



Université de Liège

Faculté des Sciences Appliquées

Collège de Doctorat d'Aérospatiale et Mécanique

Thèse de doctorat

présentée pour l'obtention du titre de Docteur en Sciences de l'Ingénieur

Décembre 2017

Étude des pertes d'alliage de Platine- Rhodium utilisé dans les filières de fabrication des fibres de verre

Reginster Sylvie

Composition du jury :

G. Dimitriadis	(co-promoteur)
P. Dusyinx	(président)
B. Heinrichs	
L. Kestens	
A. Mertens	(co-promoteur)
P. Simon	

Abstract

Fiberglass industry uses Platinum-Rhodium bushing for glass fibrillation. During its use in production, bushing is subject to very significant mechanical, chemical and thermal stresses. A deterioration of the bushing is observed when, at the end of its life, it is removed from the production cycle. Mass losses are measured and represent a significant financial cost to the company.

This work is born from an effective collaboration between 3B-the fiberglass company and the University of Liège. The industrial and scientific objectives are divided into four main axes : qualification, quantification of losses, interpretation and perspectives.

The purpose of the losses *qualification* is to determine the phenomena from which they arise and to classify them into different categories. The losses are mainly caused by surface oxidation of the alloy and sublimation of the oxide during the production of the glass fiber. A non-negligible part of the losses is also attributed to the manufacturing cycle of the bushings themselves.

The *quantification* part aims at studying the bushing behavior in production and developing of test benches. The empirical results allow to obtain behavior laws as a function of different parameters. Thus, the effect of the production batch, the exposure time, the initial weight, the cutting orientation, the speed, the temperature and the choice of the supplier are successively evaluated to empirically determine their influence on the losses.

The *interpretation* of these empirical laws is correlated with metallographic analyzes performed on different samples. Metallographic analyzes include studies of roughness, hardness, composition and alloy contamination, as well as optical and electronic micrographs. These metallurgical informations are correlated with the losses and the different parameters to explain the alloy behavior at high temperature. Modified alloys are also analyzed in this document. Thus, in addition to the standard 80/20 alloy, the 90/10 grade and the oxide dispersion strengthened 80/20 are also tested. A very promising study on coatings has established that a healthy deposit can remove the losses phenomena by suppressing oxygen supply and gas transfers.

The *perspectives* give some lead to reduce the losses. Suggestions are made both in terms of fiberglass production, bushings manufacturing, alloys development and experimental methodologies.

Résumé

L'industrie de la fibre de verre utilise des filières en alliage de Platine-Rhodium pour la fibrisation du verre. Au cours de son utilisation en production, la filière est soumise à des contraintes mécaniques, chimiques et thermiques très importantes. Une dégradation de la filière est constatée lorsque celle-ci, en fin de vie, est retirée du cycle de production. Des pertes en masse sont comptabilisées et représentent un coût financier non négligeable pour la société.

Ce travail est le fruit d'une collaboration efficace entre la société 3B-Fibreglass et l'Université de Liège. Les objectifs industriels et scientifiques sont découpés en quatre grands axes : qualification, quantification des pertes, interprétation et perspectives.

La *qualification* des pertes a pour objectif de déterminer la provenance et les phénomènes desquels elles découlent et de les classer en différentes catégories. Les pertes sont principalement causées par une oxydation en surface de l'alliage et par la sublimation de l'oxyde lors de l'utilisation des filières en production. De plus, une partie non-négligeable des pertes est imputée au cycle de production et de fabrication des filières elles-même.

La *quantification* passe par l'étude comportementale des filières en production et par le développement de bancs d'essai. Les résultats empiriques permettent l'obtention de lois décrivant le comportement de l'alliage en fonction des paramètres auxquels il est soumis. Ainsi, le rôle du lot de production, du temps d'exposition, du poids initial, de l'orientation de découpe, de la vitesse, de la température et le choix du fournisseur sont successivement évalués afin de connaître de manière empirique leurs influences sur les pertes.

L'*interprétation* de ces lois empiriques est corrélée avec des analyses métallographiques réalisées sur différents échantillons. Les analyses métallographiques reprennent des études de rugosités, duretés, analyses de compositions et de contamination de l'alliage, ainsi que des micrographies optiques et électroniques. Toutes ces informations métallurgiques corrélées aux pertes observées sur les échantillons en fonction des différents paramètres donnent des pistes d'explications du comportement de l'alliage à haute température. Des analyses sur les alliages modifiés sont également présentées dans ce document. Ainsi, en plus de l'alliage 80/20 standard, le grade 90/10 et le 80/20 dopé sont également testés. Une étude préliminaire très prometteuse sur les revêtements a établi qu'un dépôt sain permet d'annuler le phénomène de perte en supprimant l'apport en oxygène et les transferts gazeux.

Les *perspectives* regroupent les pistes de solutions mises en oeuvre pour la réduction des pertes. Des suggestions sont proposées aussi bien au niveau de la production du verre, de la fabrication des filières, du développement de l'alliage qu'au niveau des méthodologies expérimentales.

