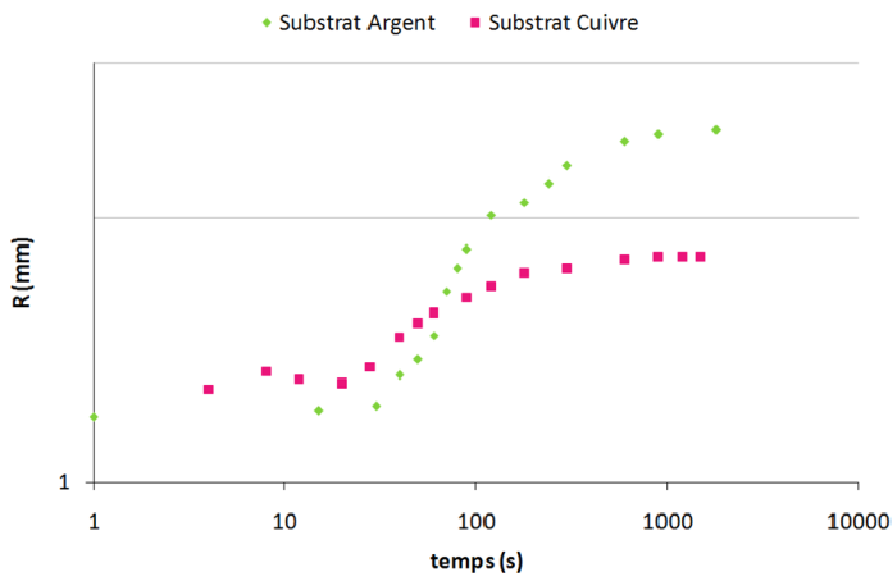


Figure 4-8 – Mouillage (a) de l'argent et (b) du cuivre par du plomb pur

Nous constatons en effet sur la courbe d'étalement du plomb (cf. figure 4-9) sur le substrat de cuivre qu'une échappée de fluide à l'interface intervient pour des temps courts (de 0 à 8s) mais que celle-ci est soumise à des forces de rappel capillaire empêchant l'étalement tant que l'ensemble du liquide n'est pas fondu (de 8s à 20s). Nous notons la vitesse initiale de

déplacement de la ligne triple à l'interface aux premiers temps de contact  $V_I$ ,  $V_{I(Pb/Cu)} = 24,1 \mu\text{m/s}$ . Ce phénomène n'est pas visible pour le mouillage de l'argent car le mécanisme de mouillage est plus lent dans ce cas. En effet, l'étude du diagramme de phase Ag-Pb montre que la dissolution d'argent dans le plomb permet de diminuer la température de fusion de l'alliage jusqu'à l'atteinte de l'eutectique. La diffusion de l'argent dans l'alliage participe à la fusion. Il faut donc qu'une certaine quantité de plomb liquide soit présente à l'interface avec l'argent sous sa forme liquide pour initier le phénomène et permettre le mouillage. L'initiation du mouillage est donc ralentie. Nous pouvons cependant calculer la vitesse initiale de mouillage qui est ici de  $V_{I(Pb/Ag)} = 1,5 \mu\text{m/s}$ .



**Figure 4-9 – Etalement du plomb pur (rayon de la goutte d'alliage) sur un substrat de cuivre et d'argent en fonction du temps**

Une fois la fusion complète du plomb atteinte les étalements respectifs sur le cuivre et argent sont réalisés. Nous notons que ce mouillage est bien plus rapide en initiation et atteinte de l'équilibre pour le substrat de cuivre. Cependant, le substrat d'argent permet un meilleur étalement. Cette étude nous permet de conclure que le plomb présentera un mouillage partiel des deux types de filaments avec une cinétique d'étalement initiale plus rapide pour le filament de cuivre ( $V_{I(Pb/Cu)} = 24,1 \mu\text{m/s}$ ) que pour le filament couvert d'argent ( $V_{I(Pb/Ag)} = 1,5 \mu\text{m/s}$ ).

#### 4.2.2 L'ÉTAIN

Maintenant, nous effectuons la même analyse avec l'étain. Les substrats sont préparés de la même façon que pour les essais décrits précédemment et le protocole de préparation du plomb est utilisé pour l'étain (découpé du barreau d'étain pur à 99,99%). Les essais sont décrits dans le tableau 4-4 et les diagrammes binaires Ag-Sn et Ag-Cu sont en annexe 2.

Support	Masse d'étain (mg)	Tconsigne (°C)	Angle de contact apparent final (°)	Durée de l'étalement (s)
<i>Cu</i>	95	282	45	1200
<i>Ag</i>	95	282	52	1200

Tableau 4-4 – Conditions expérimentales pour l'action de l'étain sur des substrat de cuivre et d'argent

Nous constatons pour ces essais que les équilibres de mouillage sont atteints pour un temps similaire de contact à chaud. L'analyse des zones interfaciales dans les deux cas, nous permet d'identifier le type de mouillage entrant en jeu dans ces configurations : le mouillage par formation d'un produit intermétallique à l'interface. Dans le cas du substrat de cuivre, les intermétalliques formés sont  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  et  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  comme l'ont décrit Sharif et al [SHA04] et dans le cas du substrat argenté, l'intermétallique formé est  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (cf. figure 4-10).

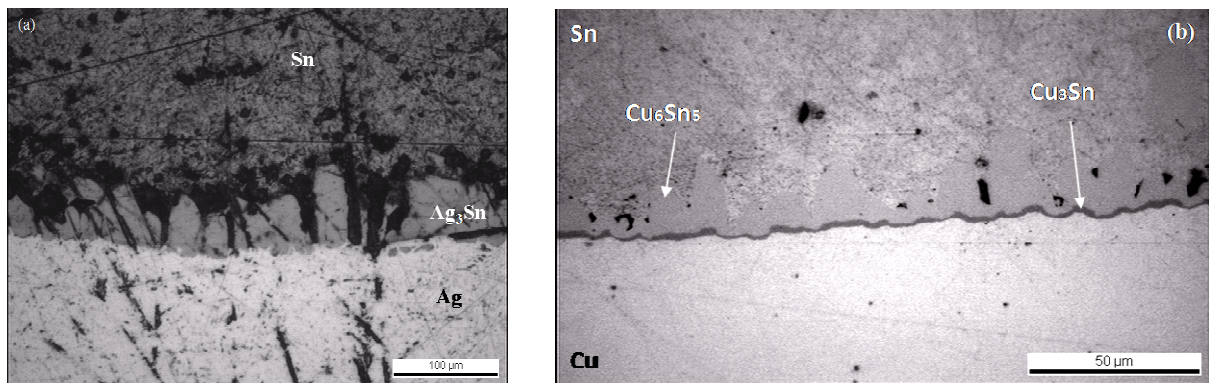


Figure 4-10 - Mouillage (a) de l'argent et (b) du cuivre par de l'étain pur

Si nous nous intéressons maintenant à la cinétique de mouillage sur ces deux substrats (cf. figure 4-11), nous constatons que le déclenchement de l'étalement et son ralentissement sont similaires dans les deux cas. Les temps aux ruptures de pentes pour l'évolution de l'angle de contact en fonction du temps pour les deux substrats sont également les mêmes. Ce sont donc les mêmes mécanismes réactionnels qui sont moteurs de mouillage dans ces essais. La nature du substrat étant différente dans ces deux cas, ce n'est pas la diffusion d'éléments du substrat dans le liquide de mouillage qui limite le mouillage. Nous pensons donc que c'est l'étain qui agit sur l'interface pour créer des intermétalliques ( $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ ,  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  ou  $\text{Ag}_3\text{Sn}$ ). L'étape limitante du mécanisme serait donc la diffusion de l'étain vers la zone de réaction interfaciale.

Le calcul aux premiers temps de mouillage nous permettent cependant de conclure de la dissolution du substrat est effectuée plus rapidement pour le substrat de cuivre,  $V_{I(Sn/Cu)} = 2,3 \mu\text{m/s}$ , que pour le substrat d'argent,  $V_{I(Sn/Cu)} = 0,95 \mu\text{m/s}$ , comme pour le plomb. Cette vitesse légèrement plus rapide permet également un meilleur étalement du liquide sur le substrat. Aux vues de ces résultats, il semble plus favorable d'utiliser un filament de cuivre pour effectuer nos essais d'enduction et nous nous intéressons maintenant à l'action commune de ces deux éléments sur le mouillage des substrats afin de conforter ce résultat.

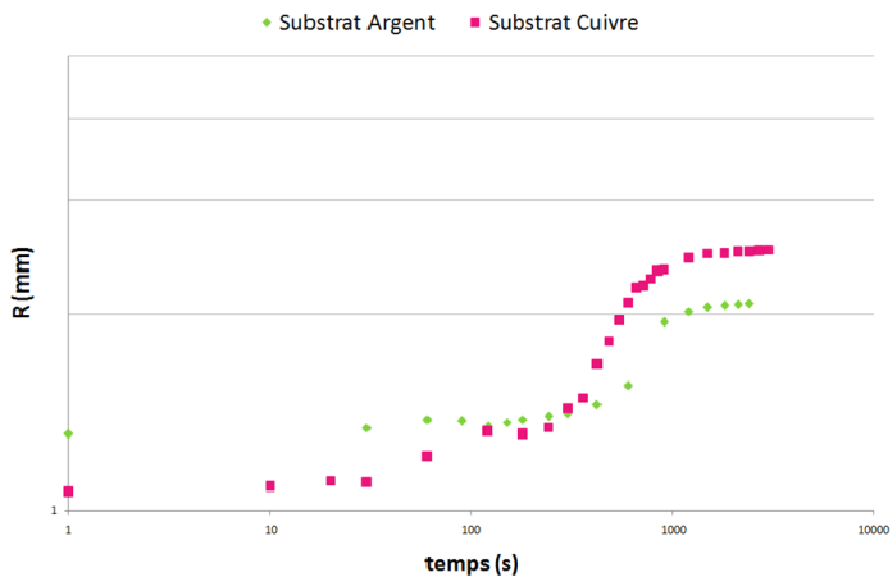


Figure 4-11 – Etalement (R) de l'étain pur sur un substrat de cuivre et d'argent en fonction du temps

#### 4.2.3 L'EUTECTIQUE PLOMB ÉTAIN

Nous avons vu précédemment que le plomb présente un mouillage non-réactif avec le cuivre et un mouillage par dissolution de l'interface avec l'argent alors que l'étain présente un mouillage réactif à formation de produits interfaciaux dans les deux cas. Nous utilisons maintenant un mélange de ces deux éléments d'alliage à composition eutectique placé du côté de l'étain sur le binaire Pb-Sn (annexe 2) afin d'identifier les mécanismes de mouillage qui entreront en jeu pour nos essais d'enduction. Pour cela, nous effectuons des essais de mouillage sur substrats de cuivre et d'argent préparés comme précédemment pour des alliages eutectiques préparés à partir des éléments purs et l'alliage eutectique en lingots qui nous servira pour nos essais d'enduction (lingots de brasure électronique) dont la pureté n'est pas assurée. Nous nommons ce dernier : eutectique pré-allié. Nous préparons également des substrats du cuivre et d'argent dits « oxydés ». Ces échantillons sont préparés comme



précédemment sauf qu'ils sont stockés à température et atmosphère ambiante pendant un mois avant de réaliser les essais. Les conditions expérimentales sont présentées dans le tableau 4-5.

Support	Masse d'eutectique (mg)	Tconsigne (°C)	Angle de contact apparent final (°)	Durée de l'étalement (s)
<i>Cu</i>	98	233	24	20
	95 (pré-allié)	233	12	25
<i>Ag</i>	95	233	58	300
<i>Cu oxydé</i>	98	233	90	900
<i>Ag oxydé</i>	98	233	75	720

Tableau 4-5 – Conditions expérimentales pour l'action de l'eutectique sur des substrat de cuivre, d'argent, de Cu et d'Ag oxydés

Nous notons que comme attendu la présence d'oxydes en surface ralentit et ne favorise pas le mouillage des substrats par le liquide. De plus, la présence conjointe du plomb et de l'étain dans l'alliage permet (pour une température de travail plus faible) d'accélérer le mouillage du substrat par l'eutectique plutôt que les éléments d'alliage séparés. Il apparaît ici que l'action combinée de mouillages est un atout pour l'étalement et l'équilibre final de l'alliage sur son substrat (cf. figure 4-13). Grâce à la figure 4-12, nous constatons que les produits interfaciaux créés par le contact à chaud sont les mêmes que pour le mouillage à l'étain. Cependant, le plomb a également exercé son action dans le mécanisme de mouillage car nous pouvons constater sur les clichés que la surface de l'argent proche de l'interphase est beaucoup plus perturbée que celle du cuivre. Nous pensons en effet que le plomb agit sur la surface d'argent pour arracher des particules qui précipitent avec l'étain pour former l'intermétallique  $Ag_3Sn$ . Ce constat expliquerait pour ce cas de figure l'accélération des mécanismes interfaciaux aux temps courts. Pour le substrat de cuivre, bien que le phénomène soit plus délicat à identifier, nous pensons que la surface étant moins perturbée et le plomb créant un flux interne vers l'interface pour générer son mouillage non-réactif, l'étalement est favorisé par co-entraînement des espèces vers la ligne triple.

L'étude de l'étalement de l'eutectique sur un substrat de cuivre montre que l'équilibre est atteint rapidement avec un large étalement et un faible angle de contact. La différence entre l'eutectique et l'eutectique pré-allié tient dans la pureté de l'eutectique ; l'eutectique pré-allié pouvant présenter des traces d'argent et d'agents mouillants pour le cuivre. Nous remarquons que l'eutectique pré-allié a le même comportement en étalement que l'eutectique pur. Nous

mesurons des vitesses initiales d'étalement de  $243 \mu\text{m/s}$  pour l'alliage pré-allié et de  $245 \mu\text{m/s}$  pour l'alliage pur contre seulement  $43,0 \mu\text{m/s}$  pour l'eutectique pur sur l'argent. Par contre la différence entre les deux alliages s'exprime sur l'angle de contact final atteint qui est plus petit dans le second cas. L'oxydation du cuivre est défavorable à l'établissement de cet étalement et le ralenti fortement avec une vitesse d'initiation de  $0,86 \mu\text{m/s}$ .

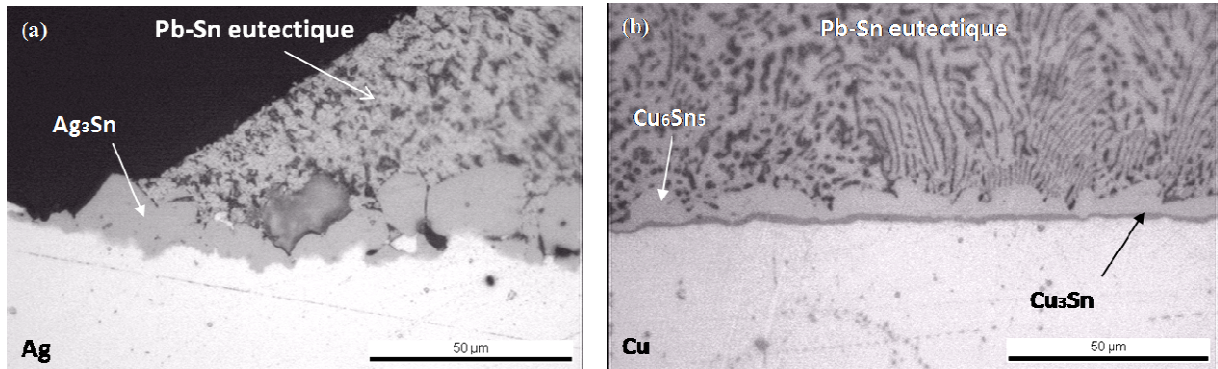


Figure 4-12 – Interface entre l'eutectique et les substrats

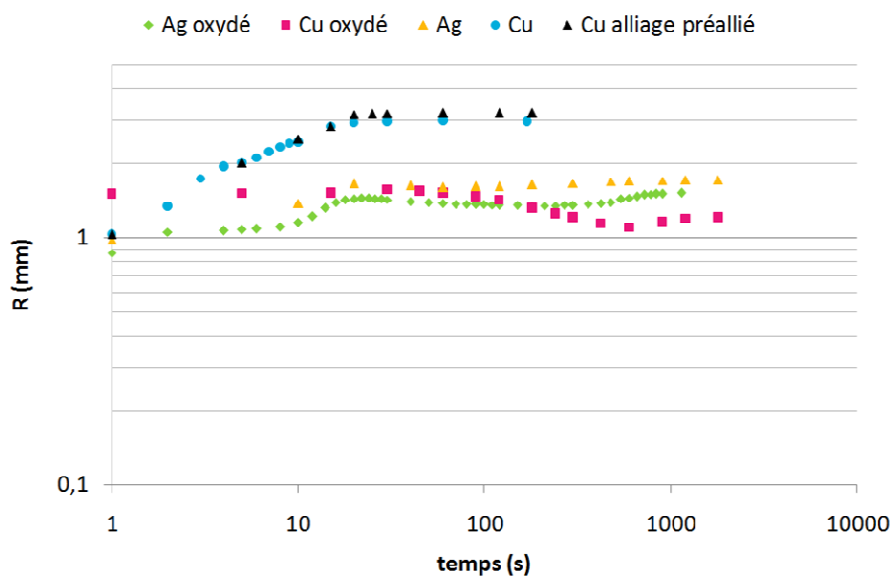


Figure 4-13 – Etalement de l'eutectique pur ou pré-allié sur différents substrats en fonction du temps

Pour ce qui est des substrats argentés, la différenciation des cinétiques d'étalement pour un substrat oxydé ou non est moins marquée. En effet, l'étalement final sur les deux substrats est similaire mais est plus lent à atteindre dans le cas du substrat oxydé, l'angle de contact d'avancée étant plus grand pour la surface oxydée. Nous notons cependant que les vitesses d'avancée initiale sont du même ordre de grandeur dans les deux cas avec  $V_{I(\text{PbSn}/\text{Ag})} = 43,0 \mu\text{m/s}$  et  $V_{I(\text{PbSn}/\text{AgO})} = 52,3 \mu\text{m/s}$ .

Cette étude nous a permis de mettre en évidence que l'action combinée du plomb et de l'étain permet un étalement plus rapide de l'alliage sur des substrats cuivrés et argentés que les éléments seuls. L'utilisation de filament de cuivre semble plus adaptée pour l'enduction au plomb-étain mais sous conditions. De son côté, l'utilisation d'un filament argenté semble indifférent aux faibles temps de contact entre un filament oxydé ou non. Nous allons donc tester les enductions de ces filaments afin de valider ces résultats et d'identifier les différences entre une enduction entre un fluide simple et un fluide métallique.

### **4.3 ENDUCTION DE FILAMENTS PAR UN FLUIDE METALLIQUE**

Nous entamons ici la partie qui se rapproche du cas réel : l'enduction de filaments par un fluide métallique. Nous allons commencer par expliquer le choix de l'utilisation de filaments de cuivre couvert d'argent, plutôt que le filament de cuivre malgré les résultats précédant grâce à l'étude de la cinétique de consommation des deux filaments dans l'eutectique porté à 200°C. Nous confirmerons ce choix par l'étude de coupes de filaments enduits pour les deux filaments à différentes vitesses et enfin nous détaillerons l'influence des différents paramètres d'enduction sur l'épaisseur emportée pour l'eutectique suivant le même schéma que pour l'eau. Nous terminerons cette partie par l'analyse de la stabilité de la gaine déposée suivant les régimes d'enduction.

#### *4.3.1 SELECTION DU FILAMENT POUR LES ENDUCTIONS*

Afin de sélectionner le meilleur filament pour notre analyse paramétrique, deux actions sont menées. Dans un premier temps, nous testons la cinétique de consommation de filaments plongés à différents temps dans un bain d'eutectique plomb-étain. Cette étude va nous permettre de vérifier la réactivité du bain avec nos supports mais surtout nous assurer que le filament ne sera pas consommé par son passage dans le bain en enduction. Le second temps détaillera quelques résultats préliminaires d'enduction avec les deux filaments.

##### *4.3.1.1 CINETIQUE DE REACTION AVEC LES FILAMENTS*

Comme nous l'avons dit précédemment nous testons ici la cinétique de réaction d'un bain de plomb-étain avec des filaments de cuivre et de cuivre couverts d'argent. Afin de réaliser cette étude nous découpons des morceaux centimétriques de filaments que nous allons tremper : 1 s, 5 s, 10 s, 15 s et 30 s dans le bain à 200°C. Deux lots sont réalisés pour chaque filament. Le premier lot est constitué de filaments non-traités et le second de filaments traités (Ag, Cu). Les filaments sont traités en série sur l'appareil d'enduction du laboratoire. En effet, nous

avons expliqué dans le chapitre 2 que pour l'enduction à l'eutectique plomb-étain, des tampons sont ajoutés sur le parcours du filament afin de le décaper (tampon imbibé d'acide chlorhydrique) et de le rincer (tampon imbibé d'éthanol). Les « filaments traités » sont donc, pour imiter ce traitement, trempés au préalable dans une solution d'acide chlorhydrique puis d'éthanol avec des temps de trempes inférieurs à 1 s, séchés puis insérés dans le bain.

Les résultats obtenus pour cette étude sont présentés sur la figure 4-14 qui représente l'évolution du diamètre du filament après trempage adimensionnée par le diamètre du filament brut en fonction de la racine carrée du temps. Nous pouvons constater que ces évolutions sont linéaires en fonction du temps pour la plage de temps testés pour les filaments autres que CuO qui présente un retard à la consommation que nous attribuons au temps nécessaire au plomb-étain pour percer la couche d'oxydes en surface du filament. Nous remarquons également que comme pour l'étude précédente le comportement du filament d'argent qu'il soit traité ou non a un comportement similaire au contact de l'eutectique. Par contre, l'étude réalisée présente une meilleure consommation du filament couvert d'argent que celui de cuivre alors que nous attendions l'inverse compte tenu des résultats de tests de mouillage. Nous en déduisons que le traitement prévu pour laver le filament n'est pas suffisant pour permettre la suppression de la couche d'oxydes en surface du filament. Nous effectuons ensuite des tests d'enduction avec le traitement du filament en série afin de confirmer ces résultats.

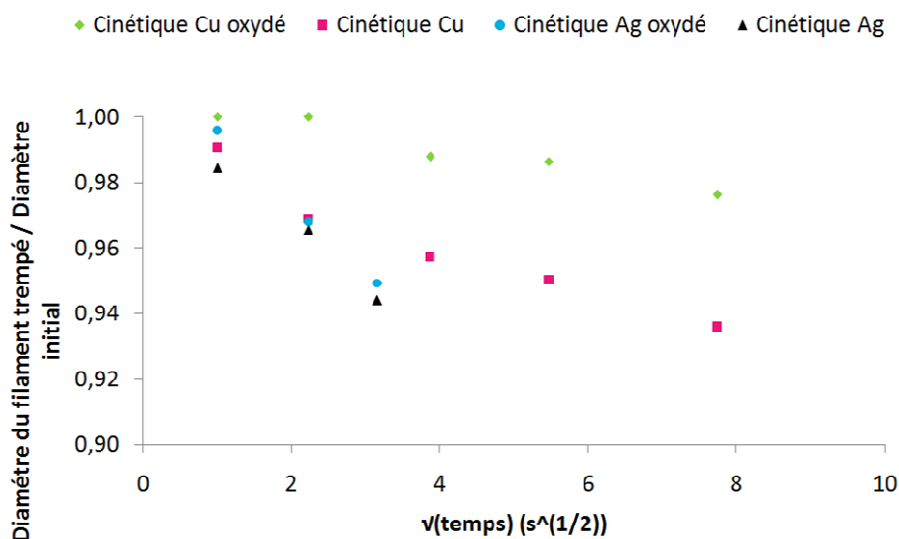
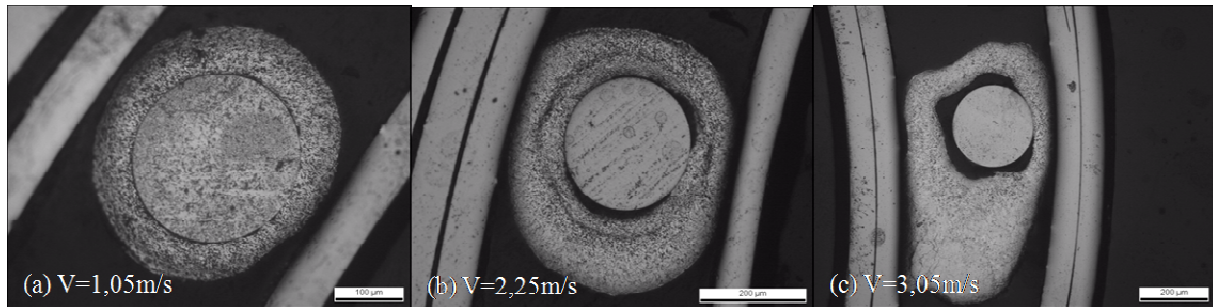


Figure 4-14 - Diminution du diamètre des filaments testés en cinétique en fonction de la racine carrée du temps de trempage

#### 4.3.1.2 FILAMENTS ENDUITS

Nous tenons à confirmer les observations précédentes par l'étude de coupes transversales de filaments enduits sur un filament de cuivre ayant subi le traitement en série et sur un filament d'argent non traité. Les tests sont réalisés pour un bain de plomb-étain de profondeur H de 20 mm. Nous nous assurons du maintien du niveau du bain d'enduction par la pesée à froid de l'eutectique avant l'expérience d'enduction et après.