Table des matières

I	Introduction générale	1
1	Introduction	1
1.1	Contexte du projet	1
1.2	Objectifs de la thèse	2
1.3	Particularités du projet	2
2	Notions d'utilisation d'une filière en production	5
2.1	Généralités sur la filière	5
2.2	Critères de mise hors service	7
3	Identification de la problématique	9
3.1	Classification des pertes	9
3.2	Érosion des tétons	10
3.3	Poussières sur la plaque à tétons	13
3.4	Analyse des râteaux	15
3.5	Fractographie	19
3.5.1	Cas des micro-fissures	19
3.5.2	Cas des macro-fissures	19
3.5.3	Synthèse générale sur le problème de fissuration	20
3.6	Conclusions	20
4	État de l'art sur l'alliage Platine-Rhodium	23
4.1	Propriétés remarquables de l'alliage	23
4.2	Le diagramme de phase	24
4.3	Existence et formation de l'oxyde	25
4.4	Sublimation et équilibre des pressions partielles	26
4.5	Comportement de l'alliage de Platine-Rhodium vis-à-vis de la sublimation	28
4.6	Investigation sur les autres alliages à base de Platine	29
4.7	Les alliages dopés	31
4.8	Utilisation de revêtements pour limiter les pertes par volatilisation des oxydes	32
II	La filière	35
5	Fabrication d'une filière	35
5.1	Diagramme représentatif du procédé de recyclage d'une filière	35
5.2	Découpe	37
5.3	Shooting	38
5.4	Fusion	39
5.5	Laminage	42
5.5.1	Aspect théorique	42
5.5.2	Aspect pratique	42
5.6	Découpe des tôles et assemblage	44
5.6.1	La découpe des tôles en pièces	44
5.6.2	Le soudage à l'arc par apport de matière	44

5.7	Flame spray	47
5.8	Traitements thermiques	48
5.9	Conclusions	49
6	Résultats en usine	51
III	Étude de l'alliage	55
7	Les bancs d'essai	55
7.1	Choix des paramètres à étudier	55
7.2	Description du banc expérimental	57
7.3	Mesure des paramètres	59
7.3.1	Masse	59
7.3.2	Température	59
7.3.2.1	Utilisation d'un thermocouple	59
7.3.2.2	Principe de la mesure par infrarouge	59
7.3.2.3	Utilisation d'un pyromètre bichromatique	61
7.3.2.4	Montage du système sur les bancs d'essai	61
7.3.3	Vitesse de l'air	62
7.4	Calibration du banc	62
7.4.1	Fiabilité et validité des mesures	62
7.4.2	Montée et maintien en température	63
7.4.3	Protocole et résultats de calibration	64
7.5	Dédoublage et optimisation	66
7.6	Choix des alliages étudiés	68
7.7	Stratégie d'acquisition des données - choix du plan d'expérience	69
8	Résultats expérimentaux obtenus sur les bancs d'essais	73
8.1	Influence d'un lot de production à l'autre	73
8.2	Influence du temps d'exposition	73
8.3	Influence du poids initial de l'échantillon	75
8.4	Influence de l'orientation de la découpe par rapport aux directions de laminage	76
8.5	Influence de la température	77
8.6	Influence de la vitesse	77
8.7	Influence couplée de la vitesse et de la température	79
8.8	Influence du fournisseur	80
8.8.1	Résultats pour le fournisseur A	80
8.8.2	Résultats pour le fournisseur B	80
8.8.3	Résultats pour le fournisseur C	83
8.8.4	Résultats pour le fournisseur D	84
8.9	Récapitulatif des résultats expérimentaux obtenus avec les bancs d'essais	85
9	Étude métallographique	87
9.1	Présentation des découpes et des échantillons analysés	87
9.2	Analyse des résidus retrouvés sur les zones froides	89
9.3	Analyse de composition	92
9.3.1	Le standard ASTM	92

9.3.2	La détection de l'Azote	93
9.3.3	Conclusions et liens entre les pertes et la composition de l'alliage . .	94
9.4	Dureté	96
9.4.1	Principe de la mesure	96
9.4.2	Résultats expérimentaux	97
9.4.3	Conclusions	98
9.5	Micrographie optique et électronique	98
9.5.1	Introduction	99
9.5.2	Analyse des échantillons de Platine-Rhodium	100
9.5.3	Conclusions	105
9.6	L'analyse par diffraction d'électrons rétrodiffusés	105
9.6.1	Brève explication de la technique et de son utilisation sur d'autres alliages	106
9.6.2	Résultats obtenus pour l'alliage de Platine Rhodium	109
9.6.3	Conclusions	112
IV	Modifications apportées à l'alliage standard	113
10	L'alliage composé à 90% de Platine et 10% de Rhodium	113
10.1	Généralité sur l'alliage 90/10	113
10.2	Résultats expérimentaux des pertes sur les bancs d'essais	114
10.3	Étude métallographique	115
10.3.1	ASTM	115
10.3.2	Analyse des résidus retrouvés sur les zones froides	115
10.3.3	Dureté	116
10.3.4	Micrographie	117
10.4	Conclusions	119
11	Les alliages dopés	121
11.1	Résultats expérimentaux obtenus sur les bancs d'essais	121
11.2	Étude préliminaire métallographique	122
11.2.1	Analyse de composition	122
11.2.2	Dureté	123
11.2.3	Investigations de la microstructure par EBSD	124
11.3	Conclusions	125
12	Les revêtements	127
12.1	Aspect théorique	127
12.2	Résultats expérimentaux obtenus sur les bancs d'essais	129
12.3	Étude du revêtement d'une filière en fin de vie	131
12.4	Conclusions	132
V	Conclusions et perspectives	135
VI	Bibliographie	139