**Figure 4-15 – Enduction de filaments de cuivre traités en série pour un bain de plomb-étain de H=20mm à 200°C**

La figure 4-15 présente les résultats de cette enduction avec un filament de cuivre traité pour différentes vitesses d'enduction. Nous remarquons sur ces coupes que le filament et sa gaine sont non-adhérents l'un par rapport à l'autre et qu'aucune zone interfaciale n'est observée dans la zone de la gaine proche de l'interface (cf. figure 4-17(a)). Nous en déduisons donc que le temps de contact entre le filament et le bain est insuffisant pour initier le mouillage du filament (temps de passage de 19 ms pour  $V = 1,05 \text{ m/s}$  et 6,6 ms pour  $V = 3,05 \text{ m/s}$ ). De plus, lors des essais, nous avons pu constater un bullage du bain ce qui indique soit que le séchage du filament n'est pas assez efficace et que les produits de séchage s'évaporent au contact du bain chaud, soit que le défaut de mouillage entre l'eutectique et l'alliage entraîne le piégeage d'air à l'entrée du filament dans le bain. Nous testons donc l'enduction de filaments de cuivre sans traitement et nous ne constatons plus de bullage du bain, mais les coupes de filaments enduits présentent la même morphologie. Le bullage était donc dû au dispositif de traitement mis en place sur le banc d'essai. Les enductions sur le filament de cuivre brut ne permettent pas de savoir si la présence d'un espace entre le filament et l'eutectique est consécutif à l'emport d'air dans ce cas non mouillant ou à l'organisation du volume de l'eutectique compte tenu de sa solidification. L'emport d'air ayant été indentifié principalement pour des fluides visqueux [BEE04], nous pensons donc préférentiellement à la seconde solution. Le traitement du filament n'est pas adapté pour les essais que nous souhaitons mener et les résultats pour l'enduction de filaments de cuivre est un cas d'enduction non-mouillant. Afin de nous approcher au mieux du cas de figure et de

l'application que nous visons, nous nous intéressons aux enductions pour le filament couvert d'argent.

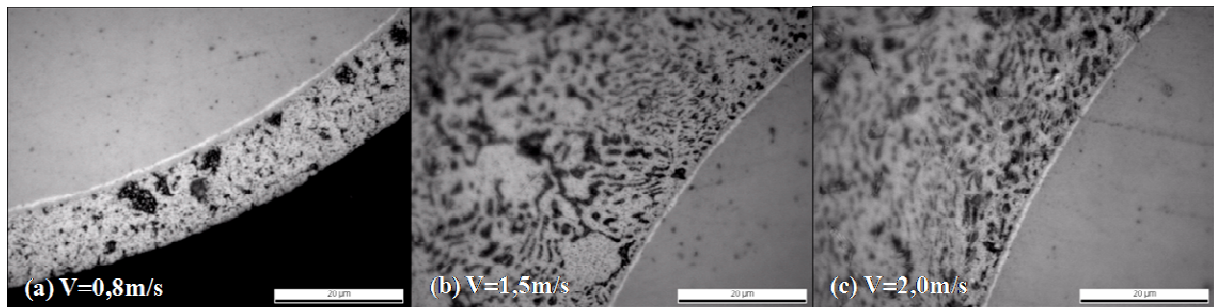


Figure 4-16 - Enduction de filaments argentés traités en série pour un bain de plomb-étain de H=20mm à 200°C

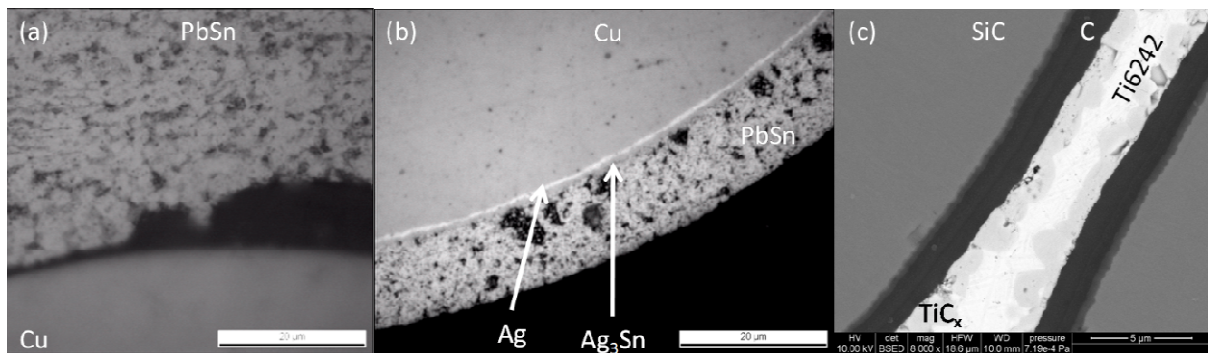


Figure 4-17 – Zones interfaciales (a) d'un filament de cuivre traité gainé de  $PbSn_E$ , (b) d'un filament de cuivre couvert d'argent gainé de  $PbSn_E$  et (c) comparaison avec un filament SCS-6 gainé de Ti6242

La figure 4-16 représente des vues rapprochées de l'interface de filaments enduits par l'eutectique à différentes vitesses. Cette représentation nous permet de conclure que quel que soit le temps de passage du filament dans le bain d'enduction, le mouillage du filament par l'eutectique est réalisé. Nous constatons en effet que la gaine d'eutectique adhère au filament et qu'une zone de réaction est visible entre la couche d'argent résiduelle et l'eutectique. L'analyse de cette couche nous permet de constater que l'intermétallique formé est bien celui attendu suite aux essais de mouillage (cf. figure 4-17(b)). De plus, la mesure de l'épaisseur résiduelle d'argent autour du filament de  $0,7 \mu m$  constante quelque soit la vitesse d'enduction nous permet de conclure que la couche  $Ag_3Sn$  agit comme une barrière de diffusion limitant l'expansion de la couche interfaciale. Cette configuration de mouillage par formation d'un produit interfacial jouant le rôle de barrière de diffusion constitue une situation similaire à celle de l'enduction de filament SCS-6 par du titane 6242 liquide comme montré en figure 4-17(b) et (c). L'étude de l'influence du mouillage des filaments en enduction peut donc être

réalisée par l'utilisation de ce système afin d'identifier la configuration à utiliser en enduction à grande vitesse pour le procédé Snecma.

La double étude de la cinétique de consommation des filaments et d'essais d'enduction nous permet de conclure que c'est le filament de cuivre couvert d'argent qui permettra la meilleure approche pour l'étude de l'enduction par un fluide métallique compte tenu de l'étude que nous souhaitons mener. Maintenant que le filament d'étude est sélectionné, nous nous intéressons aux épaisseurs déposées en enduction ainsi qu'aux régimes d'enduction pour ce fluide.

#### *4.3.2 ENDUCTION DE FILAMENTS ARGENTES PAR DE L'EUTECTIQUE PLOMB-ETAIN*

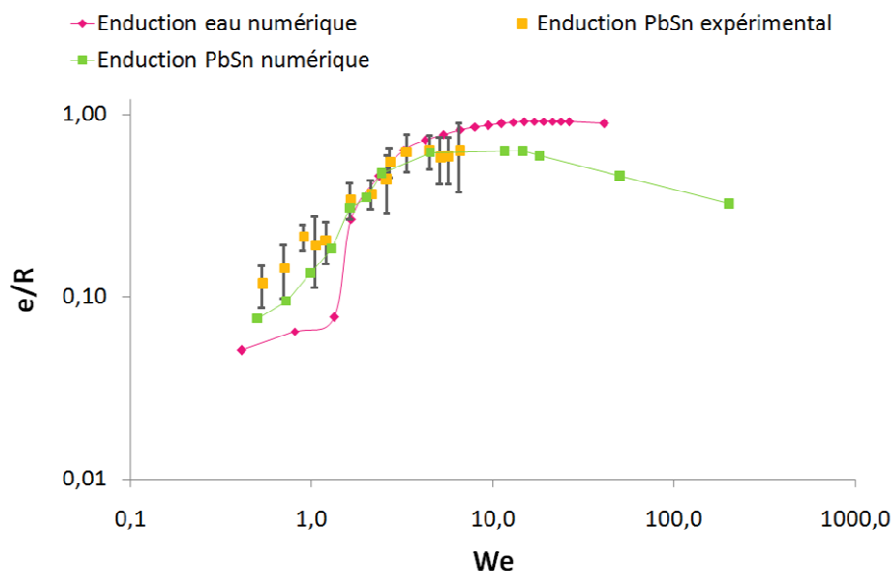
##### *4.3.2.1 LES RÉGIMES*

Nous étudions dans un premier temps, l'enduction de filaments argentés traversant une hauteur de bain de 20 mm de plomb-étain maintenu à 200°C pour une configuration verticale ( $\alpha=90^\circ$ ). L'étude est réalisée expérimentalement et numériquement et les résultats obtenus pour l'épaisseur adimensionnée en fonction du nombre de Weber sont présentés sur la figure 4-18 et en fonction du nombre capillaire sur la figure 4-19. Nous retrouvons également sur ces figures, les résultats numériques pour une enduction à l'eau dans la même configuration. Le premier constat est que l'existence des quatre régimes d'enduction identifiés pour l'eau est également observable pour le fluide métallique, trois d'entre eux sont doublement confirmés par les études numériques et expérimentales et le quatrième par l'étude numérique. Les différences notables sont que le saut visco-inertiel est moins important, qu'il a une plage d'existence en nombre de Weber plus faible et que le régime de couche limite est atteint pour un plus petit nombre de Weber.

Le régime visco-capillaire pour l'eutectique plomb-étain est marqué par l'emport de plus grandes quantités de fluides que pour l'eau bien que la tension de surface gouvernant ce régime soit plus grande pour ce fluide. Nous en déduisons que c'est l'augmentation de la viscosité du fluide qui permet ce résultat, l'augmentation des autres caractéristiques du fluide ayant l'effet inverse.

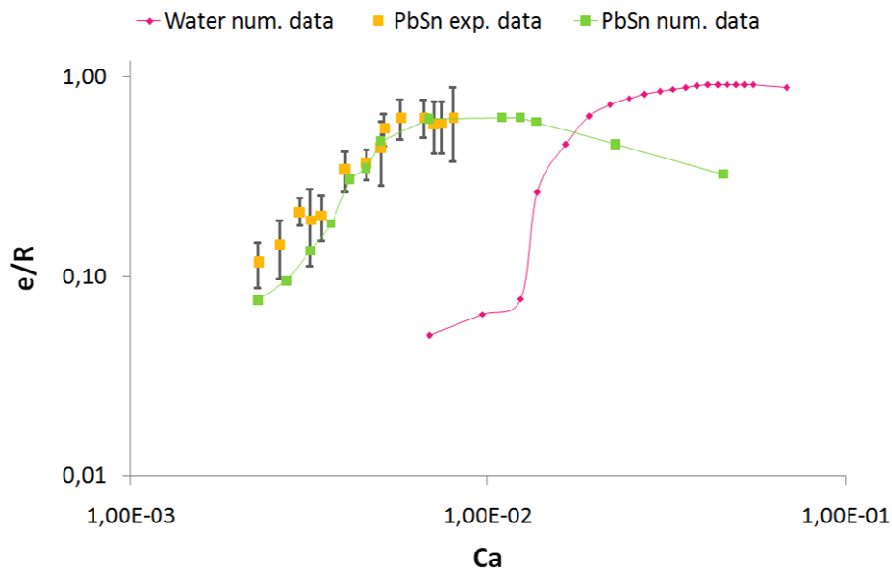
Comme pour l'eau, le début du régime visco-inertiel est marqué par l'atteinte de  $We = 1$ , c'est donc bien le même équilibre de forces qui est responsable de l'augmentation de la quantité de fluide emportée pour un fluide métallique. La fin du régime visco-inertiel est marquée par l'atteinte de la déformabilité maximale du ménisque dynamique autorisée par les forces

agissant sur celui-ci. Comme nous sommes dans les mêmes conditions de procédé entre l'enduction à l'eau et celle au plomb-étain : même profondeur de bain, même rayon de filament et même atmosphère, nous en déduisons que c'est la tension de surface de l'eutectique qui limite l'expansion du ménisque dynamique, limitant ainsi la plage d'existence de ce domaine. L'épaisseur asymptotique emportée est de ce fait plus faible pour le fluide métallique compte tenu de sa tension de surface. Ensuite l'égalité entre l'épaisseur asymptotique et l'épaisseur de la couche limite efficace pour l'enduction est atteinte et l'épaisseur emportée décroît à partir de  $We = 15$  (ce résultat est issu des résultats numériques). Il apparaît que cette jonction est atteinte pour un plus petit nombre de Weber dans le cas de l'eutectique car le rapport  $\sqrt{\eta/\rho}$  est plus petit pour ce fluide, notamment à cause de la masse volumique du fluide importante. L'analyse de la figure 4-19 permet de calculer l'épaisseur de plomb-étain emportée à  $Ca=0,04$ . Cette épaisseur est bien telle que  $e/R=0,33$  et est une épaisseur du régime de couche limite. L'analyse préliminaire permet bien de trouver les ratios  $e/R$  à  $Ca=0,04$  pour les fluides dont les propriétés sont dans la plage de paramètres testés mais ne nous permet pas d'identifier le régime pour lequel ces épaisseurs sont obtenues. Nous notons que pour cette configuration l'épaisseur de couche limite est de  $1,6\delta$  contre  $2,0\delta$  pour l'eau dans la même configuration. Nous en déduisons que ce préfacteur est également dépendant des propriétés du fluide.



**Figure 4-18 – Evolution de l'épaisseur adimensionnée en fonction du nombre de Weber pour une enduction à l'eau et à l'eutectique pour un bain de 20mm de profondeur.**





**Figure 4-19 - Evolution de l'épaisseur adimensionnée en fonction du nombre capillaire pour une enduction à l'eau et à l'eutectique pour un bain de 20mm de profondeur.**

Maintenant que les remarques sur l'établissement des régimes sont réalisées, nous nous concentrons sur les différences et similitudes entre l'enduction numérique et celle expérimentale. Nous pouvons conclure que le mouillage du filament par l'eutectique est influent aux petites vitesses mais pas aux grandes vitesses d'enduction (cf. figure 4-19). Aux grandes vitesses d'enduction, du milieu du saut visco-inertiel au plateau asymptotique, nous trouvons que les valeurs expérimentales et numériques de l'épaisseur adimensionnée par le rayon du filament sont les mêmes. Nous en concluons que ces épaisseurs sont le résultat d'une interaction fluide indépendamment du mouillage et que la valeur théorique de la tension de surface choisie pour effectuer nos simulations numériques est bien celle de l'eutectique expérimental. En effet, si la valeur de la tension de surface pour le numérique avait été surévaluée par rapport à l'expérimental, nous observerions des différences notables pour l'établissement du régime visco-inertiel et pour l'atteinte de l'épaisseur asymptotique entre l'expérimental et le numérique ce qui n'est pas le cas. Il reste cependant évident que des oxydes se forment en surface du bain d'eutectique mais nous excluons leur participation à la formation du ménisque dynamique. En effet, il a été montré pour la présence de tensio-actifs en surface d'un bain d'enduction que tant que la concentration de ces composés en surface est inférieure à une concentration critique, ils sont advectés loin du ménisque dynamique par le flux interne du bain [HOM11] et ne participent pas à la formation du ménisque dynamique. L'oxydation du bain est rejetée loin du ménisque dynamique de la même façon, les oxydes sont advectés vers les bords du bain par son flux interne. Cette remarque est confirmée par les

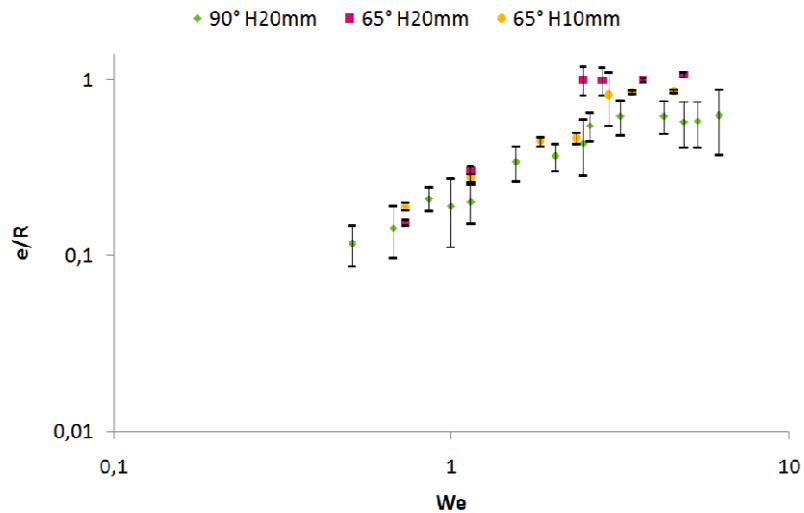
travaux de Defaye et al. [DEF11] qui étudient la formation et la répartition d'oxydes en surface d'un alliage métallique mis en fusion par un champ électromagnétique. Cette étude montre que le champ électromagnétique crée un courant fluide au sein du bain métallique et que les oxydes formés en surface sont advectés vers les bords du récipient contenant le fluide en fusion. La tension de surface de l'eutectique est donc dans nos essais peu perturbée. Aux grandes vitesses, le mouillage n'influe pas sur l'épaisseur emportée et nous pouvons obtenir ce résultat grâce au passage centré imposé au filament. Dans le cas de l'enduction au titane, nous verrons que le mouillage est important car s'il n'est pas activé, le filament est rejeté de la charge de titane en fusion.

Maintenant si nous revenons sur la différence entre les épaisseurs emportées aux petites vitesses, nous constatons que les épaisseurs expérimentales sont supérieures à celles attendues par la loi LLD. Si les épaisseurs emportées étaient le résultat simple de l'interaction du fluide avec le filament, elles seraient similaires à la loi. Nous attribuons donc cet épaississement au mouillage du filament. Nous pensons que cet épaississement est principalement dû à la couche réactionnelle qui agit par son volume ( $e=0,66\pm 0,16 \mu\text{m}$ ) et par sa rugosité. Quéré a en effet montré que dans le cadre du régime visco-capillaire LLD l'augmentation de la rugosité du substrat va de paire avec l'augmentation de l'épaisseur emportée [QUE]. Les épaisseurs emportées étant faibles dans ce régime, elles sont directement impactées par cette couche interfaciale. Ce volume est toujours existant pour les épaisseurs emportées aux grandes vitesses mais négligeable devant la quantité de fluide emportée, l'épaississement n'est donc plus visible.

Nous en déduisons que les propriétés du fluide ont une influence sur les domaines d'existence des régimes d'enduction qui eux sont invariant pour des fluides peu visqueux. De son côté, le mouillage réactif par formation d'un intermétallique influe sur l'épaisseur emportée pour les petites vitesses par le volume et la forme de la couche interfaciale. Nous testons maintenant expérimentalement l'influence de l'angle d'enduction et de la profondeur du bain.

#### *4.3.2.2 INFLUENCE D'UN ANGLE ET DE LA PROFONDEUR DU BAIN*

Comme pour l'eau, nous testons l'influence de la profondeur du bain et de l'angle d'enduction pour ce fluide. Nous constatons sur la figure 4-20 que les conséquences de l'augmentation de la profondeur du bain sont les mêmes que pour l'eau ainsi que la diminution de l'angle d'enduction.



**Figure 4-20 - Evolution de l'épaisseur adimensionnée en fonction du nombre de Weber pour une induction à l'eutectique pour un bain de 20mm de profondeur pour  $\alpha=90^\circ$  et  $\alpha=65^\circ$ .**

Nous notons en effet un épaissement de la gaine emportée par la diminution de l'angle d'induction et/ou l'augmentation de la profondeur du bain. Nous notons cependant que le gain en épaisseur est moins grand pour l'eutectique que pour l'eau par l'augmentation de la profondeur du bain ou la diminution de l'angle d'induction. Nous attribuons ce constat à l'augmentation de la tension de surface car nous sommes dans une configuration pour laquelle cette tension est environ sept fois plus intense que pour l'eau et à Weber équivalent les vitesses de défilement du filament sont plus faibles. La conséquence de cela est que le flux de fluide entrant dans le ménisque dynamique est moins intense et le ménisque dynamique moins déformable à cause de la tension. Il en résulte que les paramètres de profondeur du bain et d'angle sont moins impactants sur l'épaissement de l'épaisseur emportée bien qu'existants.

Les comportements fluides et les compétitions entre les forces restent bien les mêmes pour les deux fluides. Un fluide de faible viscosité quelconque devrait donc également suivre la même tendance. Cependant, l'analyse effectuée met en avant la tension de surface comme étant le limitateur principal pour l'atteinte d'une induction épaisse dans le plateau asymptotique. Il semblerait également que le rapport  $\sqrt{\eta/\rho}$  soit déterminant pour l'existence du plateau asymptotique. Plus ce rapport sera petit, plus la jonction entre le régime asymptotique et le régime de couche limite sera atteinte pour un petit nombre de Weber pouvant entraîner une transition directe entre le régime visco-inertiel et le régime de couche limite dans certains cas (toujours dans le cadre de fluides peu visqueux et des inductions pour lesquelles le nombre de Bond est petit). Maintenant que la compréhension sur la succession des régimes est réalisée, nous nous intéressons à la stabilité de la gaine suivant les régimes.

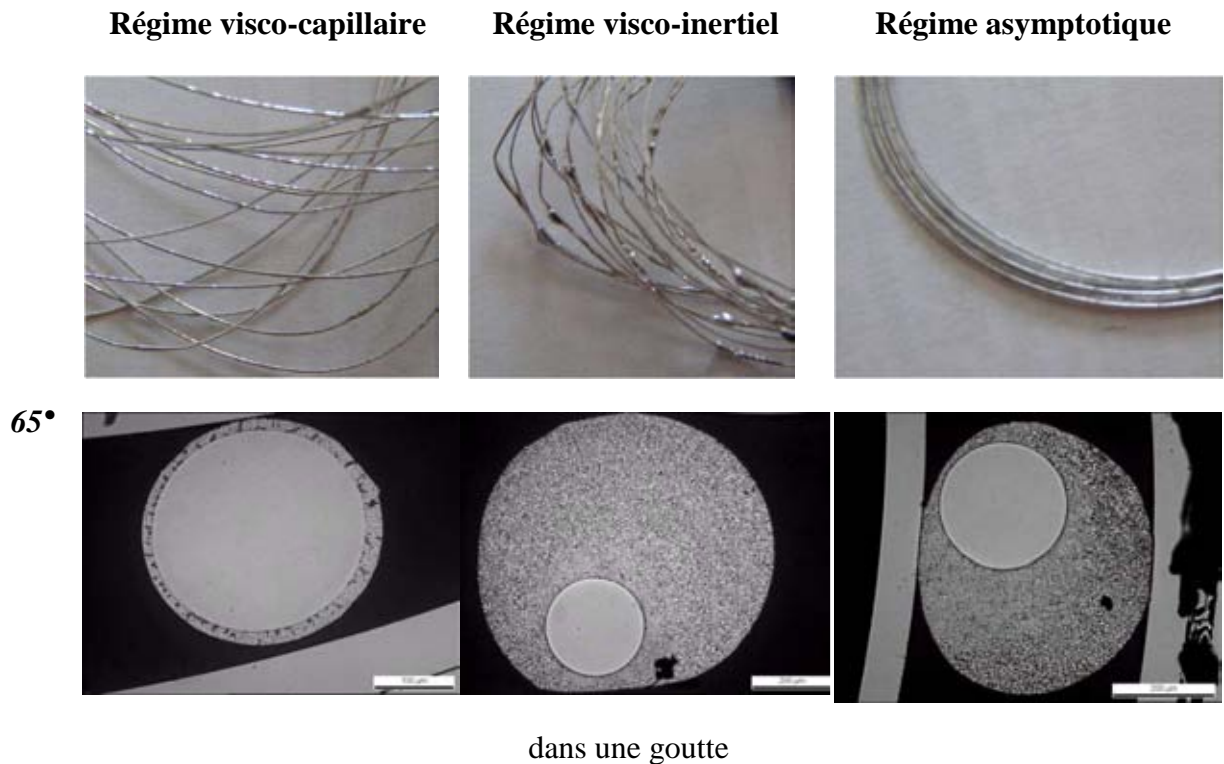
### 4.3.3 STABILITE DE LA GAINE DE METAL

Le principal avantage de l'utilisation du fluide métallique par rapport à l'eau pour les enductions est que la gaine reste figée sur les filaments. Il est donc plus aisé de caractériser le caractère stable ou instable de la gaine. La figure 4-21 présente des photos de différents filaments toujours réalisés pour une profondeur de bain de  $H=20\text{mm}$  dans les régimes d'enduction, aucun essais expérimental n'ayant été fait dans le régime de couche limite, il n'est pas représenté dans ce tableau. Les coupes transversales correspondant à ces filaments sont également présentés afin d'observer la concentricité ou non du filament avec sa gaine.

Nous constatons que les filaments enduits dans le régime visco-capillaire ont une gaine déstabilisée d'excroissances faibles et régulièrement réparties. Cette formation régulière de perles présente un espacement régulier de 0,5 à 1 mm selon la vitesse d'enduction. Nous pensons que cette formation régulière résulte d'un mécanisme de déstabilisation tenant ses origines dans les déformations de Plateau-Rayleigh mais dont l'espacement est plus important compte tenu de la vitesse du fluide dans la gaine. En effet, les déformations de Plateau-Rayleigh exposées dans le chapitre 1 sont le résultat de la mise en mouvement du fluide statique par un gradient de pression local dont la force motrice est la tension de surface résultant en la formation de gouttes compte tenu de cette tension de surface. Il apparaît donc facilement que si le fluide dans cette gaine est déjà en mouvement, il faut que le flux généré par la tension de surface soit plus intense que celui pré-existant dans la gaine pour pouvoir former les déstabilisations. Ces déstabilisations interviennent donc à une hauteur pour laquelle la surface extérieure du fluide est fortement ralentie par rapport au fluide en contact direct avec le filament. Cette hauteur est d'autant plus importante que la vitesse augmente (toujours dans le régime visco-capillaire).

Pour le régime visco-inertiel, les expulsions sporadiques du ménisque interviennent et sont d'amplitude plus importantes mais de fréquence moindre que pour l'eau compte tenu de l'augmentation de la tension de surface et de la viscosité. Cependant, nous notons que ce n'est pas la mobilité du fluide qui induit cette conséquence car elle est ici diminuée par rapport à l'eau compte tenu de la forte masse volumique de l'eutectique. Ce phénomène est ici à imputer directement à la tension de surface qui implique une forte accumulation de matière en pied de ménisque pour pouvoir contrer la courbe naturelle du ménisque dynamique. De plus, comme nous l'avons cité précédemment les vitesses d'enduction à nombre de Weber équivalent sont plus faibles pour l'eutectique, l'accumulation est donc plus lente et le rythme d'expulsion est diminué. L'effet stabilisateur de la masse volumique n'intervient pas dans ce

régime mais agit bien dans le régime asymptotique pour lequel la gaine de fluide est très stable. Nous notons également qu'un angle d'enduction plus petit permet de limiter le phénomène d'expulsions sporadiques en amplitude et va de paire avec une meilleure stabilisation de la gaine de fluide mais l'enduction n'est pas concentrique pour les grandes vitesses.



**Figure 4-21 - Gaine d'eutectique et régimes d'enduction**

L'analyse de la stabilité de l'épaisseur nous confirme que le régime asymptotique est le régime qui permet l'emport d'un film épais de fluide peu ou pas déstabilisé. Cette étude permet de mettre en avant le fait que le manchon de fluide en régime visco-capillaire est déformé selon un mode de Plateau-Rayleigh particulier à l'enduction quand la tension de surface est suffisamment grande pour permettre la déstabilisation. Nous avons également constaté que le phénomène d'expulsions sporadiques bien que limité en domaine d'existence existe bien et est d'amplitude plus importante et de fréquence plus faible.

#### **4.4 CONCLUSIONS**

La double approche numérique et expérimentale de l'enduction d'un filament de cuivre couvert d'argent permet l'étude de l'influence des propriétés du fluide sur l'enduction ainsi que celle du mouillage réactif par formation d'un produit interfacial.

Une étude préliminaire a permis de montrer que la couche limite développée dans le bain d'enduction suit une loi de type Blasius par la variation de la viscosité du fluide mais que l'augmentation de la masse volumique du fluide peut entraîner une déviation à cette loi par l'augmentation de la couche limite. Nous avons également mis en évidence qu'au-delà de  $Re_L=2.10^4$  et  $Re_T=200$ , les circulations de fluide dans le bain sont accélérées et créent des déstabilisations de la couche limite de faible amplitude et fréquence. Ces déstabilisations sont cependant trop peu fréquentes pour pouvoir être à l'origine des expulsions sporadiques mais pourraient être à l'origine de variations de l'épaisseur de fluide emporté sur des longs temps de manipulation. Nous confirmons donc ici que les expulsions sporadiques sont la conséquence d'un phénomène strictement interfacial.

De plus, les différents essais de mouillage ont permis de mettre en évidence les mécanismes de mouillage intervenant pour l'eutectique plomb-étain en contact liquide avec des substrats de cuivres ou argentés. Suite à cette étude, il apparaît que la combinaison de mouillages différents permet un étalement accéléré de l'alliage sur les substrats. Le substrat de cuivre semblait le plus approprié pour l'étude que nous souhaitons mener. Cependant, l'étude de la cinétique de consommation des filaments dans un bain d'eutectique à 200°C nous a permis de constater que le traitement du filament de cuivre n'était pas suffisant pour permettre l'enduction de l'eutectique sur un filament désoxydé. De plus, des premiers tests avec le filament d'argent ont permis de constater que son enduction permettait l'initiation du mouillage réactif et donc le test de l'influence du mouillage dans une configuration similaire à celle que nous souhaitons approcher.

L'enduction des filaments a ensuite permis à la fois de comprendre l'influence des propriétés du fluide sur l'établissement des régimes, l'épaisseur emportée et sa stabilité suivant différents paramètres du procédé. En effet, nous avons mis en évidence que l'augmentation de la viscosité entraîne un épaississement de la gaine emportée et facilite l'advection de la couche limite en pied de ménisque permettant l'expulsion d'excroissances plus importantes dans le régime visco-inertiel. De son côté, l'augmentation de la masse volumique a l'effet inverse : l'épaisseur emportée est plus faible et l'advection en pied de ménisque est limitée. Nous utilisons alors un critère qui est la racine carrée de la viscosité cinématique du fluide afin de quantifier l'influence de ces paramètres d'un fluide par rapport à l'autre. Nous avons mis en évidence que la diminution de ce critère va de paire avec la diminution de la plage d'existence du régime asymptotique, la jonction entre l'épaisseur asymptotique et celle de la couche limite efficace étant atteinte pour un nombre de Weber plus petit. Pour finir

l'augmentation de la tension de surface à plusieurs conséquences tenant leurs origines dans l'application d'une contrainte plus importante en pied de ménisque. Cette contrainte limite la déformabilité du ménisque dynamique entraînant l'enduction de plus petites épaisseurs asymptotiques et une transition entre le régime visco-inertiel et asymptotique plus précoce. Nous comprenons alors que cette augmentation implique également le développement d'expulsions sporadiques plus importantes et moins fréquente en régime visco-inertiel. De plus, nous identifions que c'est également la tension de surface qui est responsable du faible saut entre les épaisseurs asymptotiques emportées avec la profondeur du bain augmentant ou l'angle d'enduction diminuant. Enfin, la forte tension de surface des fluides métalliques est également responsable de déstabilisation de la gaine de fluide déposée en régime visco-capillaire.

De son côté le mouillage réactif par formation d'un composé interfacial semble avoir une influence sur l'épaisseur emportée que pour le régime visco-capillaire. Cette analyse nous permet de poser les bases des réflexions que nous utilisons pour la compréhension de l'enduction de filaments SCS-6 par du titane Ti6242 liquide. Nous notons que pour ce fluide la tension de surface est double par rapport à celle de l'eutectique plomb-étain, les contraintes dues à la tension de surface sont donc exacerbées. La seconde différence principale est que le filament n'a pas un passage centré dans le bain imposé, il est donc mobile dans la charge de titane suivant les efforts qui s'exercent sur lui. Nous étudions donc dans la suite de nos travaux la possibilité d'enduire le filament de SCS-6 dans le plateau asymptotique numériquement puis nous testons les configurations trouvés dans le procédé réel.





## 5 ENDUCTION DE FILAMENTS SCS-6 PAR DU TITANE

### LIQUIDE

\*\*\*\*\*

Les études précédentes ont permis de mettre en évidence les différents régimes d'emport en enduction ainsi que les paramètres influents pour l'atteinte du plateau asymptotique d'enduction. Nous allons donc détailler ici l'application de ces résultats sur l'enduction à grande vitesse de filaments de carbure de silicium par un alliage de titane liquide. Pour cela, nous allons dans un premier temps effectuer l'étude numérique de ce système afin de déterminer les paramètres idéaux d'enduction. Puis, nous verrons que compte tenu des paramètres obtenus, l'élaboration de composites n'est toujours pas possible notamment à cause d'un défaut de mouillage entre le filament et l'alliage liquide. Nous effectuons donc une étude de mouillage de l'alliage de titane Ti-6242 sur différents supports céramiques afin d'estimer les vitesses initiales de mouillage entre l'alliage et ces substrats. Cette étude nous amène également à réfléchir sur le choix de l'alliage de titane pour réaliser les enductions ainsi que celui du filament et de la nature de sa surface. Des tests de mouillage de différents alliages de titane et d'autres supports sont donc réalisés. Enfin, nous testons les solutions proposées suite à ces études dans l'EGV et les filaments obtenus sont présentés.

#### 5.1 ENDUCTIONS ET PARAMETRES DU FLUIDE

##### 5.1.1 PROPRIETES DU TI-6242 ET LE BAIN DE TITANE

Nous proposons ici de revenir sur les propriétés de l'alliage de titane (cf. tableau 5-1) pour comprendre l'établissement de la couche limite grâce à l'étude réalisée en 4.1.2. Nous constatons que la viscosité et la masse volumique de ce fluide entrent en compte dans l'étude réalisée précédemment, nous pouvons donc utiliser directement les résultats précédents. La tension de surface de l'alliage est quant à elle bien supérieure à celle des précédents fluides.

Fluide	Température (°C)	Viscosité (mPa.s)	Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	Tension de surface (N.m <sup>-1</sup> )
<i>Ti-6242</i>	1650	2,0	4506	1,5

Tableau 5-1 – Propriétés du Ti-6242 à sa température d'utilisation

Compte tenu de la masse volumique de ce fluide, nous nous plaçons à la limite de la déviation au comportement de type Blasius (cf. figure 4-2), l'épaisseur de la couche limite dépend donc

du paramètre de Blasius,  $\delta$ . Ces paramètres physiques du fluide nous amènent à considérer des plages de Reynolds pour  $Re_L$ ,  $1.10^4 \leq Re_L \leq 5.10^5$  et pour  $Re_T$ ,  $70 \leq Re_T \leq 1000$ . Ces plages sont larges et les vitesses d'induction supérieures à  $1,3 \text{ m.s}^{-1}$  combinées à des profondeurs de bain supérieures à 10 mm verront l'apparition de déstabilisations du bain de fluide. Ces déstabilisations sont dans le cas idéal de faible amplitude et fréquence mais peuvent avoir une influence lors de l'induction en continu du filament. En outre, ces déformations spontanées du flux dans le bain de titane ne sont pas les seules à intervenir. La fusion du titane étant assurée par un creuset à froid, la sphère de liquide formée n'est pas parfaite ni stable au cours du temps. Cette influence n'est pas quantifiée dans ce travail pour l'établissement de la couche limite mais ces instabilités sont causes de perturbations du flux généré par le filament et de la stabilité interfaciale. Il peut en résulter des formations d'expulsions ou d'excroissances localisées, surtout dans le cas d'inductions déjà défavorisées, comme l'induction dans le régime visco-inertiel.

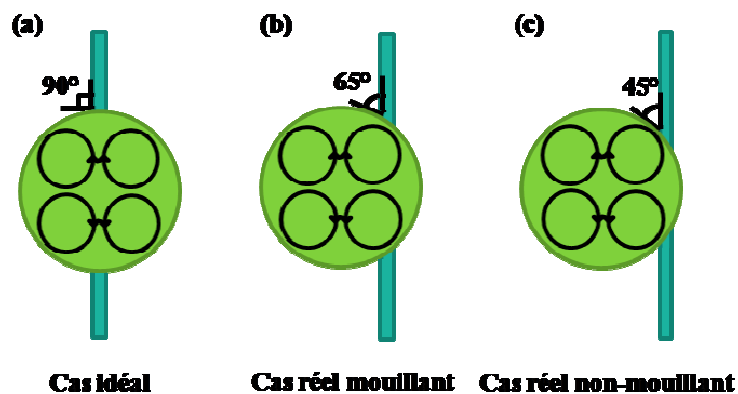


Figure 5-1 – Angle d'induction liés au mouillage filament/alliage et flux induit par le champ électromagnétique

De plus, compte tenu du système de mise en fusion, un brassage électromagnétique allant de paire avec un brassage du fluide intervient au sein de la charge impactant sur la formation de la couche limite dans le bain notamment selon la position du filament dans ce dernier (cf. figure 5-1). Ce brassage entraîne la formation de quatre vortex dont les vitesses de circulation sont estimées de l'ordre du centimètre à la dizaine de centimètres par seconde. Ces vitesses sont plus faibles que celle imposées par le filament lors de son passage dans le bain mais interviennent sur la formation de la partie peu énergétique de la couche limite développée dans le bain qui comme nous l'avons vu précédemment, influe sur la déformation du ménisque dynamique et sur l'accumulation de fluide en son pied. Ainsi, nous observons selon

la position du filament dans le bain un épaissement ou une diminution de la couche limite en pied de ménisque.

De plus, la forme de la charge est également motrice de problématiques car les variations locales de la position du filament dans le bain entraînent de fortes variations de profondeur du bain traversé par le filament. Une alternance de position qui irait d'une profondeur faible à une forte profondeur et reviendrait à sa position initiale entraînerait la formation d'expulsions et ce quel que soit le régime d'enduction. En effet, une augmentation puis une diminution abrupte de la profondeur du bain entraîne des variations d'épaisseur emportée. Une étude est à ce jour réalisée pour générer une lévitation inductive d'une charge plate afin de limiter cet effet et de limiter les expulsions sporadiques qui sont d'amplitude plus faible en profondeur de bain plus faible.

Cette analyse nous permet de comprendre que dans le cas de l'enduction au titane, il n'est pas aisé d'identifier directement la couche limite développée réelle dans le bain d'enduction. Nous allons donc dans un premier temps vérifier numériquement le comportement en enduction du titane puis comparer ce comportement à des cas réels.

### *5.1.2 ENDUCTIONS NUMÉRIQUES AU TITANE*

Les résultats présentés ici (cf. figure 5-2) sont obtenus numériquement pour l'enduction d'un fluide ayant les propriétés du titane sur une fibre de rayon de  $70\ \mu\text{m}$  (comme le filament SCS-6). L'entrée dans le régime visco-inertiel est toujours caractérisée par l'atteinte de  $We = 1$ . Nous constatons que l'action de la tension de surface suit bien les comportements décrits précédemment. En effet, la capacité maximale d'enduction est fortement réduite (cf. tableau 5-2) et l'atteinte du régime asymptotique d'enduction est observée pour un nombre de Weber plus faible ( $We \sim 6$ ). La tension de surface est bien le frein de la transmission efficace de la couche limite.

La forte tension de surface du fluide limite le développement du ménisque dynamique ce qui empêche l'atteinte d'une forte épaisseur stable dans le plateau asymptotique. L'analyse numérique du comportement de ce fluide montre que les principales expulsions sporadiques sont observées dans le régime visco-inertiel et que celle-ci s'atténuent à l'entrée dans le régime asymptotique (cf. figure 5-3). Ces expulsions sont plus marquées dans le cas du fluide métallique, compte tenu de l'épaisseur emportée, que pour l'eau. L'entrée dans le régime visco-inertiel est atteinte pour une vitesse d'enduction de  $2,2\ \text{m/s}$  et celle dans le régime

asymptotique pour une vitesse de 5,0 m/s. Nous testons ensuite quelques configurations afin de valider nos résultats numériques.

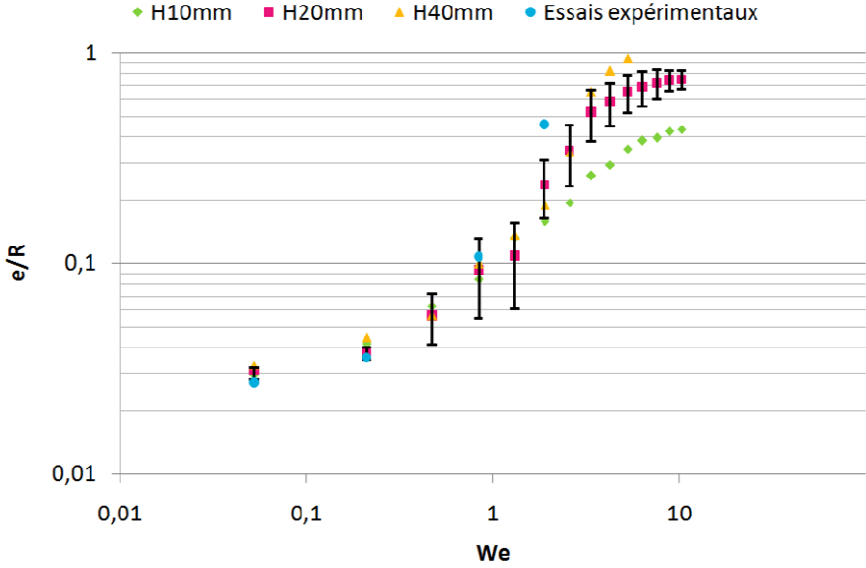


Figure 5-2 – Evolution de l’épaisseur emportée de titane adimensionnée par le rayon du filament en fonction du nombre de Weber

<b>R=70µm</b>	<b>H= 10 mm</b>	<b>H= 20 mm</b>	<b>H= 40 mm</b>
<i>eau (e/R)</i>	1,00	1,96	3,50
<i>titane (e/R)</i>	0,42	0,74	0,95

Tableau 5-2 – Valeurs des ratios e/R obtenus en enduction pour l’eau et le titane pour R=70 µm

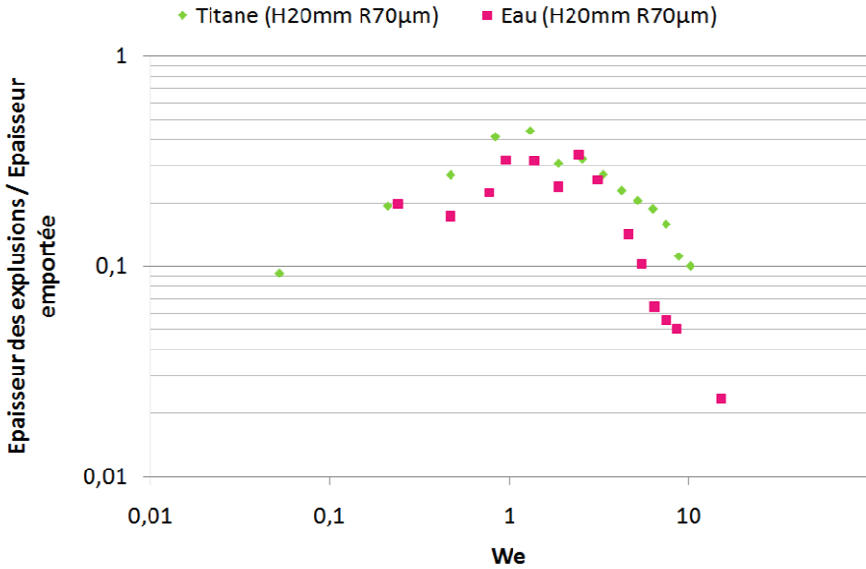
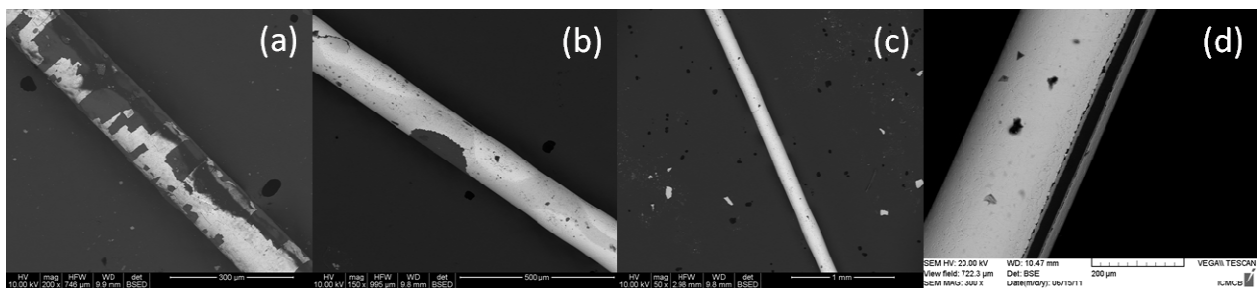


Figure 5-3 – Evolution de la taille des excroissances expulsées adimensionnée par l’épaisseur moyenne emportée en fonction du nombre de Weber

Concernant le ménisque dynamique et sa formation nous notons qu'un formage électromagnétique intervient dans le procédé d'enduction pour le maintien de la charge en fusion. Ce formage a été évalué par G.Sanchez [SAN09] et démontre l'influence de ces forces sur la limitation du développement du ménisque dynamique. Le ménisque dynamique dans le système supporte donc des forces volumiques locales de l'ordre de 3g. Les nombres de Bond calculés dans ce cas restent cependant très petit ( $Bo \sim 1.10^{-4}$ ). Une étude d'enductions sous différentes gravités a été réalisée et a montré que tant que les pressions subies sont inférieures à 5g, l'épaisseur emportée n'est affectée que de 5% ainsi que les déformations de la gaine en régime visco-inertiel.

Les enductions ont été réalisées sur le dispositif EGV pour des vitesses de 0,5 m/s jusqu'à 3,0 m/s avec une hauteur de source de  $H \sim 30$  mm et pour un angle d'enduction de  $40^\circ$ . Nous sommes donc dans une configuration proche de celle décrite à la figure 5-1(c). Les filaments enduits obtenus sont présentés sur la figure 5-4 et les valeurs des épaisseurs emportées sont indiquées sur la figure 5-2.



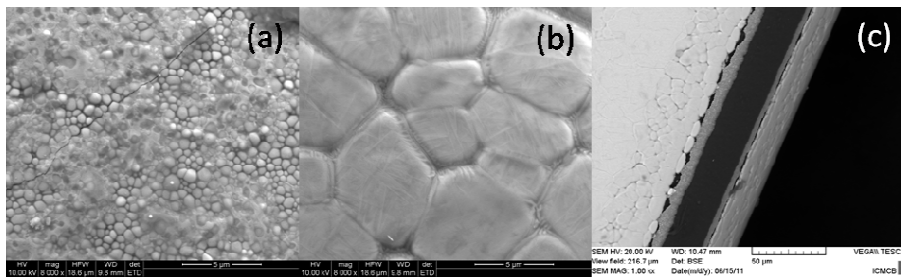
**Figure 5-4 – Filaments SCS-6 enduits au titane : (a) à 0,5 m/s, (b) a 1,0m/s, (c) à 2,0m/s et (d) à 3,0m/s.**

Nous constatons que pour les vitesses les plus petites, il existe peu de différence entre l'épaisseur emportée pour les simulations numériques et celles des enductions réelles. Nous en déduisons qu'entre une situation d'enduction à  $90^\circ$  et une à  $40^\circ$ , il n'y a pas de différence notable sur l'épaisseur emportée pour les petites vitesses d'enduction alors que celles-ci étaient marquées pour l'enduction à l'eau. Les forces contraignant le ménisque dynamique (tension de surface et pressions) sont dominantes pour le titane et l'expansion de ce dernier n'est pas aisée. Les épaisseurs emportées sont donc peu soumises aux variations d'angle pour ces vitesses d'enduction.

A partir de 2,0 m/s, nous constatons un épaississement dans le procédé réel par rapport à la configuration idéale simulée (fluides mouillant et non-réactif, enduction centrée,  $90^\circ$ , sans contraintes thermiques). Nous pensons donc que compte tenu de la configuration dans

laquelle l'enduction se place, le flux généré par électromagnétisme contribue à l'épaississement de la couche limite et par sa contribution participe soit directement à l'épaisseur emportée, soit à l'application d'une pression plus importante en pied de ménisque dynamique. Dans les deux cas, ceci est favorable à l'emport de matière.

L'épaisseur emportée pour l'enduction à 3,0 m/s n'est pas représentée sur la figure car l'enduction n'est pas concentrique. En effet, lors de l'enduction de filaments dans ces conditions ( $H=30\text{mm}$ ,  $\alpha=40^\circ$ ,  $V=3,0\text{m/s}$ ), la charge de titane se fend et le filament est expulsé. Il est donc enduit en périphérie. Seule une partie de la surface extérieure du filament est en contact avec le titane liquide et il en résulte le dépôt d'une gaine non-fermée autour du filament. Dans cette configuration, si l'on force le filament à pénétrer dans la charge de titane, il se rompt consécutivement aux forces de répulsions transversales qui s'appliquent sur lui. La vitesse est dans ce cas trop importante pour permettre l'initiation du mouillage du filament par la matrice.



**Figure 5-5 – Surface extérieure des filaments enduits (a) carbure extérieur, (b) matrice et (c) avancée de carbure pour une enduction non pénétrée**

L'observation des filaments obtenus nous permet de mettre en évidence que le dépôt d'une trop petite quantité de titane ne permet pas la réalisation d'un composite à matrice de titane mais un composite à matrice de carbure fragile. Pour le filament enduit à 0,5 m/s, la couche externe du filament est composée de grains de carbure de titane ( $\text{TiC}_x$  à large domaine d'existence, diagramme binaire en annexe 2) et d'îlots de matrice (cf. figure 5-5(a)). Les contraintes thermiques résiduelles imposées à la gaine solidifiée [DUD04] se relaxent facilement dans cette couche par la création de fissures entre les grains de carbure. De plus, le carbure de titane ayant plus d'affinité avec la matrice qu'avec la couche de pyrocarbone, l'arrachement de la matrice est observé. Pour une couche plus épaisse de titane emportée ( $V=1,0\text{ m/s}$ ), nous constatons que la couche extérieure est constituée de carbures et d'importants îlots de matrice (cf. figure 5-4(b)). Les carbures présentent les mêmes caractéristiques que précédemment et permettent des arrachements locaux laissant la fibre à

nu (cf. figure 5-4(b)). De leurs côtés, les îlots de matrice semblent être répartis de façon périodique le long du filament, ils témoignent du développement d'instabilités de Plateau-Rayleigh retardées à l'état fluide. Ces îlots de matrice sont des anciens grains de joint  $\beta$  sur lesquels se sont développés les grains alpha et beta du titane, ce qui leur donne cette forme particulière consécutive au refroidissement rapide de l'alliage (cf. figure 5-5 & figure 5-6). Nous remarquons que pour ce système, le mouillage réactif du filament par le métal ne semble pas doper l'épaisseur d'enduction pour les petites vitesses contrairement à ce qui a été observé pour le plomb-étain.

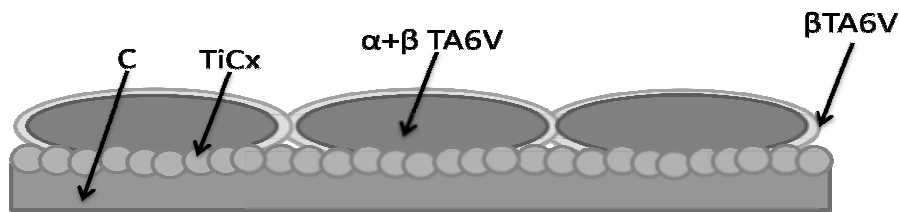


Figure 5-6 – Description des grains de matrice de TA6V

C'est à partir de l'enduction à 2,0 m/s, que nous trouvons une gaine extérieure d'alliage homogène et d'épaisseur constante (cf. figure 5-4(c) & figure 5-5(b)). Cette gaine est légèrement ondulée, preuve d'une déformation interfaciale mais dont la croissance a été stoppée par la solidification.

Le filament enduit à 3,0 m/s nous permet de constater une épaisseur d'avancée de carbure en amont de la matrice de titane (figure 5-5(c)) solidaire de la matrice et détaché du filament. Les contraintes thermiques associées à la solidification du titane sont relaxées dans cette configuration par l'arrachement du carbure de la surface du filament. Les composites ne présentent pas une gaine fermée.

Les premiers résultats permettent de témoigner de la variété de problématiques du dispositif EGV par rapport aux autres systèmes étudiés. La couche limite se développant dans le bain au passage du filament est conditionnée par le mouillage. Ce dernier imposant également la position du filament dans le bain. L'efficacité de l'enduction s'en retrouve donc affectée. La forte tension de surface du fluide limite la déformabilité du ménisque dynamique amoindrissant les effets de la hauteur du bain et de l'angle d'enduction. Sa contribution est de plus renforcée par la présence d'un formage électromagnétique. Le temps de mouillage limité aux grandes vitesses entraîne l'expulsion du filament hors du bain d'enduction empêchant l'enduction concentrique du filament. Comme nous souhaitons atteindre une enduction en régime asymptotique, nous avons besoin d'améliorer le mouillage dans ce système.

## 5.2 LE MOUILLAGE DU TITANE

Cette étude a pour objectif de comparer la cinétique d'étalement, observable grâce à notre dispositif de mouillage à haute température, du système pyC/Ti6242 à d'autres systèmes en faisant varier le support de mouillage et l'alliage de titane. Pour cela, nous réalisons une étude du mouillage de l'alliage Ti-6242 sur différents supports céramiques puis nous comparons la cinétique d'étalement de différents alliages de titane sur un même support afin de sélectionner celui présentant l'initiation en étalement la plus rapide. Enfin, nous testons le mouillage de l'alliage sélectionné sur des supports métalliques qui peuvent constituer une alternative au problème de mouillage.

### 5.2.1 ETUDE PRÉLIMINAIRE DU MOUILLAGE

#### 5.2.1.1 AJUSTEMENTS

Pour réaliser cette étude, nous utilisons donc différents substrats céramiques plans et différents alliages de titane. Les substrats céramiques et assimilés (Cgraph, pyC (CVD), SiC (CVD), TiC (PVD)) sont des plots de différents diamètres (diamètres et méthodes de préparation répertoriés dans le tableau 2-8) et les alliages de titane utilisés (Ti40, TA6V, Ti6242, TiAl) dans le tableau 2-7. Le premier constat est que compte tenu de la surface d'étalement permise par les différents substrats (<1cm<sup>2</sup>) une masse d'alliage de 100 mg d'alliage [GEN05] est trop importante pour permettre notre étude. Nous ajustons donc cette masse initiale à 20-25 mg afin de pouvoir suivre la cinétique d'étalement et les angles de mouillage au court du temps d'essai sans être perturbés par des effets de bord.

Nous choisissons ensuite de travailler pour des temps de contact à chaud relativement court car c'est essentiellement la comparaison des vitesses initiales d'étalement qui va nous intéresser. Nous travaillons donc avec les profils de température présentés sur la figure 5-7 pour les différents alliages. Ces rampes de température présentent une montée en température du système d'environ une minute puis le système alliage + substrat est maintenu à  $T_f + 50^\circ\text{C}$  pendant une minute avant l'arrêt du chauffage par haute fréquence et le refroidissement. Le palier en température démarre lors de la fusion de l'alliage. Les essais présentés sont réalisés sous une atmosphère inerte en légère surpression en argon purifié (débit lent d'argon dans le four).



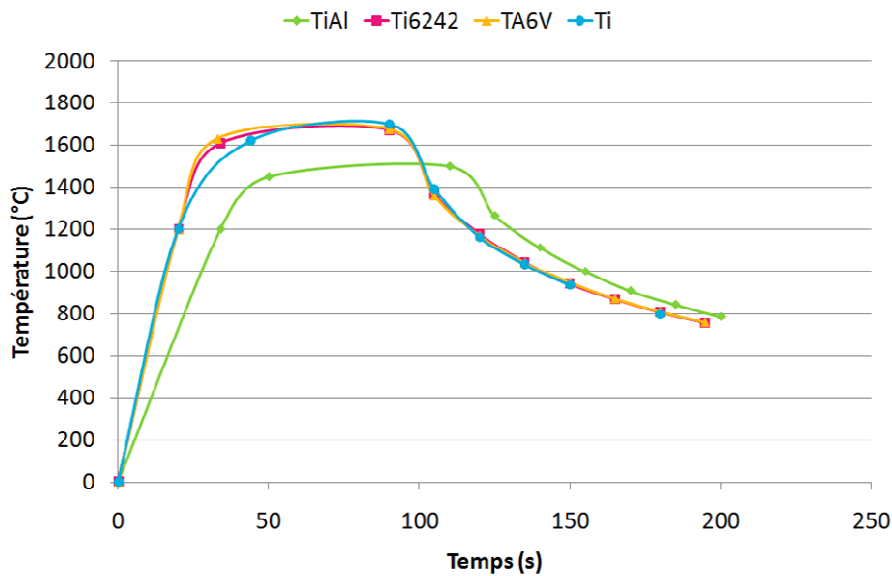


Figure 0-1 – Rampe de température réalisée selon les alliages utilisés

Nous testons également l'influence de la forme initiale de l'alliage sur la cinétique d'étalement et sur l'angle de contact compte tenu de la méthode utilisée.

### 5.2.1.2 INFLUENCE DE LA FORME INITIALE DE L'ALLIAGE

Nous testons ici le mouillage de TiAl sur des substrats en carbone graphite polis. L'alliage TiAl est découpé selon des formes initiales de pyramide et de pavé (cf. figure 5-8) et nous appliquons le profil de température vert présenté sur la figure 5-7 à ces systèmes. L'observation de l'évolution de la surface de contact au cours du temps entre les deux formes permet de mettre en évidence les difficultés d'analyse que pose la forme pyramidale. Les alliages de titane que nous testons dans ces travaux sont des alliages dont la fusion entraîne une diminution de volume de l'alliage (cf. figure 5-8). Cette diminution de volume a pour conséquence de créer un liquide au contact du substrat dont la surface de contact est inférieure à celle de l'alliage initial. Ce volume liquide est contraint par la partie non fondue de l'alliage et la courbure du liquide se relaxe (cf. figure 5-9). Cette relaxation est réalisée selon la surface solide résiduelle de l'alliage et le type de mouillage liquide/substrat. Il en résulte que pour la forme pyramidale une stagnation (un léger retrait) de la ligne triple tandis que pour la forme pavée, l'avancée de la ligne triple est possible. Dans les deux cas, le liquide en contact avec la surface carbonée initie son mouillage. Il tend à s'étaler sur le substrat mais la présence de l'alliage non-fondu ne le permet pas à cause des forces de rappel capillaire. Pour la forme pyramidale, nous constatons en effet que pour les premiers temps d'analyse, le rayon de la surface de contact diminue légèrement tant que la fusion n'est pas complète (cf figure 5-10) et

que l'angle de contact subit un à-coup entre le moment où il est encore soumis aux forces de rappel capillaire (l'angle de contact est petit) et le moment où l'alliage est en fusion totale (cf figure 5-10). Lors de la fusion totale, l'ensemble de la masse de l'alliage s'écrase pour former la goutte en étalement sur le substrat. Cette transformation étant abrupte, l'angle de contact instantané augmente dans un premier temps puis l'avancée de la ligne triple permet un retour en dynamique de mouillage standard.

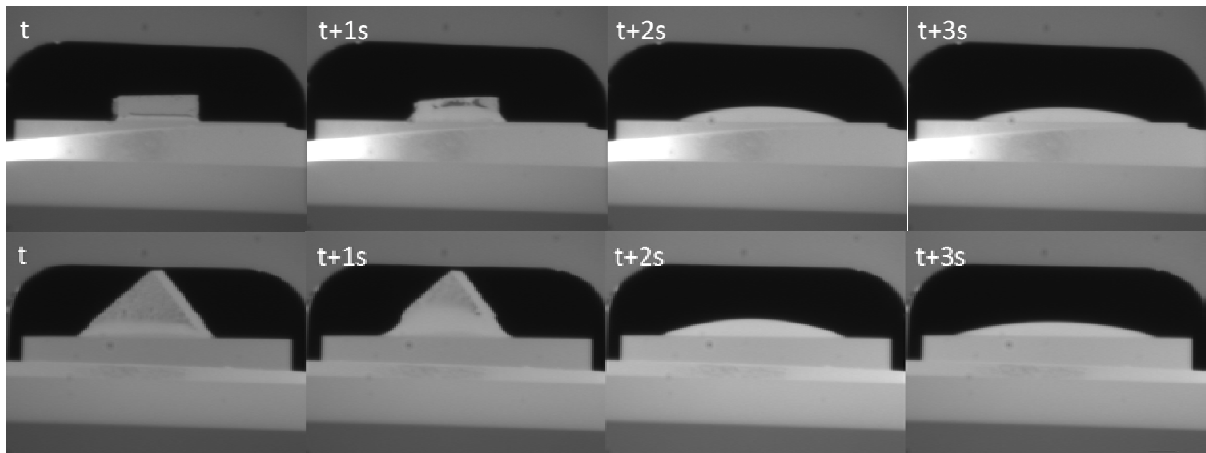


Figure 0-2 – Alliage de TiAl en test de mouillage selon la forme initiale de l'alliage

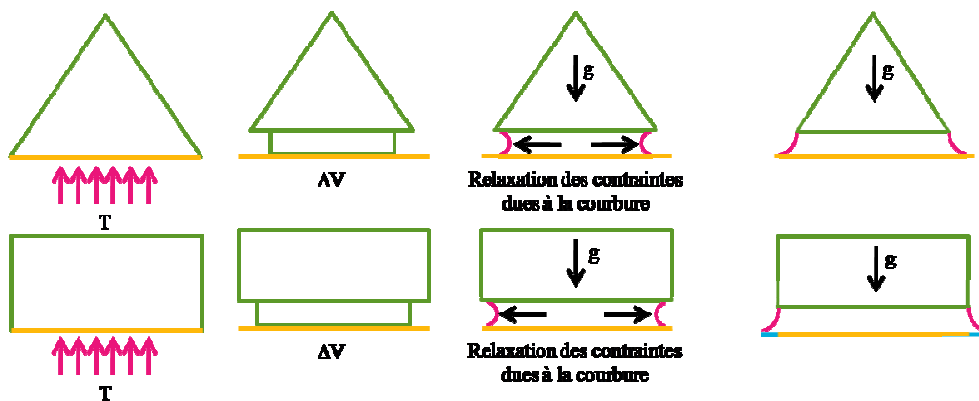
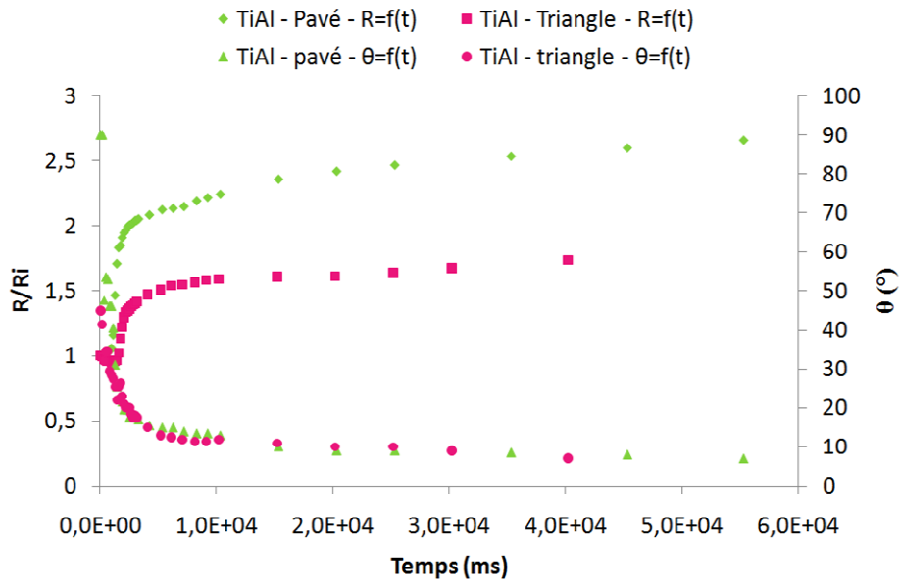


Figure 0-3 – Influence de la forme initiale sur le premier temps de fusion

Pour la forme initiale en pavé l'effet de rappel capillaire est également observable pour l'évolution de l'angle de contact car le fluide ne peut pas se déplacer librement avant la fusion totale. Cependant, la surface de contact initiale permet un bon suivi de l'interface. L'avancée de la ligne triple est possible dans cette configuration. Nous choisissons donc réaliser nos essais de mouillage avec cette forme initiale.



**Figure 0-4 – Evolution du(a) rayon de la goutte d’alliage et de (b) l’angle de contact en fonction du temps**

Les essais réalisés permettent cependant de noter qu’aux temps longs d’observation les comportements pour les deux géométries sont similaires (cf. figure 5-10). Une fois affranchi de la forme initiale et de la fusion de l’alliage, ce sont les mécanismes de mouillage qui gouvernent l’étalement, ici au delà d’une seconde après le début de la fusion de l’alliage. Nous utiliserons par la suite une même géométrie, le pavé, pour nos études de mouillage. Nous nous intéresserons aux différentes vitesses initiales d’étalement qui sont les vitesses du premier contact, mesurable entre le substrat et l’alliage fondu. Nous nous intéresserons également aux cinétiques globales d’étalement des systèmes étudiés. La détermination de la vitesse initiale de déplacement compte tenu de la méthode utilisée de goutte posée et de l’échelle d’observation (observation macroscopique d’une image 2D pour une configuration 3D) va nous permettre d’estimer les systèmes qui présenteront un mouillage dynamique plus rapide mais pas de quantifier directement l’avancée de la ligne triple. En effet, nous verrons que la ligne triple au point de germination des cristaux de  $TiC_x$  est en amont des rayons de gouttes d’alliage observées, notamment aux temps longs.

Dans la suite des essais, nous utilisons donc des alliages préparés sous forme de pavé de 20 à 25 mg d’alliage et présentant de faibles hauteurs pour limiter le temps entre l’initiation de la fusion et la fusion totale de l’alliage pour déterminer les critères cités.

### 5.2.2 MOUILLAGE DU $Ti6242$ SUR DES SUPPORTS CERAMIQUE

Dans un premier temps, nous testons le mouillage de différents substrats céramiques par l'alliage de titane Ti6242 sur les afin d'identifier le mouillage initial le plus favorable à notre étude. Les résultats de cette étude sont présentés en figure 5-11 pour une température de palier d'étude fixée à 1675°C.

Nous constatons qu'à cette température de travail, l'étalement total de l'alliage sur les différents substrats est très rapide. Un premier constat est que l'étalement sur un substrat de carbure de titane est plus rapide et plus étendu que pour les autres substrats testés. En effet, pour cette configuration, le produit interfacial à former pour l'étalement existe déjà au niveau de l'interface et l'étalement est donc favorisé.

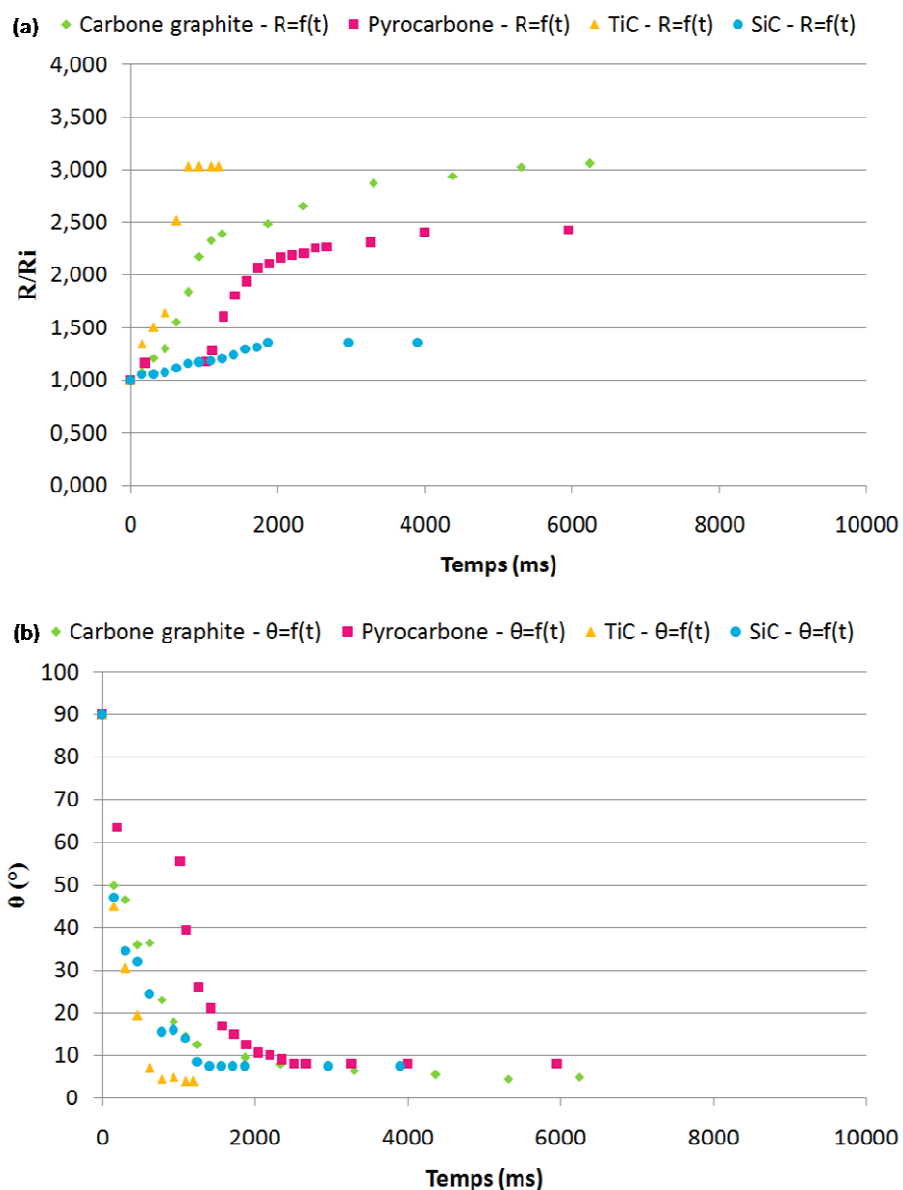
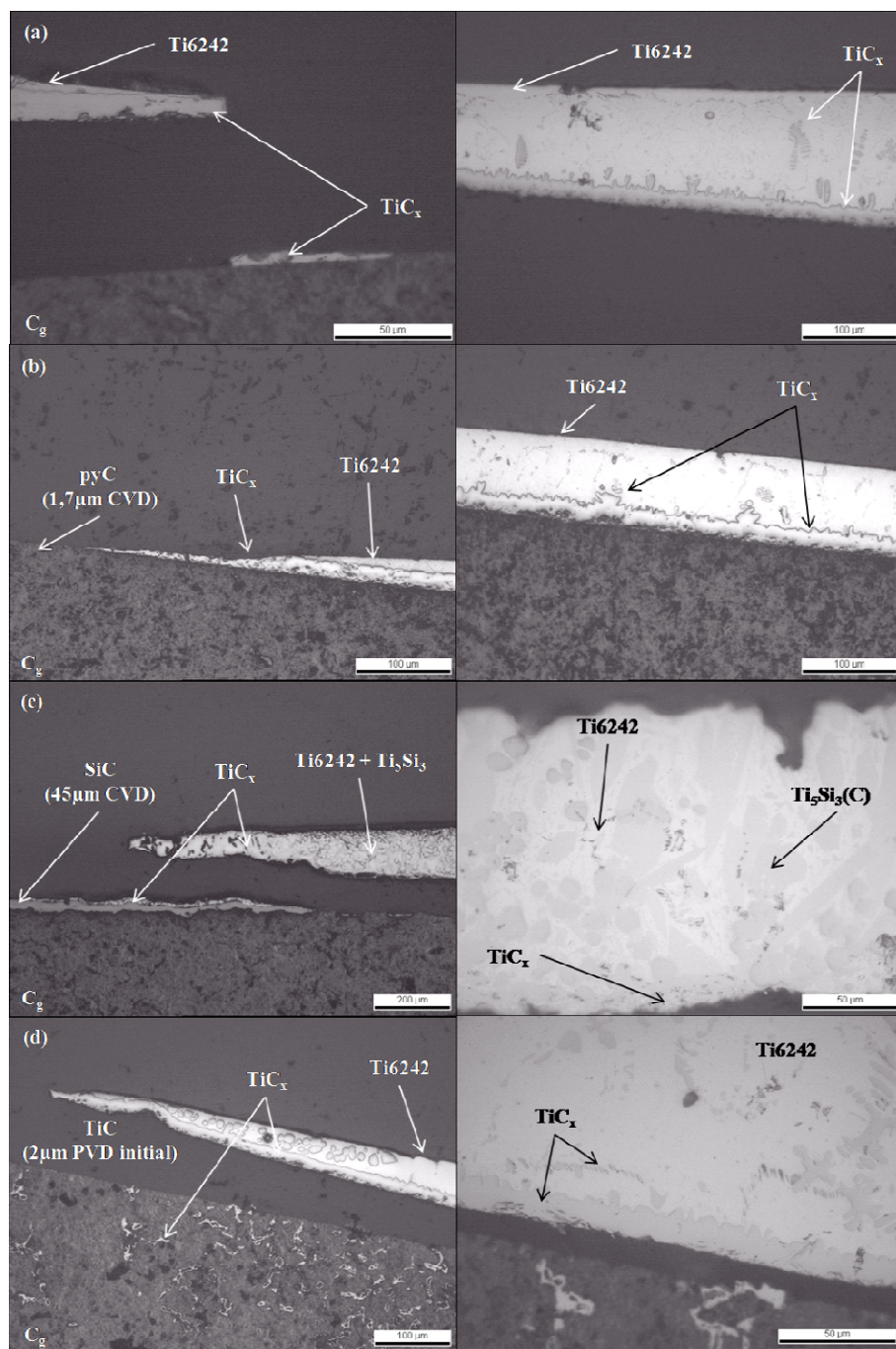


Figure 0-5 – Evolution du (a) rayon de la goutte d'alliage et de (b) l'angle de contact en fonction du temps pour un alliage Ti6242 sur substrats céramiques



**Figure 0-6 - Coupe et observation post-mortem du mouillage du Ti6242 sur différents substrats céramiques : (a) sur du carbone graphite, (b) sur du carbone graphite initialement couvert de pyrocarbone, (c) sur du carbone graphite initialement couvert de carbure de silicium et (d) sur du carbone graphite initialement couvert de carbure de titane**

Dans le cas du carbure de silicium (carbure ionocovalent), plusieurs mécanismes entrent en jeu pour générer le mouillage du substrat par l'alliage. Une observation post-mortem du substrat (cf. figure 5-12) permet en effet de constater que la consommation de la couche de

SiC déposée sur le substrat. Nous constatons sur l'image 5-12(c) qu'en présence d'une grande quantité d'alliage la couche de 45  $\mu\text{m}$  est complètement consommée alors qu'à la ligne triple cette consommation n'est qu'amorcée. Lors du mouillage du substrat, le titane dissous dans un premier temps le carbure de silicium pour former le carbure de titane. Puis l'épaississement de la couche de  $\text{TiC}_x$  est réalisé grâce à la dissolution de SiC dont le carbone est utilisé pour former le produit de réaction. Le silicium est quant à lui rejeté dans la matrice de titane et y forme une phase  $\text{TiSi}_2(\text{C})$ . L'utilisation d'un filament possédant une couche externe de carbure de silicium semble donc à exclure ici car le contact de mouillage à chaud entre le titane et ce filament résulterait en l'importante consommation du carbure, réduisant fortement les propriétés mécaniques de la fibre.

Les substrats étant différents, nous tenons à nous assurer que le mouillage observé dans chacun des cas correspond bien à un mouillage gouverné par le processus local de formation de  $\text{TiC}_x$ . L'observation des coupes de la figure 5-12 permet de confirmer la formation de  $\text{TiC}_x$  dans chacun des cas. Cependant, la présence de carbures dans l'alliage de titane et en infiltration dans les substrats ne nous permette pas de quantifier l'épaisseur de carbure formée à l'interface.

Nous utilisons ensuite le modèle du mouillage réactif contrôlé par la réactivité à la ligne triple [DEZ10] pour comparer les cinétiques d'étalement sur les différents substrats. Ce modèle repose sur la limitation de la cinétique d'étalement compte tenu de la réactivité à la ligne triple. Il est considéré dans ce modèle que (1) l'angle de contact instantané est la conséquence directe de la réactivité chimique à l'interface au niveau de la ligne triple et que (2) la vitesse réactionnelle à la ligne triple est gouvernée par la dissolution du substrat initial dans le liquide. Ce modèle propose une description de l'évolution de l'angle de contact au cours du temps (5.1) compte tenu du système chimique gérant le processus local de mouillage (5.2) :

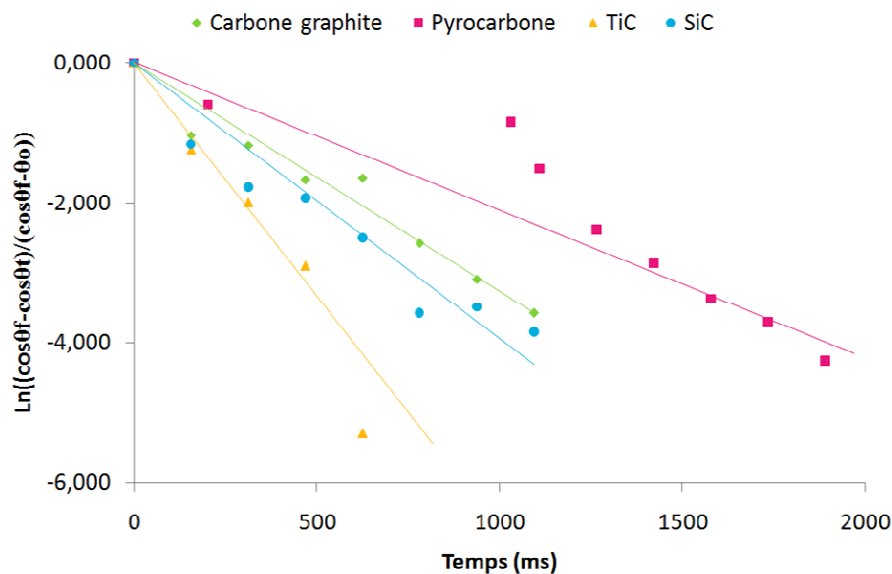
$$\cos\theta_F - \cos\theta_t = (\cos\theta_F - \cos\theta_0)\exp(-kt) \quad (5.1)$$

$$k = \frac{k_d V_{RP}^m}{f \cdot e} RT \ln \frac{a_R}{a_R^I} \quad (5.2)$$

où  $\theta_F$  est l'angle de contact final sur le produit de réaction,  $\theta_0$  est l'angle de contact initial sur le substrat d'origine,  $\theta_t$  l'angle de contact au temps  $t$ ,  $k$  une constante décrivant l'évolution de l'angle de contact dépendant de  $k_d$  la constante cinétique du système,  $V_{RP}^m$  le volume molaire du produit de réaction,  $e$  l'épaisseur moyenne du produit de réaction formé à la ligne triple,  $f$  un facteur géométrique caractérisant la surface à la ligne triple (rugosité et déformations

locales),  $a_R$  l'activité thermodynamique de l'élément réactif et  $a_R^I$  l'activité thermodynamique de l'élément réactif à l'équilibre triphasé (substrat/produit/liquide).

Les différents systèmes testés présentent des critères interfaciaux différents car les activités chimiques en surface, la rugosité de la surface, le mécanisme de dissolution des espèces du substrat ne sont pas les mêmes. Cependant, afin de déterminer le système ayant la cinétique la plus favorable compte tenu des températures d'utilisation, nous représentons maintenant l'évolution du logarithme du rapport  $(\cos\theta_F - \cos\theta_t)/(\cos\theta_F - \cos\theta_0)$  (cf. figure 5-13).



**Figure 0-7 – Logarithme Néperien de  $(\cos\theta_F - \cos\theta_t)/(\cos\theta_F - \cos\theta_0)$  en fonction du temps pour les différents substrats céramiques**

Cette représentation est réalisée pour les angles de contact compris entre  $90^\circ$  (instant initial) et  $10^\circ$ , la cinétique d'étalement n'étant plus gouvernée par le processus local au delà de cette valeur (croissance du produit de réaction en avant de la ligne triple et approche de l'étalement maximal permis par la masse d'alliage introduite). Elle permet de confirmer que les étalements observés pour ces systèmes sont bien gouvernés par la formation du produit interfacial, une fois que les alliages ont atteint leur fusion totale. En effet, le substrat de carbure de titane est un substrat stœchiométrique en carbure. Les liaisons électroniques de TiC ont donc un comportement céramique aux premiers instants. Ensuite par réaction interfaciale, cette couche s'enrichit en titane et son comportement tend vers un comportement métallique de la liaison chimique. C'est pour cette raison que nous pouvons comparer l'étalement sur TiC avec les autres substrats ici présentés.

Le système Ti6242 sur TiC reste le système présentant la cinétique la plus rapide. De plus nous notons que la cristallinité de la surface du substrat influe sur la cinétique d'étalement de l'alliage. Nous constatons que l'organisation de la cristallinité de surface ralentit cette cinétique,  $k$  étant plus petit pour le pyrocarbone que pour le carbone graphite. Les filaments SCS-6 ayant une surface constituée de pyC, le couple sélectionnée SCS-6/Ti6242 présente le contact le moins favorable pour une initiation de mouillage pour un faible temps de contact.

Nous notons également que malgré son processus différent et les divers produits interfaciaux formables ( $TiC_x$ ,  $Ti_3Si(C)$ ), l'étalement du titane Ti6242 sur le carbure de silicium présente une cinétique plus favorable que pour les substrats de carbone. Cependant, comme nous l'avons noté précédemment cette accélération va de paire avec la consommation de la couche de SiC. De son côté, le mouillage de l'alliage de titane sur le substrat de TiC vient enrichir l'épaisseur de la couche interfaciale.

La figure 5-13 permet de conclure que c'est bien la formation à l'interface de  $TiC_x$  qui permet le mouillage des substrats par l'alliage métallique. Il résulte de ce contact à chaud une épaisse couche interfaciale du produit formé (~20  $\mu m$  pour les 4 substrats testés) mais de nombreuses traces de ce produit sont également présentes dans l'alliage et en infiltration dans les substrats (cf. figure 5-12). La quantification de l'épaisseur de cette couche n'est donc pas précise. Compte tenu de ces résultats, nous notons que pour un temps de contact court le système TiC / Ti6242 sera plus favorable que le système pyC / Ti6242. Nous classons donc les systèmes à utiliser suivant les priorités suivantes :

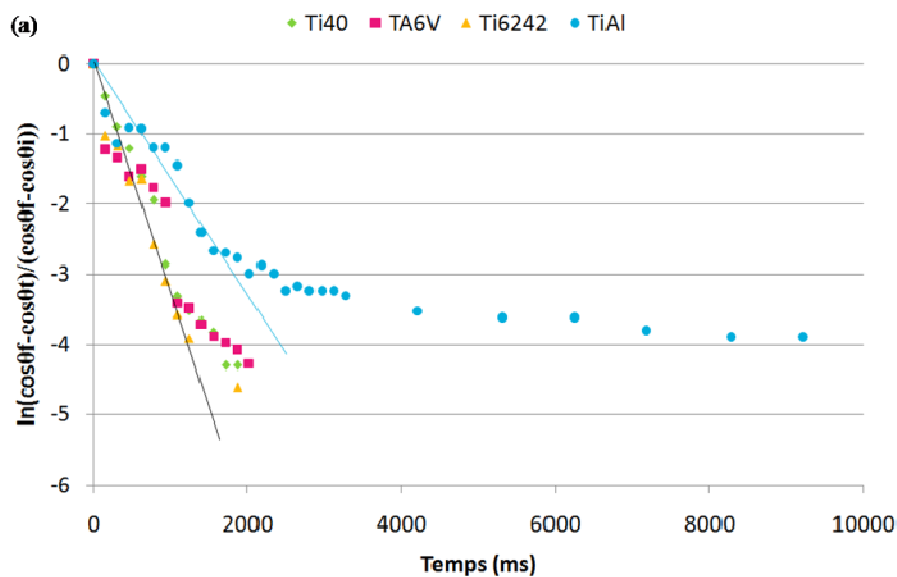
Pour un mouillage plus rapide :  $TiC > SiC > Cg > pyC$

Compte tenu de ce résultat, nous souhaitons tester l'enduction d'un filament couvert de TiC (ou  $TiC_x$ ) à grande vitesse pour valider l'amélioration du mouillage dans ce cas. Pour cela, nous réalisons une enduction lente d'un filament de SCS-6 dans le Ti-6242 pour créer cette couche externe sur le filament (cf. 5.1.2) puis nous l'utilisons pour effectuer un second passage dans le bain mais à grande vitesse. Les filaments obtenus sont présentés en 5.3.2.2. Nous cherchons donc maintenant à savoir si l'alliage de titane Ti6242 est celui qui permettra l'obtention la plus aisée de composites en confrontant sa cinétique de réaction avec celle d'autres alliages de titane.

### *5.2.3 MOUILLAGE DE SUBSTRATS DE CARBONE PAR DIFFERENTS ALLIAGES DE TITANE*



Pour réaliser cette étude, nous utilisons des substrats de carbone graphite qui même s'ils ne présentent pas la meilleure cinétique de mouillage, ont l'avantage d'être à rugosité contrôlée et équivalente entre les différents essais réalisés. La figure 5-14 représente les résultats obtenus pour l'évolution du logarithme du rapport  $(\cos\theta_F - \cos\theta_t)/(\cos\theta_F - \cos\theta_0)$  et l'évolution du rayon des alliages sur les substrats en fonction du temps. Nous constatons que les alliages Ti40, TA6V et Ti6242 de pourcentages massiques respectifs en titane de 100%, 90% et 85,9% présentent la même réactivité interfaciale menant à l'étalement sur un substrat carboné. Pour ces alliages, la teneur en éléments de titane au sein du liquide est suffisamment importante au niveau de la ligne triple pour que la formation de  $TiC_x$  permettant le mouillage des substrats ne soit pas impactée. De son côté, le TiAl présentant une teneur en titane beaucoup plus faible (44% en pourcentage massique) que les alliages précédents voit sa réactivité interfaciale diminuer significativement. La cinétique d'évolution de l'angle et d'étalement est ralentie par rapport aux autres alliages. Il faut également noter que la température d'étude pour cet alliage est plus faible ce qui limite également sa réactivité.



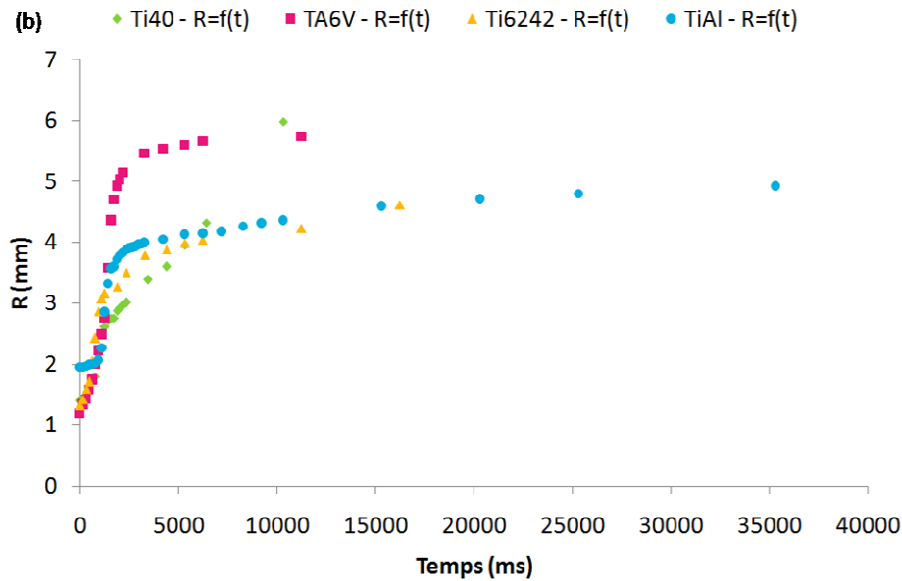


Figure 0-8 – Evolution de (a)  $\ln(\cos\theta_F - \cos\theta_i)/(\cos\theta_F - \cos\theta_0)$  et (b) du rayon de la goutte d’alliage en fonction du temps pour différents alliages sur substrats de carbone graphite

Afin de pouvoir comparer les alliages Ti40, TA6V et Ti6242, nous nous intéressons à l’évolution du rayon de mouillage des alliages en fonction du temps et nous constatons que pour des surfaces de contact initiales équivalentes, c’est le TA6V qui présente une vitesse d’avancée initiale de la ligne triple maximale et un étalement  $R_{final}/R_{initial}$  ( $R_f/R_i$ ) plus important (cf. tableau 5-3). Le Ti40 présente également une forte capacité d’étalement mais sa cinétique d’évolution du rayon en fonction du temps est plus lente. Nous constatons ici comme pour l’analyse du mouillage du Plomb-Etain que l’utilisation d’un alliage présente des avantages par rapport à l’utilisation d’éléments purs pour l’initiation du déplacement. Cet effet est également constaté pour le Ti6242 avec une vitesse initiale de déplacement 2,5 fois plus importante que pour le titane seul. Nous en déduisons que l’utilisation du TA6V à 1675°C permettra un mouillage plus favorable et plus rapide que les autres alliages de titane à une même température.

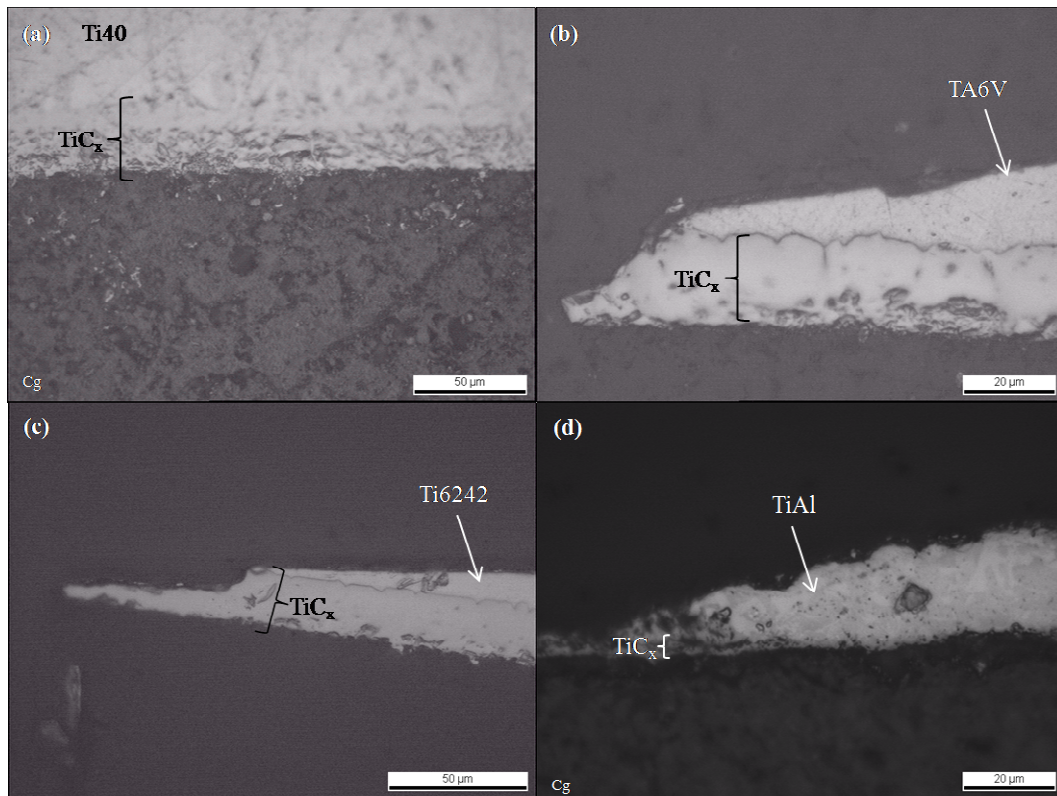
Pour un étalement plus rapide : TA6V > Ti6242 > Ti40 > TiAl

Alliage	Température d’utilisation (°C)	Vitesse initiale d’étalement (µm/s)	R/Ri	$\theta_f$ (°)
<i>TiAl</i>	1500	242,9	2,7	7
<i>Ti6242</i>	1675	626,5	3,5	5
<i>TA6V</i>	1675	927,4	4,8	<5
<i>Ti40</i>	1675	252,5	4,3	<5

Tableau 0-1 – Vitesses d’initiation du mouillage pour les alliages testés, étalement et angle de contact apparent dans l’état final

L'étude post-mortem des couches interfaciales formées pour ces différents alliages (cf. figure 5-15), nous permettent de constater que l'épaisseur résiduelle des carbures interfaciaux est beaucoup plus fine pour le TiAl que pour les autres alliages avec une longueur d'avancée de carbure en amont de l'alliage non-négligeable. L'effet combiné de la faible teneur en titane et la plus faible température d'utilisation entraîne une consommation moindre de la couche de carbone. Cette propriété retient notre intérêt car nous avons vu précédemment que pour créer une couche de carbure de titane, plus mouillante sur la surface extérieure du filament, nous proposons un passage lent d'enduction du filament dans le Ti6242. L'utilisation du TiAl plutôt que le Ti6242 permettrait également la formation d'une couche de carbure pour une faible épaisseur d'emport mais pour un dommage apporté au filament moindre. Nous testons donc également cette solution en enduction et les résultats sont présentés en 5.3.2.1.

L'analyse de la figure 5-15 nous permet de constater que pour l'ensemble des alliages testés une fine épaisseur de  $TiC_x$  est présente en amont de la masse d'alliage étalé. Cela signifie que dans les derniers temps du mouillage, le contact au point triple n'est plus du type substrat/alliage/atmosphère mais du type produit / alliage / atmosphère. Il existe donc un temps caractéristique pour lequel une transition entre ces deux comportements est observé et c'est le temps pour lequel une déviation à la loi (5.1) est observée. Le mouillage pour la première seconde du phénomène (les deux premières pour TiAl) est en effet dominé par le processus local puis les étalements suivent une cinétique plus lente qui correspond à la germination et croissance d'éléments  $TiC_x$  en amont de la ligne triple pour laquelle le liquide n'est plus en contact direct avec le substrat mais le produit de réaction. Nous en déduisons qu'à  $1675^\circ C$ , il faut une seconde aux alliages Ti40, TA6V et Ti6242 pour que l'alliage ne soit plus en contact direct avec le substrat mais avec le produit de réaction. Ce constat permet de comprendre qu'il faut au moins une seconde de contact à chaud ( $1675^\circ C$ ) pour que l'épaisseur de  $TiC_x$  soit observée en amont de la matrice de titane. Donc, lorsque nous nous intéressons à la structure externe du filament présenté en figure 5-4(d), l'avancée de carbure en amont de la matrice de titane ne peut pas être le résultat de l'avancée de mouillage du titane mais est le témoin du contact liquide entre le titane et le filament.



**Figure 0-9 - Coupes et observations post-mortem du mouillage du carbone graphite par différents alliages de titane : (A) par du Ti40, (B) par du TA6V, (C) par du Ti6242 et (D) par du TiAl**

En effet, le contact à chaud entre l'alliage et le filament est de quelques millisecondes puis le filament enduit est refroidi. Si l'on considère une réactivité constante quelle que soit la température de l'alliage (ce qui est faux car l'activité thermodynamique des espèces diminue avec la température), il faudrait un contact chaud entre le filament et sa matrice sur trois mètres pour que la présence de carbures observés à l'interface soient issus de la germination-croissance (pour l'enduction à  $V=3,0$  m/s). Or le refroidissement du filament est imposé à une distance moindre, limitant la réactivité et solidifiant l'alliage autour du filament. La couche de carbure en amont de la matrice de titane figée est donc le témoin du recouvrement liquide du titane sur le filament au dernier temps chaud avant la rétractation par solidification de l'alliage. La concentricité de la gaine autour du filament induit donc bien des contraintes thermiques résiduelles dans le composite compte tenu de cette rétractation volumique et le recouvrement partiel induit l'arrachement du carbure solidaire à la matrice.

Les résultats des essais précédents nous conduisent à penser que le mouillage d'un substrat de TiC par un alliage de TA6V sera le plus avantageux pour l'application de nous visons. Comme nous l'avons expliqué précédemment le TiC présente des liaisons covalentes entre les espèces chimiques qui tendent rapidement vers des liaisons métalliques à délocalisation du

nuage électronique en présence du titane, contrairement aux substrats céramiques à liaisons ionocovalentes localisées. Nous tenons donc pour clore cette étude à tester le mouillage du TA6V (alliage le plus performant trouvé) sur des substrats métalliques.

#### *5.2.4 MOUILLAGE DE SUBSTRATS METALLIQUES PAR DU TA6V*

Les essais précédant nous amènent à réfléchir sur la réalisation d'une sous-couche métallique sur le filament SCS-6 pour permettre un mouillage en contact métal/métal à grande vitesse. Pour cela, nous choisissons de travailler avec un alliage qui formera lors d'un premier passage en enduction un carbure métallique, à basse température pour limiter l'endommagement du filament (par rapport à un passage dans Ti6242). C'est l'alliage eutectique zirconium-vanadium qui a été choisi (cf. annexe 2). Cependant, comme la température de fusion de l'eutectique est plus faible que celle du TA6V, nous ne pouvons pas tester directement l'étude du mouillage du TA6V sur ce support. Et, comme le TA6V comporte déjà du vanadium, nous testons le mouillage du TA6V sur un support de Zirconium sachant que le ternaire Ti-Al-Zr forme pour de faibles teneurs en aluminium et zirconium un eutectique ayant une température de fusion inférieure à celle d'utilisation de l'alliage TA6V. Nous tenons grâce à cette étude à identifier l'influence de la fusion du substrat lors de l'enduction.

Les résultats de cette étude sont présentés en figure 5-16 et dans le tableau 5-4 en comparaison avec le mouillage du TA6V sur un substrat de carbone. Les premières 500 ms du mouillage suivent un comportement de dissolution du substrat dans la matrice par fusion de l'interface avant d'atteindre 1675°C. Le mouillage est limité par la dissolution du substrat dans l'alliage compte tenu de la formation de l'eutectique du ternaire Ti-Al-Zr. Puis l'eutectique se forme, nous ne sommes plus en cas de mouillage mais en fusion d'un alliage. Nous notons que la vitesse initiale de déplacement de la ligne triple semble plus lente mais elle intervient pour une plus faible température et qui évolue car la température de fusion du TA6V n'est pas atteinte pour le système en début d'expérience

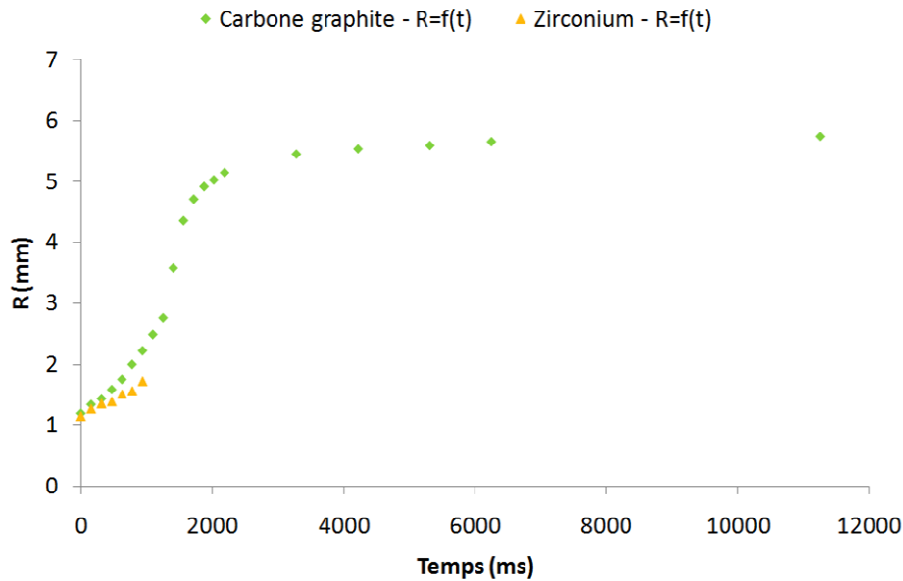


Figure 0-10 - Evolution du rayon de la goutte d'alliage en fonction du temps pour du TA6V sur différents substrats

Support	Température d'utilisation (°C)	Vitesse initiale d'étalement (µm/s)	R/Ri	$\theta_f$ (°)
<i>Cg</i>	1675	927,5	4,8	3
<i>Zr</i>	1675 (fusion 1600)	764,0	/	/

Tableau 0-2 – Vitesses d'initiation du mouillage pour les substrats testés, étalement et angle de contact apparent dans l'état final

La réalisation d'une sous-couche est testée en enduction et est présentée en 5.3.2.

### 5.3 TESTS D'ENDUCTION

Comme nous l'avons annoncé précédemment, plusieurs solutions sont à envisager pour améliorer le mouillage des filaments de SCS-6 par un alliage de titane liquide. Dans un premier temps, nous détaillons les enductions simples. Nous avons vu que l'utilisation d'un alliage de TA6V présenterait un mouillage et un déplacement plus rapide de la ligne triple. Nous allons donc tenter une enduction au TA6V pour la comparer avec celle au Ti6242. Nous testons ensuite la possibilité d'enduire un filament de tungstène de diamètre équivalent au filament de SCS-6 afin de vérifier le mouillage de ce filament par l'alliage de titane. Ensuite, nous passerons à l'étude des doubles enductions pour permettre le contact entre un filament dont la couche extérieure est quasi-métallique ou métallique avec différents impacts sur la cinétique de mouillage. Nous verrons les enductions lentes de Ti6242, TiAl et ZrV servant de sous-couche et d'alliage Ti6242 qui est l'alliage retenu par Snecma pour l'application visée.

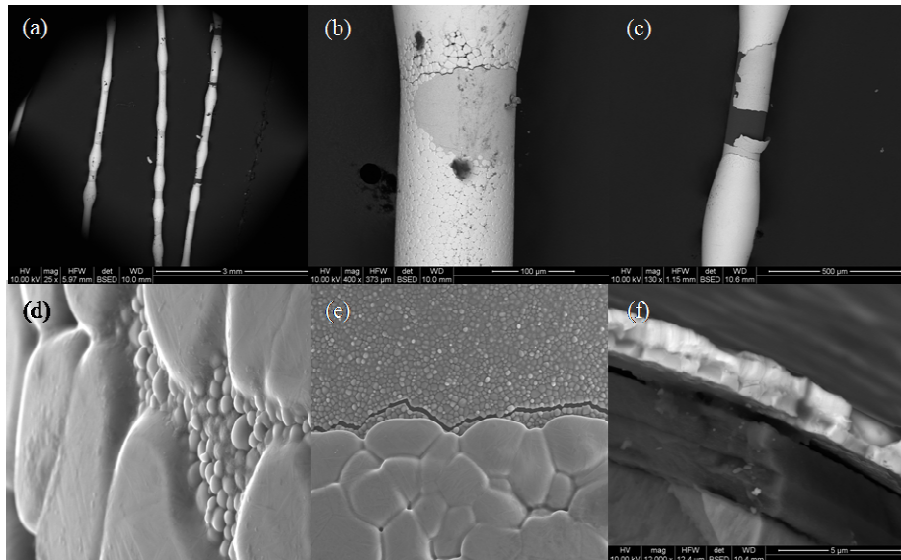
#### 5.3.1 ENDUCTIONS SIMPLES

### 5.3.1.1 ENDUCTION AU TA6V DE FILAMENTS DE SCS-6

L'enduction d'un filament SCS-6 par du TA6V est réalisée pour une vitesse de tirage de 2,95 m/s et a présenté une longueur apparente mouillée de 36 mm, soit une enduction sous 45°. Lors de cet essai, le filament a pénétré la charge d'alliage fondu. Une plage de 15 s a été observée sans apparition d'expulsions sporadiques puis une expulsion est générée et entraîne la rupture du filament. Le revêtement au sortir de la charge semble homogène mais un revêtement perlé est observé. Les images de la figure 5-17 nous renseignent sur la géométrie réelle apparente des filaments enduits. L'analyse l'image (a) de la figure nous indique la répartition spatiale des perles de titane et sur les épaisseurs locales de titane. Nous mesurons sur cette image : une taille moyenne de goutte d'excroissance de 42  $\mu\text{m}$ , une taille moyenne dans l'espace inter-gouttes de 4,8  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et un espace inter-goutte moyen de 1027  $\mu\text{m}$ . Nous estimons donc compte tenu de cette géométrie déstabilisée que l'épaisseur emportée était de 22  $\mu\text{m}$  soit une épaisseur pour laquelle on se situe dans le saut visco-inertiel pour un ratio  $e/R$  supérieur à celui attendu par les simulations numériques. Nous confirmons donc ici l'épaississement de la couche limite et la possibilité de pénétrer dans la charge de TA6V à 2,95m/s ce qui n'était pas possible avec de Ti6242.

L'espacement entre les déstabilisations observées est hors du champ de la théorie de Plateau-Rayleigh compte tenu de la longueur d'onde des déstabilisations. Le flux interne du manchon de titane limite donc bien le phénomène et la longueur d'onde de déstabilisation peut donc être plus importante que celle prévue par la théorie.

Au niveau de la composition chimique extérieure des filaments, nous distinguons différentes zones. Les espaces inter-gouttes peuvent être de deux types de compositions chimiques : les espaces inter-gouttes recouverts de matrice (cf. figure 5-17(b)&(d)) et ceux formés de  $\text{TiC}_x$  (cf. figure 5-17(c)) qui peuvent se désolidariser du filament laissant le carbone de la couche externe de SCS-6 à nu. Les excroissances sont constituées de grains de TA6V dont les zones de bord de goutte sont appauvries en titane à cause de la contribution de ce dernier à la formation des carbures (cf. figure 5-17(e)). Pour ce qui est du revêtement d'alliage entre gouttes (cf. figure 5-17(d)), ils sont similaires à ceux décrits pour le Ti4242 en enduction à 1,0m/s décrit en 5.1.2.



**Figure 0-11 – Filament de SCS-6 enduit au TA6V à 2,95m/s : (a) vue de loin, (b) espace intergouttes avec matrice, (c) espace intergouttes sans matrice, (d) grains de matrice proche d’un espace inter-gouttes, (e) jonction entre le carbure et la gaine pour un large espace intergouttes et (f) vue en coupe du pyrocarbure, de la couche de carbure et de la matrice (fine).**

Le  $TiC_x$  a différents comportements suivant le matériau avec lequel il est en contact. Les images (c), (d) et (f) de la figure 5-17 nous montrent que la couche  $TiC_x$  est peu solidaire de la couche externe de carbone du filament SCS-6. Par contre, dans les zones où cette épaisseur est recouverte de l’alliage de TA6V, ces phénomènes ont moins d’occurrence. L’alliage, quand il est présent, vient consolider par frottement le  $TiC_x$  pour le maintenir contre le filament. Nous constatons également grâce à ces clichés que lorsque l’espace inter-gouttes est grand, de l’alliage résiduel est présent limitant l’arrachement de la matrice entre celles-ci

### 5.3.2 ENDUCTIONS DOUBLES

#### 5.3.2.1 REALISATION DE LA SOUS COUCHE (PASSAGE LENT D’ENDUCTION)

Les essais de mouillage nous ont amenés à considérer trois types de sous-couche. La première solution consiste à enduire lentement le filament SCS-6 d’alliage de titane, pour le cas présenté de Ti6242, afin d’obtenir un filament couvert de  $TiC_x$  qui permettra un meilleur mouillage en enduction. La seconde solution suit la même piste mais utilise le TiAl pour constituer toujours une couche externe de  $TiC_x$  mais en limitant la consommation de la couche externe de pyrocarbure par la température de fusion plus faible de l’alliage. Enfin, la troisième solution consiste à enduire le filament d’une fine couche d’alliage métallique pour accélérer le mouillage. Pour constituer cette couche métallique, plusieurs choix étaient possibles et nous avons opté pour la réalisation d’une couche dont l’alliage métallique limitera



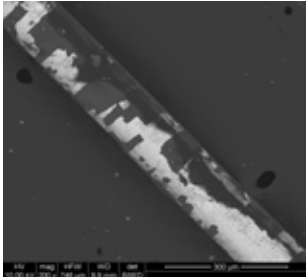
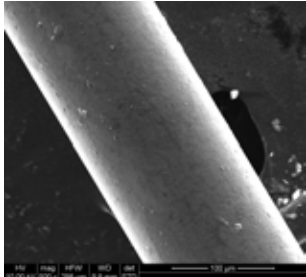
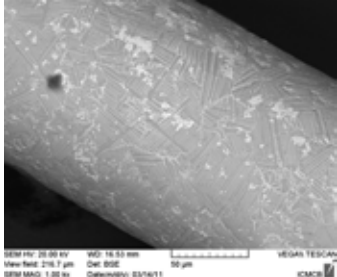
la consommation de la couche externe en pyrocarbone. Cet alliage doit donc être à faible température de fusion, faible réactivité avec le filament et de composition qui perturbera le moins possible celles des alliages de titane. Nous choisissons donc de travailler avec l'eutectique ZrV, le zirconium étant déjà présent dans le Ti6242 et le vanadium dans le TA6V. Dans cet eutectique, c'est le zirconium qui formera préférentiellement le produit interfacial (ZrC) avec une réactivité moindre que le titane à même température d'utilisation. De plus, la température de fusion est inférieure à celle du Ti6242. Le tableau 5-5 présente les conditions opératoires pour l'obtention des filaments de sous-couche et leur morphologie.

L'enduction du filament par le TiAl conduit à l'obtention d'une gaine pailletante, le filament se retrouvant nu. L'utilisation d'un composé défini en enduction fine est donc à proscrire. En effet, le composé TiAl est un composé intermétallique à liaison forte et autorisant peu de déformation plastique. Donc lors du refroidissement rapide de l'alliage, les contraintes accumulées dans l'alliage se relaxent fissurant finement la matrice qui se désolidarise du filament. Nous avons vu précédemment que les carbures de titane ont plus d'affinité avec la matrice que le filament, ils sont donc arrachés par la fissuration de la matrice, fissuration fine, qui résulte en le dégainage total du filament.

Le filament de sous-couche obtenu pour le Ti6242 est décrit en 5.1.2. Le mouillage du filament en second passage ne sera pas homogène compte tenu de la couche externe mais devrait présenter une amélioration compte tenu de la présence de  $TiC_x$ .

De son côté, le filament de sous-couche ZrV présente une légère déviation à la composition eutectique compte tenu des poudres pré-alliées utilisées pour réaliser la charge d'alliage. Nous constatons que le refroidissement rapide de l'alliage sur le filament entraîne la formation de deux phases. Lors du refroidissement de l'alliage (cf. annexe 2), une première phase précipite :  $ZrV_2$  eutectique, puis l'alliage résiduel précipite en  $ZrV_2$  péritectique et  $\alpha$ -Zr d'où la formation majoritaire de dendrites de  $ZrV_2$  ramifiées et de  $\alpha$ -Zr aux joints de grain (cf. Annexe 2 : Diagrammes binaires). La surface extérieure obtenue pour ce filament est hétérogène. La consommation en pyrocarbone constituant la couche externe du filament est bien limitée par l'utilisation de ce fluide d'enduction pour former la sous-couche avec seulement 3,3% de consommation.

Alliage	Ti6242	TiAl	ZrV
Vitesse (m/s)	0,5	0,5	1,0
Température	1650°C	1450°C	1590°C

<i>d'élaboration</i>			
<i>Consommation du pyrocarbone</i>	0,2 $\mu\text{m}$ 6,6%	0,05 $\mu\text{m}$ 1,6%	0,1 $\mu\text{m}$ 3,3%
<i>Épaisseur déposée (<math>\mu\text{m}</math>)</i>	1,5	/	4
<i>Composition de la couche externe</i>	TiC <sub>x</sub> + pyC nu	pyC nu	ZrV <sub>2</sub> (gris) + Zr (blanc)
<i>Apparence</i>			

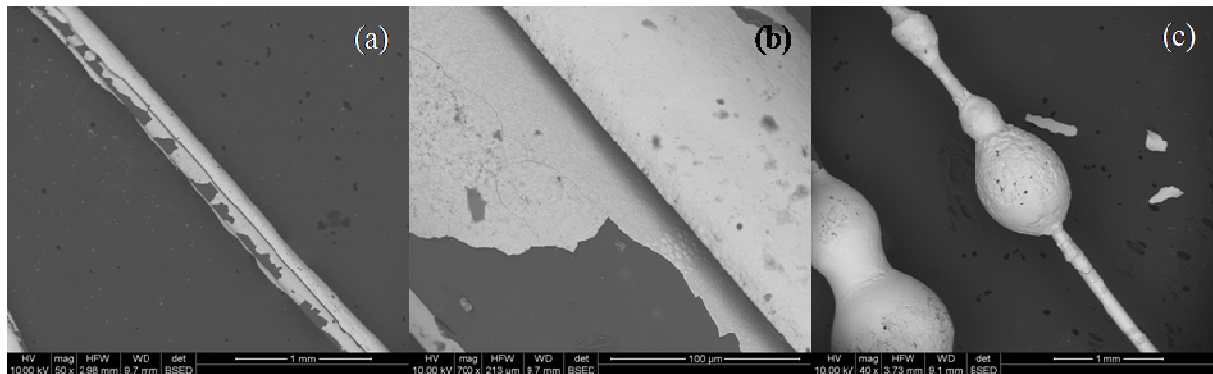
**Tableau 0-3 – Description de la réalisation des sous-couches**

Seuls les filaments de sous-couche issues des enductions au Ti6242 et au ZrV sont étudiés ici pour constater l'amélioration du mouillage en enduction par du Ti6242, la sous-couche au TiAl étant inutile.

### 5.3.2.2 ENDUCTION DE Ti6242 SUR UNE SOUS-COUCHE DE TiC<sub>x</sub>

Nous utilisons le filament de sous-couche au Ti6242 pour réaliser une enduction à 3,0 m/s au Ti6242. Deux essais ont été réalisés à une vitesse de défilement de 3,0m/s. Le premier essai est réalisé sans imposer de position au filament d'enduction et nous constatons que l'entrée de celui-ci dans la charge est favorisée par rapport au cas sans sous-couche mais que le filament présente toujours une gaine non fermée autour du filament (cf. figure 5-18(a)&(b)). Le filament pénètre donc mieux dans la charge mais elle ne se referme toujours pas autour du filament. Le mouillage du filament a donc bien été amélioré mais n'est pas suffisant. Le second essai est quant à lui réalisé en imposant le passage du filament « à cœur » de la charge (imposition de la fermeture de la charge autour du filament). Nous constatons rapidement la formation d'expulsions sporadiques (cf. figure 5-18(c)) mais l'atteinte d'une vitesse supérieure n'est pas réalisable dans cette configuration car le filament rompt dans la charge compte tenu des tensions qu'il subit. Le temps de contact à plus grande vitesse est encore trop court pour initier le mouillage malgré l'amélioration apportée.

Les images (a) et (b) de la figure 5-18 nous permettent de constater que l'enduction périphérique du filament ne semble pas adhérer au filament après refroidissement. Cette solution n'est pas utilisable.

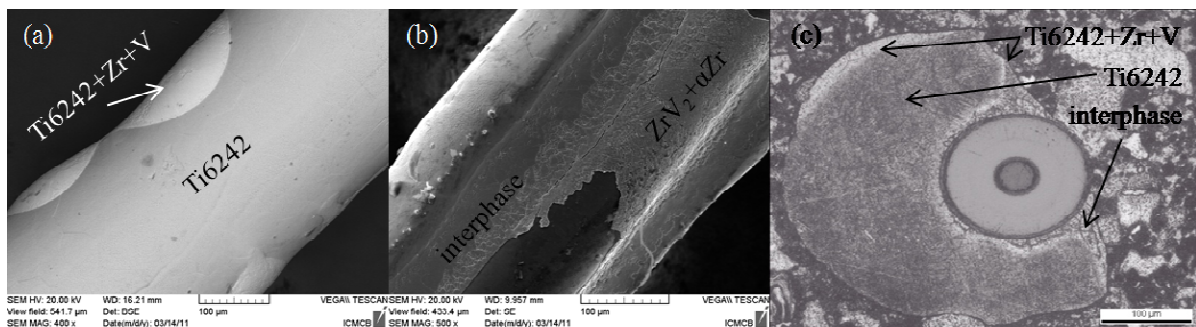


**Figure 0-12 – Double enduction au Ti6242/Ti6242 : (a) & (b) pour une enduction à 3,0m/s sans contrainte et (c) pour une enduction à 3,0m/s en imposant la position du filament dans la charge**

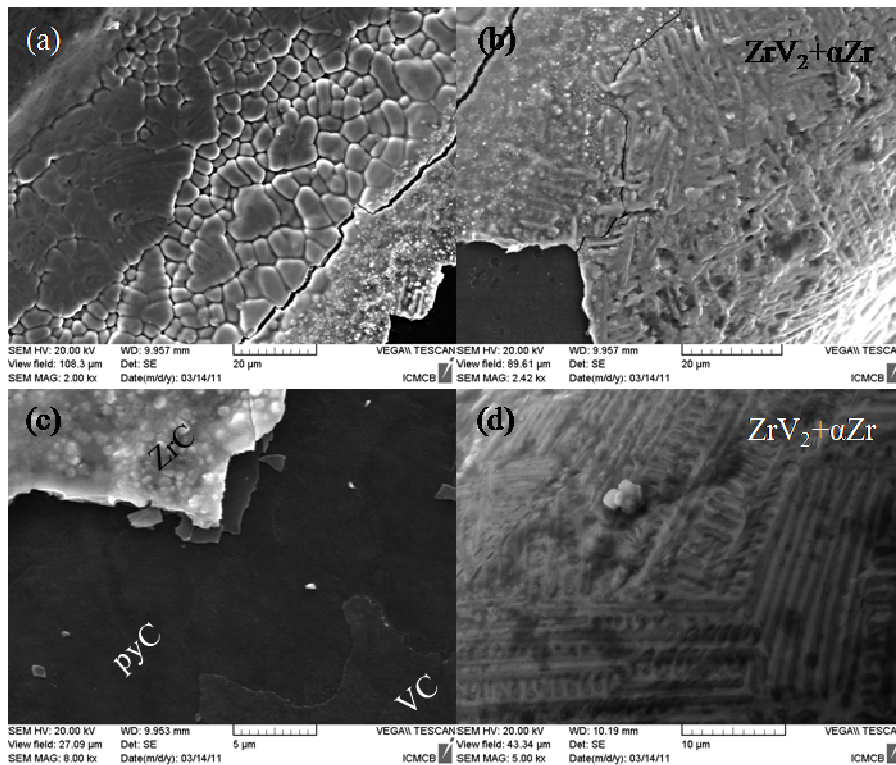
### 5.3.2.3 ENDUCTION DE Ti6242 SUR UNE SOUS-COUCHE DE ZrV

Nous utilisons le filament de sous-couche au ZrV pour réaliser une enduction au Ti6242 pour une vitesse de défilement de 3,0 m/s. La pénétration du filament est observée en enduction et le filament obtenu présente une morphologie particulière présentée en figure 5-18.

Malgré la meilleure pénétration observée lors de l'expérience d'enduction, le filament obtenu n'est toujours pas enduit de manière concentrique. Nous constatons que la zone interfaciale du côté partiellement gainé présente une morphologie complexe qui est détaillée en figure 5-20. De son côté, la gaine extérieure présente deux phases dont l'une (la grise) est de composition Ti6242 et le seconde de composition Ti6242 enrichie à 20% massique en ZrV (les zones blanches sur les images (a) et (c) de la figure 5-19). Cette présence de plusieurs phases est le témoin de la coexistence de plusieurs mécanismes réactionnels et diffusionnels entre le contact de Ti6242 et de ZrV.



**Figure 0-13 - Double enduction au ZrV/Ti6242 : (a) & (b) vue longitudinale et (c) vue en coupe**

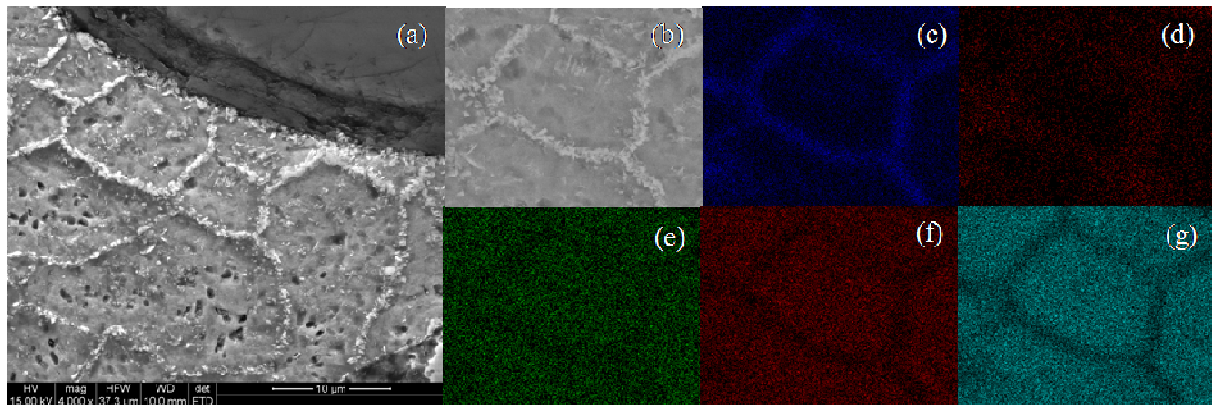


**Figure 0-14 – Couche interfaciale du filament ZrV/Ti6242 (a) zone entre la matrice et la couche interfaciale, (b) zone présentant de l’alliage ZrV en surface, (c) zone nue et carbures formés et (d) vue de près de la zone présentant de l’alliage ZrV en surface**

La couche interfaciale présente différentes morphologies le long du filament et à l’approche de la matrice. Le long du filament cette couche est soit constituée de carbures fragiles en surface (cf. figure 5-20(c)), soit d’un résidu de l’alliage de ZrV initial et non-modifié (cf. figure 5-20(b)&(d)). Comme cette zone est dépourvue de titane, il est peu probable que cette partie de la fibre ait été en contact avec la matrice. Il semblerait donc que selon les palpitations de la charge de Ti6242 et des mouvements (faibles) latéraux du filament dans la charge, la surface extérieure du filament ait été en contact total ou partiel avec la charge (dans le cas où il reste du ZrV). Cette hypothèse permettrait de comprendre le caractère aléatoire de la présence en surface extérieure de carbure et d’alliage de sous-couche.

Pour les carbures formés dans la zone interfaciale, la présence de deux types de carbures est avérée (cf. figure 5-20(c)) dont la couche la plus proche du filament est constituée d’éléments plus légers. Nous en déduisons que des carbure de zirconium sont présents en surface et que des carbures de vanadium ont également été formés en faible quantité à l’interface entre le filament. Pour ce qui est de la zone proche de la matrice d’alliage, nous constatons que les quelques micromètres en amont de la matrice sont découverts et laissent à nu les carbures de zirconium (cf. figure 5-20(a) et figure 5-19(b)). Ce constat permet de confirmer que lors de sa

solidification, si le titane Ti6242 ne gaine pas totalement le filament, un retrait est observé. La mise à nu de ces carbures est le témoin de la présence d'alliage avant la solidification. Cet effet conforte également notre hypothèse sur la pénétration aléatoire du filament combinée aux mouvements du bain.



**Figure 0-15 – Analyse de l’interphase : (a) vue d’ensemble de l’interphase, (b) vue de la zone analysée et répartition des espèces chimiques dans la zone (c) élément carbone, (d) élément zirconium, (e) élément aluminium, (f) élément vanadium et (g) élément titane.**

L’étude de la partie du composite met en évidence la présence de trois zones dans celle-ci (figure 5-19(b)). Le contact entre le filament gainé de ZrV et l’alliage en fusion a plusieurs conséquences. Le Ti6242 est maintenu en fusion à 1650°C alors que l’alliage ZrV utilisé pour nos essais présentait une fusion totale pour 1590°C. Le contact entre les deux alliages conduit donc à la dissolution par fusion de l’alliage ZrV dans Ti6242. Le ternaire Al-Ti-Zr présente un eutectique, il est donc également possible que l’initiation de la dissolution de la sous-couche ( $ZrV_2 + \alpha-Zr$ ) débute au contact entre l’alliage Ti6242 et la phase  $\alpha-Zr$  du filament enduit. La couche métallique du filament est donc dissoute dans le Ti6242 en fusion. Le contact à chaud étant court, l’homogénéisation du mélange métallique n’est pas aboutie. La première phase précipitant est le Ti6242 qui constitue la majeure partie de la masse emportée. Le ZrV dissout est alors rejeté en périphérie et précipite avec le reste de Ti6242. Ensuite la solidification se termine à l’interface avec le filament. Dans cette zone, l’alliage a un bas point de fusion. Les analyses présentées en figure 5-21 (c), (d), (e), (f) et (g) nous permettent d’identifier que le carbure formé est du carbure de zirconium et que l’alliage poreux formé est du Ti-Al-V (ou du TA6V enrichi en vanadium). Les traces de carbures reparties aux joints de grains de cet alliage nous confirment un contact « long » entre le pyrocarbone et la matrice liquide dans cette zone sinon ils seraient localisés à l’interface entre la matrice et le filament.

L'utilisation comme sous-couche d'un alliage capable de se dissoudre dans le titane ne constitue pas une solution réaliste pour l'obtention d'un filament gainé avec une gaine concentrique, soit les mêmes limitations que précédemment.

Une solution a été trouvée pour réaliser les enductions avec les épaisseurs de titane déposées voulues et avec une gaine fermée (cf. figure 5-22) mais leur élaboration ne sera pas détaillée dans ce document pour des raisons de confidentialité. Ces filaments composites subissent actuellement des tests mécaniques en vue de leur qualification.

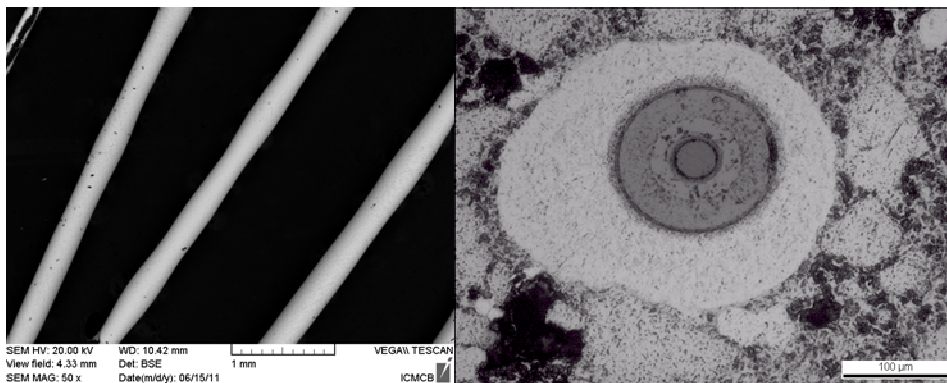


Figure 0-16 – Composite à matrice de titane élaboré par EGV

## 5.4 CONCLUSIONS

L'utilisation de l'EGV pour réaliser des composites à matrice de titane impose l'enduction de filaments fragiles dans des conditions extrêmes de vitesses et de températures d'élaboration. Nous avons dans un premier temps étudié le développement de la couche limite dans le bain et avons pu constater qu'il fallait prendre en compte les conditions de mouillage du filament pour comprendre ce développement. En effet, le bain de titane en fusion possède ses mouvements propres et n'est pas stable au cours du temps comme pouvaient l'être les bains d'eau ou de plomb-étain étudiés précédemment. L'enduction d'une large épaisseur de titane sur le filament est de plus limitée par les propriétés interfaciales du fluide. La forte tension de surface du fluide limite la déformabilité du ménisque dynamique diminuant les impacts des modifications procédé que nous avons identifié précédemment.

Nous avons donc étudié le type de mouillage entrant en jeu dans cette configuration puis nous avons cherché à améliorer l'enduction en jouant sur le mouillage filament/matrice. Ainsi nous avons pu montrer que l'utilisation d'un substrat dont la couche extérieure serait déjà constituée du produit de mouillage aiderait à l'accélération du déplacement de la ligne triple.

Nous avons également montré le changement de l'alliage : TA6V au lieu de Ti6242, constituerait une bonne alternative.

L'amélioration du mouillage permet une pénétration plus facile du filament dans l'alliage de titane fondu. Les solutions de double enduction présentées permettent bien un meilleur mouillage du filament à 3,0 m/s mais les filaments obtenus ne présentent pas une fermeture de la gaine autour du filament. Le refermement de cette gaine a cependant été obtenu.

Une étude est en cours pour modifier la forme de la charge d'alliage en fusion. Nous pensons en effet que l'utilisation d'une charge aplatie plutôt qu'une charge sphérique permettrait (1) de limiter les variations locales d'épaisseur de fluide emportée par la variation de la position du filament dans la charge (et donc de la hauteur traversée par le filament) et (2) de limiter les épaisseurs maximales des expulsions par la réduction des hauteurs de source traversée. De plus, l'amélioration de la compréhension du phénomène serait améliorée par une étude magnétohydrodynamique du comportement du bain et des conséquences sur le ménisque dynamique. En effet, cette étude permettrait une analyse plus fine de la position idéale du filament dans le bain pour un emport maximal de fluide à moindre vitesse et expulsions.





## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'objectif de ce projet de recherche était de comprendre le procédé EGV et de proposer des solutions d'amélioration. Pour le réaliser, deux voies ont été identifiées et prospectées. La première voie consistait à comprendre le phénomène d'enduction d'un filament par des fluides modèles afin d'identifier les différents régimes d'enduction sur un dispositif modèle. La seconde voie quant à elle consistait à étudier des interactions à chaud (physiques et chimiques) entre le filament à enduire et le fluide métallique en fusion de manière à comprendre les limitations du système choisi pour pouvoir l'optimiser.

L'étude de mécanique des fluides effectuée dans ce travail a permis de mettre en évidence les mécanismes agissant en enduction à grande vitesse et leurs conséquences. L'évolution de l'épaisseur emportée en fonction de la vitesse de défilement du filament se fait selon quatre régimes : le régime visco-capillaire, le régime visco-inertiel, le régime asymptotique d'enduction et le régime de couche limite. Deux types de paramètres sont concernés par cette étude : les paramètres influant sur les domaines d'existence des quatre régimes d'enduction et les paramètres influant sur l'épaisseur déposée. En effet, nous avons pu constater que l'augmentation de la profondeur du bain traversé par le filament, de la viscosité du fluide ainsi que l'ajustement de l'angle d'enduction permettaient, les autres paramètres étant constants, d'augmenter l'épaisseur de fluide emportée. La masse volumique du fluide et le rayon du filament modifient quant à eux les plages d'existence des régimes et notamment celle du régime asymptotique d'enduction. La tension de surface du fluide a un effet dans les deux cas. Son augmentation contraint fortement le ménisque dynamique formé par le contact du filament en mouvement avec le fluide limitant son expansion radiale ce qui restreint l'épaisseur maximale d'enduction possible, borne le saut visco-inertiel et réduit les actions des paramètres influant sur l'épaisseur déposée. C'est pour cette raison que l'enduction au titane présente de faibles épaisseurs de dépôts.

L'identification des régimes d'enduction a également permis d'établir des liens entre les régimes d'enduction et la déstabilisation de la gaine de fluide déposée sur le filament. Nous avons ainsi pu identifier que l'enduction pour un fluide métallique en régime visco-capillaire présentera une déstabilisation de la gaine selon un mode Plateau-Rayleigh ralenti en formation et atténué spatialement. Le régime visco-inertiel quant à lui est très perturbé par l'émergence des effets d'inertie dans le bain qui génèrent des accumulations de fluide en pied de ménisque dynamique dont s'ensuivent des expulsions d'excroissances fluides le long du

filament. Cet effet est lié à la mobilité du fluide dans le bain et aux pressions subies par le ménisque dynamique dont la balance génère des expulsions de fréquences et amplitudes déterminées. L'entrée dans le régime asymptotique voit l'atténuation puis l'annulation de ce phénomène par une déformabilité maximale du ménisque dynamique notamment commandée par la tension de surface. Le caractère stable de la gaine de fluide, dont l'écoulement interne est intense en sortie de ménisque, est conservé en régime de couche limite (sous réserve que le système qui solidifiera la gaine ne soit pas trop éloigné du bain liquide).

Pour enduire un filament qui présentera une gaine stable et épaisse, il faut alors réaliser l'enduction dans le régime asymptotique. Cependant travailler dans ce régime n'est pas possible en EGV compte tenu de l'entrée latérale du filament dans le bain. Ces difficultés sont la conséquence du faible temps de contact entre le filament et le bain de titane liquide à grande vitesse empêchant l'initiation du mouillage. Les études réalisées ont permis de mettre en évidence que si le passage du filament pouvait être imposé en milieu de bain, comme pour l'eutectique plomb-étain, le mouillage n'aurait pas de conséquences à grandes vitesses sur l'emport de fluide. Cette solution n'est pas envisageable sur le procédé actuel d'enduction du filament SCS-6. Les études de mouillage ont mis en évidence l'amélioration des propriétés mouillantes du fluide dans les métaux alliés plutôt que dans les métaux purs. Cette propriété est identifiée comme étant le résultat d'actions cumulées des éléments sur l'interface de mouillage. Ainsi nous avons pu identifier expérimentalement que l'alliage de titane TA6V comme meilleur alliage mouillant aux faibles temps de contact par rapport au Ti6242 et bien meilleur que le Ti40. D'autres pistes ont également été étudiées pour l'amélioration du mouillage par le test de doubles enduction présentant l'avantage de présenter des contacts métal solide / métal liquide à chaud mais, malgré l'amélioration du mouillage du filament, ces solutions n'aboutissent pas à la formation d'une gaine concentrique autour du filament.

La solution trouvée pour la réalisation des filaments enduits permet quant à elle d'obtenir une gaine d'alliage épaisse, d'épaisseur contrôlée selon la vitesse de défilement du filament. Les composites ainsi réalisés sont testés mécaniquement afin de vérifier qu'ils présentent bien les propriétés mécaniques attendues puis seront mis en forme afin caractériser le matériau final envisagé l'ANAM. Les principaux verrous qu'il reste à identifier dans ce projet sont d'une part les conséquences des mouvements du bain de titane sur le développement de la couche limite. En effet, le bain de titane palpète lors des enductions favorisant la formation aisée d'excroissances advectées par le filament en son long alors que les conditions d'enduction stables sont imposées. Pour cela, une étude sur la géométrie du creuset à froid serait

nécessaire. De plus, la compréhension du système EGV pourrait être améliorée par l'étude combinée de mécanique des fluides et d'électromagnétisme pour comprendre l'interaction des flux dans le bain et estimer leurs apports selon la position du filament à l'établissement de la couche limite.

## BIBLIOGRAPHIE

- [ABR64] M.Abramowitz and I.A.Stegun, Handbook of Mathematical Functions with formulas, Graphs and Mathematical Tables, ISBN 0-496-61272-4, 1964, 1046 pages.
- [ADA97] A.W.Adamson, A.P.Gast, Physical Chemistry of Surfaces, 6<sup>th</sup> Edition New York; Wiley Interscience, 1997, 347-379.
- [AHU10] E.Ahusborde and S.Glockner, An implicit method for the Navier Stokes equations on overlapping block-structured grids, International Journal for Numerical Methods in Fluids, 2010, **62**, 784-801.
- [BAI52] G.L.J. Bailey, H.C. Watkins, Journal of Inst. Metals, 1952, **80**, 57.
- [BEE04] N.R.F.Beeley and Z.X.Guo, Fluid dynamic simulations of a slurry coating process on a continuous fibre, Materials Science and Engineering A, 2004, **365**, 341-348.
- [BEL03] G.Bellizia, C.M.Megardis, M.McNallan and D.B.Wallace, A capillary-jet instability method for measuring dynamic surface tension of liquid metals, Proc. R. Soc. London A, 2003, **459**, 2195-2214.
- [BLA13] H.Blasius, "Das Ähnlichkeitsgesetz bei Reibungsvorgängen in Flüssigkeiten." Mitteilungen über Forschungsarbeiten auf dem Gebiete des Ingenieurwesens insbesondere aus den Laboratorien der technischen Hochschule, herausgegeben vom Verein deutscher Ingenieure, 1913, **131**, 1-40.
- [BOT88] O.Botella and R.Peyret, Benchmark spectral results on the lid-driven cavity flow, Computers and Fluids, 1988, **27**, 421-433.
- [BRA92] J.U.Brackbill, D.B.Kothe and C.Zemach, A continuum method for modeling surface tension, Journal Computat. Phys., 1992, 10, 335-354.
- [BRE61] F.P.Bretherton, The motion of long bubbles in tubes, Journal of Fluid Mechanics, 1961, **10**, 166-188.
- [BRU90] C.H.Bruneau and C.Jouron, An efficient scheme for solving steady incompressible Navier-Stokes equations, Journal of Computational Physics, 1990, **89**, 389-413.
- [BUT32] J.A.V.Butler, The Thermodynamics of the surface of solutions", Proceedings of the Royal Society London, 1932, A. CXXXV, 348-75.

- [CAL06] J.P.Caltagirone, Physique des Ecoulements Continus, cours université de Bordeaux, 2006, 222p.
- [CAN90] S.Candel, Mécanique des fluids, Dunod Université, ISBN 2-04-018753-7, 1990, 451p.
- [CAR87] M.A.Carroll and M.E.Warwick, Surface tension of some Sn-Pb alloys: Part I. Effect of Bi, Pb, P, Ag, and Cu on 60Sn-40Pb solder, Materials Science Technology, 1987, **3**, 1040-1045.
- [CAR01] N.Carrère, D.Boivin, R.Valle and A.Vassel, Local texture measurements in a SiC/Ti composite manufactured by the foil-fibre-foil technique, 2001, **44**, 867-872.
- [CHA07] F.Charru, Instabilités Hydrodynamiques, Editions EDP Sciences ISBN **978-2-86883-985-5**, 2007.
- [CHE06] M.Cheng and K.C.Hung, Vortex structure of steady flow in a rectangular cavity, Computers & Fluids, 2006, **35**, 1046-1062.
- [CHI92] N.Chigier and Z.Farago, Morphological classification of desintegration of round liquid jets in coaxial air stream, Atomization and Sprays, 1992, **2**, 137-153.
- [CHO05] G.Chollon, R.Naslain, C.Prentince, R.Shatwell and P.May, High temperature properties of SiC and diamond CVD-monofilaments, Journal of European Ceramic Society, 2005, **25**, 1929-1942.
- [CON03] A.Contreras, C.A.Leon, R.A.L.Drew and E.Bedolla, Wettability and spreading kinetics of Al and Mg on TiC, Scripta Materialia, 2003, **48**, 1625-1630.
- [DEF11] B.Defay, P.Chapelle, J.P.Bellot, Comportement des oxydes dans un procédé de fonderie d'alliages base nickel, 2010, Journées des thèses Safran 2010.
- [DEL74] J.M.Delhaye, Jump conditions and entropy sources in two-phase systems. Local instant formulation. International Journal of Multiphase Flow, 1974, **1**, 395-409.
- [DER43] B.V.Derjaguin, On the thickness of the liquid film adhering to the walls of a vessel after emptying, Acta Physicochimica 1943, **USSR 20**, 349-352.
- [DEZ01] O.Dezellus, F.Hodaj, A.Mortensen and N.Eustathopoulos, Diffusion-limited reactive wetting: spreading of Cu-Sn-Ti alloys on vitreous carbon, Scripta Materialia, 2001, **44**, 2543-2549.

- [DEZ02] O.Dezellus, F.Hodaj and N.Eustathopoulos, Chemical reaction-limited spreading: the triple line velocity versus contact angle relation, *Acta Materialia*, 2002, **50**, 4741-4753.
- [DEZ10] O.Dezellus, Elaboration, microstructure et propriétés des interfaces dans les multimatériaux métalliques et céramiques, Habilitation à Diriger les Recherches, 2010.
- [DJA01] S.Djanarthany, J.-C.Viala and J.Bouix, Development of SiC/TiAl composites: processing and interfacial phenomena, 2001, **300**, 211-218.
- [DUD04] C.Duda, Thèse présentée à l'Université Bordeaux 1, Compréhension et amélioration des conditions de couplage par enduction à grande vitesse entre filaments SiC<sub>CVD</sub> et alliage base titane, 2004, n°**2864**.
- [DUD04b] C.Duda, C.Arviu, J.F.Fromentin and J.M.Quenisset, Microstructural characterization of liquid route processed Ti6242 coating of SCS-6 filaments, *Composites: Part A*, 2004, **35**, 511-517.
- [DUM08] C.Dumouchel, On the experimental investigation on primary atomization of liquid streams, *Experimental Fluids*, 2008, **45**, 371-422.
- [EUS98] N.Eustathopoulos, Dynamics of wetting in reactive metal/ceramic systems, *Acta Mater*, 1998, **46**, 2319-2327.
- [EVE08] C.Even, C.Arviu and J.M.Quenisset, Powder route processing of carbon fibers reinforced titanium matrix composites, *Composites Science and Technology*, 2008, **68**, 1273-1281.
- [FEI02] J.Feigenblum, Thèse présentée à l'INP Grenoble, Procédé inductif d'enduction métallique de fibres par voie liquide, 2002, n°**0039**
- [FOR82] M.Fortin and R.Glowinski, Méthode de lagrangien augmenté. Application à la résolution numérique des problèmes aux limites. Collection Méthodes Mathématiques de l'Information. Dunod, 1982.
- [FRA07] J.M.Franchet, J.F.Fromentin, J.M.Quenisset, C.Duda, C.Arviu and P.E.Frayssines, Process for the metallic coating of fibres by liquid means, **EP0931846**, 2007.

- [FRO96] J.F.Fromentin, K.Debray, Y.Lepetitcorps, E.Martin and J.M.Quenisset, Interfacial zone design in titanium-matrix composites reinforced by SiC filaments, Composites Science and Technology, 1996, **56**, 767-775.
- [GEN05] P.G. de Gennes, F.Brochard-Wyart et D.Quéré, Gouttes, Bulles, Perles et Ondes, ISBN 978-2-7011-4055-1, 2005, 256 pages.
- [GHA06] A.Gharbi, Approche théorique et expérimentale avec un fluide modèle de l'enduction à grande vitesse d'une fibre SiC par du titane, rapport de stage, 2006.
- [GHI82] U.Ghia, K.N.Ghia and C.T.Shin, High-Re solutions for incompressible flow using the Navier-Stokes equations and a multigrid method, Journal of Computational Physics, 1982, **48**, 387-411.
- [GLO10] S.Glockner, Thétis – Notice théorique, <http://thetis.enscbp.fr>, 2010, **version 2.0.0**, 85p.
- [GLO10b] S.Glockner, Thétis – Notice d'utilisation, <http://thetis.enscbp.fr>, 2010, **version 2.1.0**, 101p.
- [GLO10c] S.Glockner, Thétis – Cahier de validation, <http://thetis.enscbp.fr>, 2010, **version 2.1.0**, 209 pages.
- [GOR98] S.Gorsse and Y.Lepetitcorps, A new approach in the understanding of the SiC/Ti reaction zone composition and morphology, Composites Part A, 1998, **29**, 1221-1227.
- [GOR03] S.Gorsse and D.B.Miracle, Mechanical properties of Ti-6Al-4v/TiB composites with randomly oriented and aligned TiB reinforcements, Acta Materialia, 2003, **51**, 2427-2442.
- [GOU22] F.S.Goucher and H.Ward, The thickness of liquid films formed on solid surfaces under dynamic condition, Philosophical Magazine, 1922, **44**, 1002-1014.
- [GUI10] B.Guillaume, Schéma du four de mouillage haute température, 2010.
- [GUO98] Z.X.Guo, Slurry PM : lower cost for high performance MMCs, Metal Powder Report, 1998, **53**, 18-21.
- [HOA57] T.P.Hoar and D.A.Melford, the surface tension of binary liquid mixtures: lead+tin and lead+indium, Trans. Faraday Soc., 1957, **53**, 315-326.

- [HIR90] C.Hirsch, Numerical computation of internal and external flows, John Wiley and sons, 1990.
- [HOM11] G.M.Homsy, M.Oureimi, Experimental study of the effect of surface-absorbed hydrophobic particles on the Landau-Levich law, Opening Session **ECS2011**.
- [HOW04] E.A.Howell, C.M.Megaridis and M.McNallan, Dynamic surface tension measurements of molten Sn/Pb solder using oscillating slender elliptical jets, International Journal of Heat and Fluid flow, 2004, **25**, 91-102.
- [HUA09] L.J.Huang, L.Geng, A.B.Li, F.Y.Yang and H.X.Peng, In situ TiBw/Ti-6Al-4V composites with novel reinforcement architecture fabricated by reaction hot pressing, Scripta Materialia, 2009, **60**, 996-999.
- [JEE06] C.S.Y. Jee, Z.X.Guo, S.I.Stoliarov and M.R.Nyden, Experimental and molecular dynamic studies of the thermal decomposition of a polyisobutylene binder, Acta Materialia, 2006, **54**, 4803-4813.
- [KAT86] I.Kataoka, Local instant formulation of two-phase flow, International Journal of Multiphase Flow, 1986, **12**, 745-758.
- [KLE06] G.Klein, Mise en place d'un banc de simulation grande vitesse pour EGV, note interne, 2006.
- [KUM07] G.Kumar and K.N.Prabhu, Review of non-reactive and reactive wetting of liquids on surfaces » ; Advances in colloid and Interface Science, 2007, **133**, 61-89.
- [LAC05] D.Lacanette, S.Vincent, E.Arquis and P.Gardin, Numerical simulation of gas-jet wipping in steel strip galvanizing process, Iron and Steel Institute of Japan, 2005, **45**, 214-220.
- [LAN42] L.D.Landau and B.Levich, Dragging of a liquid by a moving plate, Acta Physicochimica, 1942, **USSR 17**, 42-54.
- [LAN96] K.Landry and N.Eustathopoulos, Dynamics of wetting in reactive metal/ceramic systems: linear spreading, Acta materialia, 1996, **44**, 3923-3932.
- [LAN97] K.Landry, C.Rado, R.Voitovich and N.Eustathopoulos, Mechanims of reactive wetting: the question of triple line configuration, Acta materialia, 1997, **45**, 3079-3085.



- [LAN98] K.Landry, S.Kalogeropoulou and N.Eustathopoulos, Wettability of carbon by aluminium and aluminium alloys, *Materials Science and Engineering*, 1998, **A254**, 99-111.
- [LEP89] Y. Lepetitcorps, R.Pallier and R.Naslain, The fiber/matrix interfacial shear strength in titanium alloy matrix composites reinforced by silicon carbide or boron CVD filaments, *Composites Science and Technology*, 1989, **35**, 207-214.
- [LEP10] Y. Lepetitcorps, Metal Matrix Composites : 50 years of research, Keynote Lecture of the National Congress **PMS2011**, 2010.
- [LEV90] R.J.LeVeque, Numerical methods for conservation laws, Lecture in Mathematics, ETH Zurich, Birkhauser, 1990.
- [MAR94] A.Marmur, Thermodynamic aspect of contact angle hysteresis, *Advances in Colloid and Interface Science*, 1994, **50**, 121-141.
- [MAR96] A.Marmur, Equilibrium contact angle : theory and measurement, *Colloids and Surfaces A*, 1996, **116**, 55-61.
- [MAR10] N.Martin, «Contribution à l'étude du mouillage d'un substrat métallique ou céramique par un métal liquide : application au procédé d'enduction Ti/SiC», Rapport de stage, 2010, 20p.
- [MHA02] G.McHale and M.I.Newton, Frenkel's method and the dynamic wetting of heterogeneous planar surfaces, *Colloids and Surface A*, 2002, **206**, 193-201.
- [MIL95] S.T.Mileiko, A.M.Rudnev and M.V.Gelachov, Carbon-fiber / titanium silicide interphase / titanium-matrix composites: fabrication, structure and mechanical properties, *Composites Science and Technology*, 1995, **55**, 255-260.
- [MOR97] A.Mortensen, B.Drevet and N.Eutathopoulos, Kinetics of diffusion-limited spreading of sessile drops in reactive wetting, *Scripta Materialia*, 1997, **36**, 645-651.
- [MOR01] A.Mortensen, B.Drevet and N.Eutathopoulos, Reply to « Kinetics of reactive wetting, *Scripta Materialia*, 1997, **45**, 953-956.
- [OSB01] D.Osborne, N.Chandra and H.Ghonem, Interphase behavior of titanium matrix composites at elevated temperature, *Composites : Part A*, 2001, **32**, 545-553.

- [PAL01] A.Palavra, A.J.S.Fernandes, C.Serra, F.M.Costa, L.A.Rocha and R.F.Silva, Wettability studies of reactive brazing alloys on CVD diamond plates, *Diamond and related materials*, 2001, **10**, 775-780.
- [PAS82] A.Passerone, R.Sangiori, N. Eutathopoulos, *Scripta Materialia*, 1982, **16**, 547.
- [PAT80] S.V.Patankar, *Numerical Heat Transfert and Fluid Flow*, Hemisphere Publishing Corporation, 1980.
- [PIA10] G.Pianet, S.Vincent, J.Leboi, J.P.Caltagirone and M.Anderhuber, Simulating compressible gas bubbles with a smooth volume tracking 1-Fluid method, *International Journal of Multiphase Flows*, 2010, **36**, 273-283.
- [PIC08] R. Picha, J., A. Kroupa, Prediction of alloy surface tension using a thermodynamic database, *Computer coupling of phase diagrams and thermochemistry*, 2008, **28**, 141-146
- [PLA73] J.Plateau, *Statique expérimentale et théorique des liquides soumis aux seules forces moléculaires*, Gauthier-Villars, 1873.
- [PLE05] Y.Plevachuk, V.Skyarchuk, A.Yakymovych, B.Willers and S.Eckert, Electronic properties and viscosity of liquid Pb-Sn alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 2005, **394**, 63-68.
- [QUE90] D.Quéré, Thin films flowing on vertical fibers, *Europhysics Letters*, 1990, **13**, 721-726.
- [RAD02] B.V.Radhakrishina Bhat, J.Subramanyam and V.V.Bhanu Prasad, Preparation of Ti-TiB-TiC & Ti-TiB composites by in-situ reaction hot pressing, *Materials Science and Engineering*, 2002, **A325**, 126-130.
- [RAN92] S.Ranganath, M.Vijayakumar and J.Subrahmanyam, Combustion-assisted synthesis of Ti—TiB—TiC composite via the casting route, *Materials Science and Engineering*, 1992, **A149**, 253-257.
- [RAY92] Lord Rayleigh, On the instability of cylindrical fluid surfaces, *Philosophical Magazine*, 1892, **34**, 177-180.

- [REB99] S.Rebouillat, B.Letellier and B.Steffenino, Wettability of single fiber beyond the contact angle approach, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 1999, 19, 303-314.
- [REB00] S.Rebouillat, B.Steffenino and B.Letellier, Hydrodynamics of high-speed fiber impregnation, *Chemical Engineering Science*, 2000, **55**, 15-24.
- [REB02] S.Rebouillat, B.Steffenino and B.Salvador, Hydrodynamics of high-speed impregnation: the fluid layer formation from meniscus region, *Chemical Engineering Science*, 2002, **57**, 3953-3966.
- [ROM07] C.Rome, S.Glockner and J.P.Caltagirone, Resolution of the Navier Stokes equation on block-structured meshes, *International Journal for Numerical Methods in fluids*, 2007, **54**, 1239-1268.
- [ROU08] G.Rousset, Thèse présentée à l'Université Bordeaux 1, Approche probabiliste de la durée de vie d'un composite unidirectionnel à matrice métallique en fatigue oligocyclique axiale, 2008, n°**3568**.
- [RUC01] E.Ruckenstein, Scaling analysis of coating of a plate or a fiber, *Journal of Colloid and Interface Science*, 2002, **246**, 393-400.
- [RYC96] A.De Ryck and D.Quéré, Inertial coating of a fiber, *Journal of Fluid Mechanics*, 1996, **311**, 219-237.
- [RYC98] A.De Ryck and D.Quéré, Gravity and Inertia Effects in Plate Coating, *Journal of Colloid and interface science*, 1998, **203**, 278-285.
- [SAN09] G.Sanchez, Rapport d'étude, note interne, 2009.
- [SAU98] B.B.Sauer and W.G.Kampert, Influence of viscosity on forced and spontaneous spreading: Wilhelmy Fiber studies including Methods for Rapid Viscosity Measurement, 1998, **199**, 28-37.
- [SCA99] R.Scardovelli and S.Zaleski, Direct numerical simulation of free-surface and interfacial flow, *Annual Review of Fluid Mechanics*, 1999, **31**, 567-603.
- [SEI10] J.Seiwert, Entraînements visqueux, Thèse de doctorat de l'école polytechnique, 2010.

- [SCH83] R.Schreiber and H.B.Keller, Driven cavity flow by efficient numerical techniques, *Journal of Computational Physics*, 1983, **49**, 310-333.
- [SHA04] A.Sharif, Y.C.Chan and R.A.Islam, Effect of volume in interfacial reaction between eutectic Sn-Pb solder and Cu metallization in microelectronic packaging, *Materials Science and Engineering B*, 2004, **106**, 120-125.
- [SHI03] Z.Shi and Z.X.Guo, Modelling of binder removal from a (fiber+powder) composite pre-form, *Acta Materialia*, 2003, **51**, 899-909.
- [SHI04] Z.Shi and Z.X.Guo, Kinetic modelling of binder removal in powder-based compacts, *Materials Science and Engineering A*, 2004, **365**, 129-135.
- [SRI11] V.Srinivasan, A.J.Salazar and K.Saito, Modeling the disintegration of modulated liquid jets using volume-of-fluid (VOF) methodology, *Applied Mathematical Modelling*, 2011, **35**, 3710-3730.
- [TAI89] J.Taine and J.P.Petit, *Transfert thermique: mécanique des fluides anisothermes*, Dunod université, ISBN 2-04-018760-X, 1989, 389p.
- [THE76] J.Thebault, R.Pallier, G.Bontemps-Moley, M.Bourdeau and N.Naslain, Chemical compatibility in boron fiber-titanium composite materials, *Journal of the Less Common Metals*, 1976, **47**, 221-233.
- [VAY99] S.Vaynman, M.E.Fine, *Scripta Materialia*, 1999, **41**, 1269-1271.
- [VIA93] P.T.Vianco, D.R.Frear, *JOM*, 1993, 14-19.
- [VIN99] S.Vincent, *Modélisation d'écoulements incompressible de fluids non-miscibles*, Thèse de doctorat, 1999
- [VIN99b] S.Vincent and J.P.Caltagirone, Efficient Solving Method for Unsteady Incompressible Interfacial Flow Problems, *International Journal of Numerical Methods Fluids*, 1999, **30**, 795-811.
- [VIN00] S.Vincent and J.P.Caltagirone, A One Cell Local Multigrid Method for solving unsteady incompressible multiphase flows, *Journal of comput. Phys.* 2000, 163, 172-215.
- [VIN11] S.Vincent, A.Sarthou, J.P.Caltagirone, F.Sonilhac, P.Férier, C.Mignot and G.Pianet, Augmented Lagrangien and penalty methods for the simulation of two-phase flows

interacting with moving solids. Application to hydroplaning with real tire tread patterns, *Journal of computational Physics*, 2011, **4**, 956-983.

[WAR94] C.M.Ward-Close, M.R.Winstone and P.G.Partridge, Developments in the processing of titanium alloy metal matrix composites, *Materials & Design*, 1994, **15**, 67-77.

[WHI65] D.A.White and J.A.Tallmadge, Static menisci on the outside of cylinders, *Journal of Fluids Mechanics*, 1965, **23**, 325-335.

[WHI66] D.A.White and J.A.Tallmadge, A theory of withdrawal of cylinders from liquids baths, *AIChE*, 1966, **12**, 333-339.

[WHI71] D.W.G.White, The surface tensions of Pb, Sn and Pb-Sn alloys, *Metall. Trans.*, 1971, **2**, 3067-3071.

[WOL99] G.Wolansky and A.Marmur, Apparent contact angles on rough surfaces: the Wenzel equation revisited, *Colloids and Surfaces A*, 1999, **156**, 381-388.

[WER09] S.Wery, Thèse présentée à l'Université de Perpignan, Etude de la réactivité de composites à matrice céramique à haute température, soutenue le 26 septembre 2008

[WU 97] N.Q.Wu, G.-X.Wang, W.Li, J.H.Wu and Z.Z.Li, Mechanically driven synthesis of nanophase TiC/Ti-Al composite powder, *Materials Letters*, 1997, **32**, 259-262.

[YOS00] F.G.Yost, Kinetics of reactive wetting, *Scripta Materialia*, 2000, **42**, 801-806.

# ANNEXE 1 - EXTRAIT DU RAPPORT DE STAGE DE N.MARTIN

## Nomenclature

$\sigma_{i,j}$	tension de surface entre l'état i et j ( $J/m^2$ )
$\theta$	Angle de mouillage ( $^\circ$ )
T	Température (K)
R	Rayon d'une goutte (m)
t	Temps (s)
D	Coefficient de diffusion ( $m^2.s^{-1}$ )
$C_i$	Concentration (mol/L)
e	Epaisseur (m)
$n_v$	Nbr de moles de soluté réactif par unité de volume ( $mol/m^3$ )
$V^m$	Volume molaire ( $m^3/mol$ )
R	constante de ( $8.314 J/mol.K$ )
$a_R$	Activité thermodynamique
$\eta$	Viscosité dynamique
W	Travail (J/m)
$k_d$	Constante cinétique ( $s^{-1}$ )
$\kappa^{-1}$	Longueur capillaire (m)
$\rho$	masse volumique ( $kg/m^3$ )
g	Accélération de pesanteur ( $m.s^{-2}$ )
$\mu_i$	Potentiel chimique de l'espèce i ( $J/mol$ )
$A_i$	Surface spécifique du composé i ( $m^2/mol$ )
$G^E$	Energie d'excès de Gibbs ( $J/mol$ )
$x_i$	Fraction molaire du composé i
$N_A$	Constante d'Avogadro ( $6.19 \cdot 10^{23}$ )
$\lambda$	Paramètre d'échange d'énergie (J)
$\varepsilon_{ij}$	Energie d'interaction d'une paire i-j d'atomes (J)
h	Hauteur de la goutte (m)
D	Diamètre de la goutte (m)
$\Delta G^\circ$	Energie de Gibbs standard ( $J/mol$ )

### A. Modèles thermodynamiques de la tension de surface d'un alliage binaire

## 1. Description des modèles

Les différentes théories se fondent sur les potentiels chimiques d'une espèce dans une solution. Les deux modèles détaillés ci-dessous s'appuient sur les simplifications classiques des potentiels chimiques : le cas de la solution idéale pour le modèle de Butler [9] (les interactions propres entre les molécules d'une même espèce sont identiques aux interactions mutuelles entre les molécules d'espèces différentes) et le cas de la solution régulière pour le modèle de Guggenheim [10] (les interactions mutuelles entre les molécules d'espèces différentes diffèrent des interactions entre les molécules d'une même espèce).

→ Le modèle de Butler : son raisonnement repose sur la considération d'une monocouche d'atomes au niveau de l'interface qui possède des propriétés physiques différentes des atomes situés au cœur du liquide. Avec comme hypothèse un équilibre entre le cœur de l'alliage et la surface du liquide, la tension de surface d'un alliage binaire d'indice  $i=1,2$  est déterminée par l'équation :

$$\sigma_{L-v} = (\mu_i^s - \mu_i) / A_i \quad (7)$$

où  $\mu_i^s$  et  $\mu_i$  sont le potentiel chimique du composé  $i$  en surface et au cœur du liquide respectivement et  $A_i$  la surface spécifique du composé  $i$ , défini par :

$$A_i = 1.091 * N_A^{1/3} * V_i^{2/3} \quad (8)$$

Avec  $V_i$  le volume molaire du composé  $i$ , et  $N_A$  le nombre d'Avogadro.

En supposant que le modèle de la solution idéale s'appliquait aussi bien en surface qu'au cœur de l'alliage, il transforme l'équation (7) en :

$$\sigma = \sigma_i + (G_i^{E,s} - G_i^E) / A_i + (RT / A_i) * \ln(x_i^s / x_i) \quad (9)$$

Où  $x_i^s$  et  $x_i$  sont les fractions molaires du composé  $i$  en surface et au cœur respectivement,  $\sigma_i$  la tension de surface du composant liquide  $i$  pur,  $G_i^{E,s}$  et  $G_i^E$  l'énergie d'excès de Gibbs du composant  $i$  en surface et au cœur respectivement.

Les travaux de Tanaka et al [11] ont permis de simplifier l'équation en démontrant que  $G_i^{E,s} / G_i^E \sim 0.83$ . Ainsi l'équation (9) permet d'obtenir un système de 2 équations à deux inconnues ( $\sigma$  et  $x_i^s$ ) en ayant connaissance de l'ensemble des autres données. La relation de Redlich Kister [12] quant à elle permet de calculer la valeur de  $G^E$ .

$$G^E = x_1 x_2 \sum_i L^i (x_1 - x_2)^i \quad (10)$$

Où  $L^i$  est le paramètre d'ordre  $i$  de la phase liquide du système.

→ Le modèle de Guggenheim: il est basé sur le modèle des solutions régulières. Ses équations s'appuient sur des approximations statistiques, dans lesquelles les composants du binaire sont répartis de manière aléatoire au sein du liquide quasi-cristallin ainsi que sur le paramètre d'échange d'énergie  $\lambda$ , qui décrit la variation d'énergie lorsqu'on passe de liaison A-A et B-B à des liaisons A-B :

$$\lambda = Z N_a * [\epsilon_{AB} - (\epsilon_{AA} + \epsilon_{BB}) / 2] \quad (11)$$

Dans cette équation,  $Z$  est le nombre moyen de coordination dans le liquide,  $N_a$  le nombre d'Avogadro, et  $\epsilon_{ij}$  l'énergie d'interaction d'une paire  $i$ - $j$  d'atomes. A partir de ce paramètre, la tension de surface  $L/V$  est obtenue par l'équation :

$$\sigma = \sigma_i + (RT/A_i) * \ln(x_i^s/x_i) + (\lambda m_2/A_i) * [(x_i^s)^2 - (x_i)^2] - (\lambda m_1/A_i) * (x_i)^2 \quad (12)$$

Où  $m_1$  et  $m_2$  sont respectivement le nombre de voisin le plus proche dans le plan adjacent et dans le même plan respectivement. Pour plus de détails sur la théorie, voir l'ouvrage de N. Eustathopoulos et al [13].

## 2. Application aux alliages: aspects prédictifs

Bien que ces modèles ne s'appliquent qu'à des alliages binaires, il semble possible d'en tirer des informations pour les systèmes concernés par cette étude. En mettant les aspects réactionnels de côté, l'effet d'ajout d'éléments dans un alliage sur la tension de surface, et donc du mouillage, est évalué. Cette démarche a été effectuée dans un premier temps sur le système connu Pb-Sn en s'appuyant sur les travaux de Picha et al [14] où les valeurs théoriques ont été interprétées et rapprochées aux valeurs expérimentales. Le regroupement de paramètres à partir de bases de données sur la tension de surface des métaux purs [15], de leur masse volumiques [16] et des valeurs de l'énergie de Gibbs d'excès de mélanges binaires (paramètres de Reidlich-Kister [22] pour Pb-Sn) et l'utilisation du solveur d'excel ont permis de déterminer les tendances des alliages étudiés.

Ainsi la tension de surface liquide-vapeur est déterminée en fonction de la composition du binaire, l'ensemble des résultats obtenus est visible sur la Figure 17.

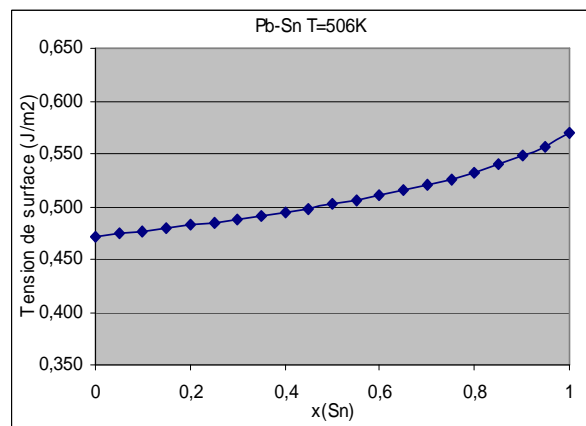


Figure 17 Evolution de la tension de surface de binaire liquides en fonction de la fraction molaire

Le caractère quasi linéaire de ces courbes tend à confirmer l'idée intuitive que pour diminuer l'angle de mouillage et donc la tension superficielle d'un liquide, il suffit d'ajouter des éléments d'addition dont la tension de surface du produit pur est plus faible que le constituant principal de l'alliage.

Ces calculs ont permis de remplir un des objectifs du stage, à savoir l'estimation de la tension de surface d'un alliage plomb-étain eutectique ( $x(\text{Sn})=0.74$ ,  $\sigma= 526\text{mJ/m}^2$ ), puisque cette valeur est nécessaire pour l'exploitation expérimentale des travaux de thèse. De plus ces courbes donnent à l'avance la tension de vapeur théorique des alliages qui seront utilisés expérimentalement (voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Par exemple la différence de tension de surface entre Cu-Ti30%massique ( $1.462 \text{ J/m}^2$ ) et Cu-



Ti10%massique ( $1.409\text{J/m}^2$ ) est de  $53\text{mJ/m}^2$ , on s'attend donc expérimentalement à observer une diminution de l'angle de mouillage lorsqu'on passe de Cu-Ti30 à Cu-Ti10.

## **Références**

- [9] J.A.V. Butler, Proc. R. Soc., A 135 (1932) 317
- [10] Guggenheim, E.A.(1945) Trans. Faraday Soc., 41,150
- [11] T. Tanaka, K. Hack, T. Iida, S. Hara, Z. Metall 87 (1996)380
- [12] O. Redlich, A. T. Kister, Ing. Eng. Chem., 40 (1948) 345-348
- [13] N. Eustathopoulos, M.G. Nicholas, B. Drevet, *Wettability at high temperatures*, Pergamon Materials Series vol. 3, (1999)
- [14] R. Picha, J. , A. Kroupa, *Prediction of alloy surface tension using a thermodynamic database*, Computer coupling of phase diagrams and thermochemistry, 28 (200) 141-146
- [15] N. Eustathopoulos, E. Ricci, B. Drevet, *Tension superficielle*, techniques de l'ingénieur, ref M 67
- [16] L.-D. Lucas, *Densité des principaux métaux et métalloïdes*, techniques de l'ingénieur, ref M 65
- [22] H.J. Fecht, M.X. Zhang, Y.A Chang, J.H. Perepezko, Metall. Trans. A 20A (1989) 795
- [24] K. Mukai, T. Matsushita, K.C. Mills, S. Seetharaman, T. Furuzono, *Surface tension of liquid alloys: a thermodynamic approach*, Metallurgical and materials transaction B, 38B (2008)

## ANNEXE 2 – DIAGRAMMES BINAIRES

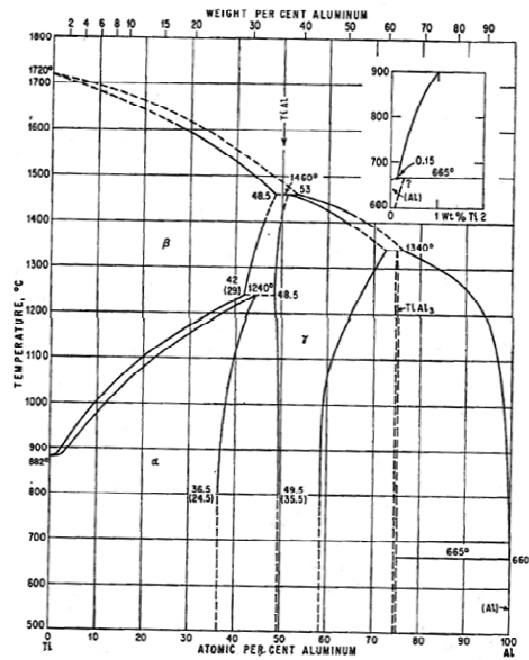


Diagramme binaire Al-Ti

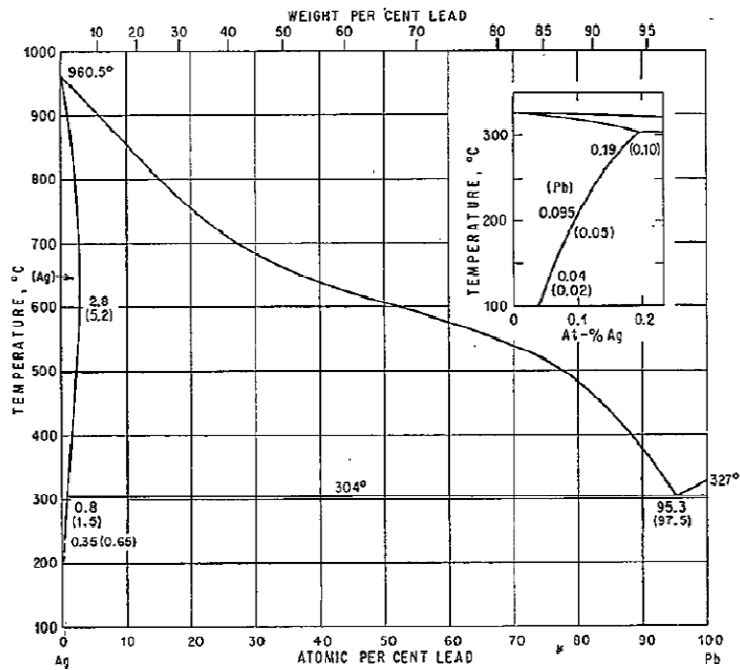


Diagramme binaire Ag-Pb

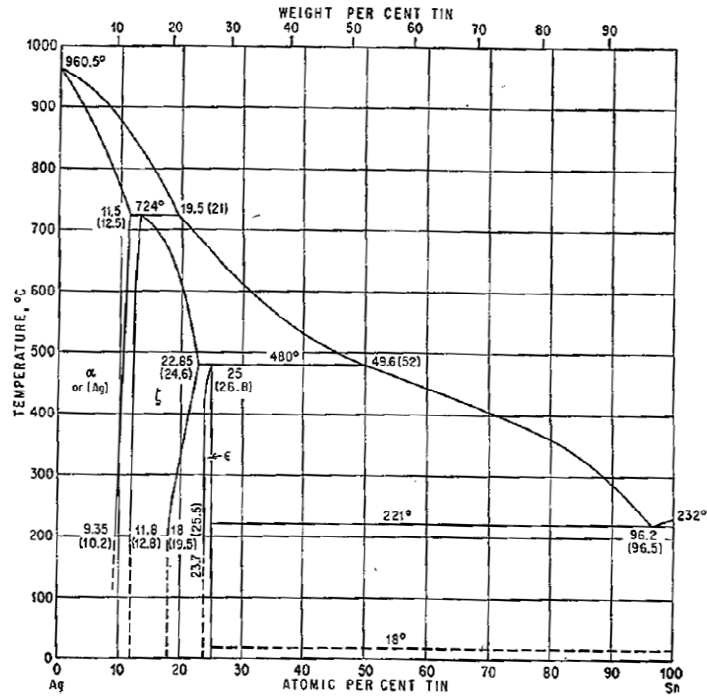


Diagramme binaire Ag-Sn

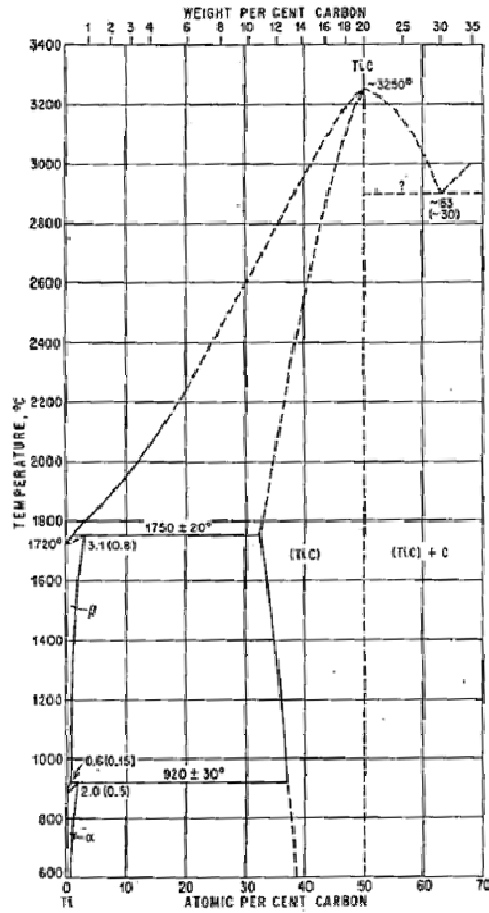


Diagramme binaire C-Ti



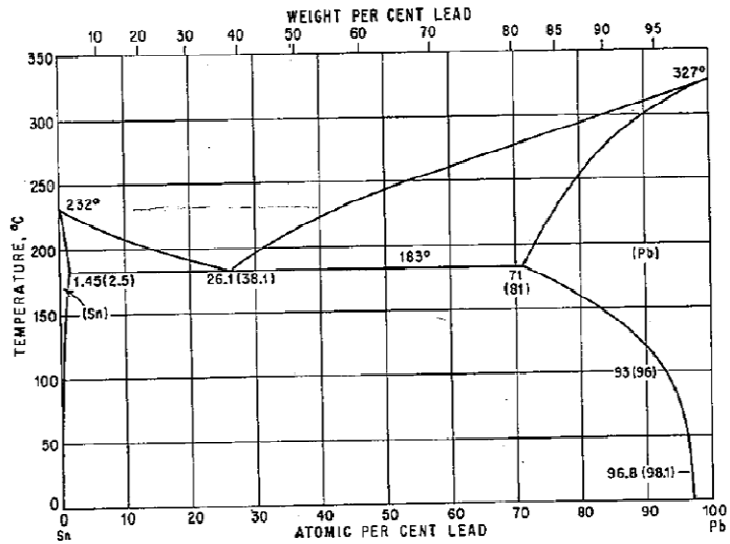


Diagramme binaire Cu-Pb

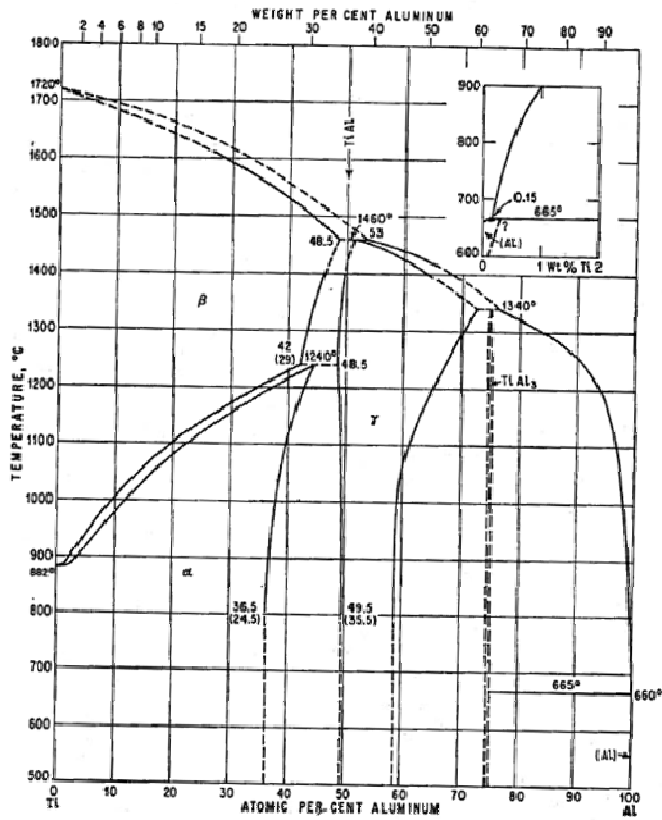


Diagramme binaire Al-Ti

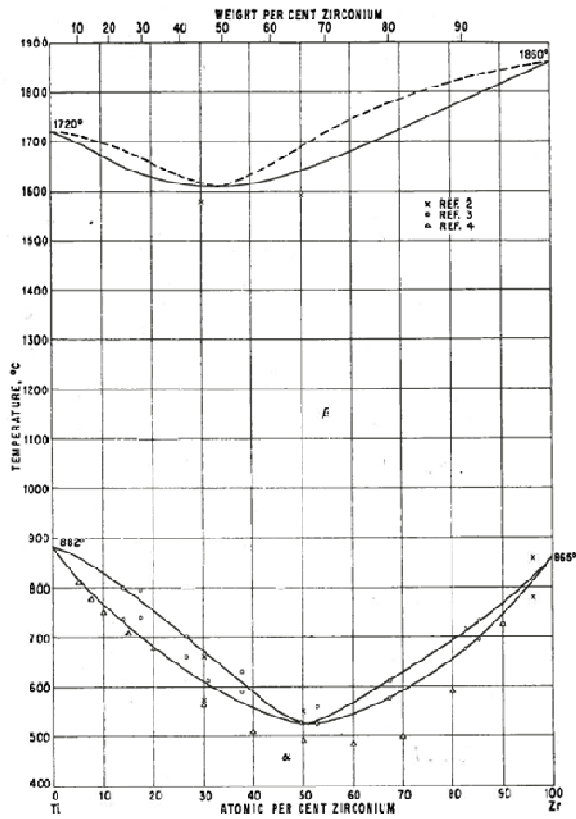


Diagramme binaire Ti-Zr

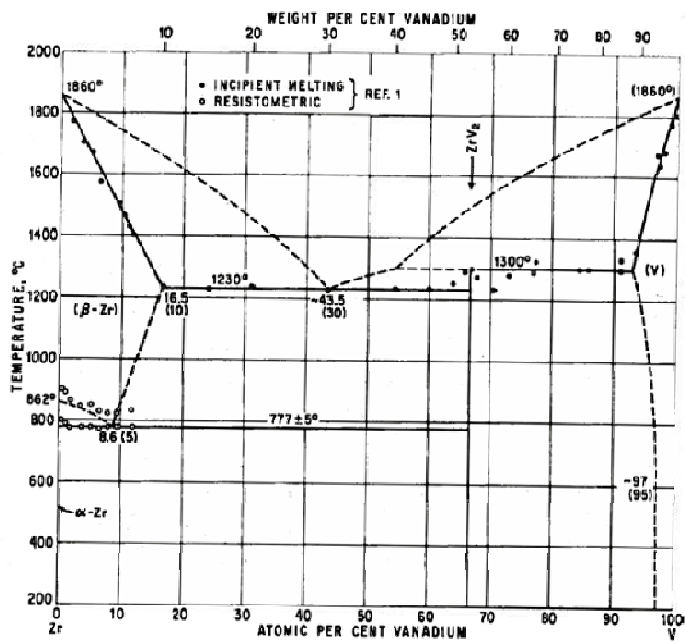


Diagramme binaire Zr-V



## Résumé

Le procédé d'enduction grande vitesse d'un filament de carbure de silicium de type SCS-6 par du titane liquide constitue une voie d'élaboration innovante pour la réalisation de composites à matrice métallique. Cependant, un mauvais mouillage entre le filament et le titane liquide et la formation de perles de titane le long de ce filament au cours de l'enduction ne permettaient pas de maîtriser le procédé pour la réalisation des matériaux composites. Les travaux de la thèse ont donc consisté à identifier et comprendre l'ensemble des mécanismes entrant en jeu lors de l'enduction à grande vitesse.

Une double approche numérique et expérimentale a été mise en place pour estimer les paramètres influents sur l'épaisseur de fluide emportée et sa stabilité en proposant une analyse paramétrique du phénomène physique grâce à l'étude d'enductions avec des liquides modèles. Cette analyse a ensuite été confrontée à une analyse physique et chimique d'enduction de filaments par un fluide métallique. Les différences et similitudes de ces analyses ont permis notamment grâce à des études de mouillage, à identifier les conditions pour lesquelles l'enduction d'un filament céramique de carbure de silicium par un alliage de titane seraient possibles.

High speed coating of SCS-6 silicon carbide fiber by liquid titanium is a new industrial process designed to manufacture metallic matrix composites at a lower cost. However, due to expected high speed in the coating process, a lack of reactivity is observed between liquid titanium and ceramic fiber. Because of these high speeds, large titanium drops are also formed on the coated fiber. The work presented in this doctoral thesis aimed to identify and understand the several mechanisms occurring in this high speed coating in order to propose an improvement of the industrial process.

Both experimental and numerical studies are used to determine the parameters responsible of the coating and the ones of thickness stability. Standard coatings with model fluids were firstly studied to understand the physical phenomenon alone. The understandings of chemical influence in fiber coating and especially on wetting properties were done in a second time. Using the previous results, an optimization of titanium high speed coating on ceramic fiber is then described.