

Approche expérimentale du phénomène d'adhésion lors de la mise en forme de produits verriers : étude de l'échange thermique et détermination de l'effort de retrait

Experimental approach of the adhesion phenomenon during glass forming processes: study of heat exchange and determination of the shrinkage force.

Oumaima AROUBI ^{1*}, Damien MERESSE ¹, Philippe MOREAU ¹, Mirentxu DUBAR ¹, Salima BOUVIER ²

¹Université Polytechnique Hauts-de-France, LAMIH UMR CNRS8201, Le Mont-Houy, 59313 Valenciennes Cedex 9, France

²Université de Technologie de Compiègne, CNRS, Roberval (Mécanique, énergie et électricité), Centre de recherche Royallieu - CS 60 319 - 60 203 Compiègne Cedex, France

* (auteur correspondant : oumaima.aroubi@uphf.fr)

Résumé - L'échange thermique et l'adhérence entre le verre à haute température et le matériau représentant le moule dans le processus de formage de verre, ont été étudiés à l'aide d'une nouvelle approche expérimentale. Un banc d'essai expérimental instrumenté a été conçu afin de reproduire les conditions industrielles au moment du contact verre/moule. Les phénomènes d'échange thermique et d'adhérence ont été caractérisés respectivement à l'aide de l'évolution de la température dans le moule et l'effort de retrait. L'effort de retrait représente l'effort de décollement du verre du métal. D'après ces premières études, l'adhérence verre/moule a pu être quantifiée en fonction des températures initiales du verre et du moule et de la pression de contact. L'adhérence entre le verre et le moule est plus importante et peut conduire au collage lorsque la température d'interface atteint une valeur critique fonction des propriétés du verre. Ces résultats ont été déduits à partir des courbes montrant l'évolution des efforts de retrait en fonction des différentes températures initiales du verre.

Mots clés : Echange thermique ; Adhérence ; Verre ; Contact verre/métal.

Abstract - The heat exchange and adhesion between high temperature glass and the material representing the mold in the glass forming process was investigated using a new experimental approach. An instrumented experimental test bench is designed to reproduce the industrial conditions at the moment of glass / mold contact. The heat exchange and adhesion phenomena were characterized respectively using the evolution of the temperature in the mold and the shrinkage force. The shrinkage is the force to detach the glass from the metal. According to these first studies, the glass/mold adhesion could be quantified according to the initial temperatures of the glass and the mold and the contact pressure. The adhesion between the glass and the mold is greater and can lead to sticking when the interface temperature reaches a critical value depending on the properties of the glass. These results were deduced from the curves showing the evolution of shrinkage forces as a function of the different initial temperatures of the glass.

Keywords : Heat exchange; Adhesion; Glass; Glass/metal contact.

Nomenclature

T_v température initiale du verre, °C
 T_o température de l'outil, °C
 dT/dt dérivée de la température, °C/s

F_r effort de retrait, N
 h_c coefficient d'échange thermique
 P pression de contact, bar

1. Introduction

Produire des pièces sans défaut de surface est l'enjeu majeur pour l'industrie verrière de luxe. Cette qualité de produit est fortement liée à la maîtrise du contact verre-métal et au vieillissement des outillages. La mise en forme du verre génère des phénomènes de contact complexes qui peuvent conduire au collage, avec notamment une influence importante des transferts thermiques entre le verre et le moule [1]. Les techniques expérimentales doivent permettre d'étudier ce contact et d'assurer les conditions idéales permettant d'améliorer la qualité du verre et de prévenir le collage.

D'après plusieurs études, le succès du formage du verre dépend de la parfaite maîtrise des phénomènes de transfert thermique et de collage à l'interface avec le moule [2], [3]. L'approche expérimentale est l'approche la plus utilisée pour déterminer l'évolution du coefficient de transfert h_c à l'interface verre-métal. Elle consiste à mettre en place un essai expérimental pendant lequel des mesures de températures sont effectuées afin d'identifier h_c par méthode inverse. Loulou et al. [4] ont présenté une étude expérimentale de l'évolution des conditions de contact thermique entre une pastille en verre et un substrat métallique. Le substrat utilisé est un cylindre plein en métal. L'instrumentation thermique est réalisée à l'aide de 4 thermocouples. Dans le même contexte, Grégoire et al. [5] ont développé un banc d'essai en laboratoire pour identifier le coefficient de transfert thermique h_c à partir des températures mesurées dans différentes conditions de contact. Concernant l'étude du collage verre/métal, certains auteurs ont défini une température seuil comme indicateur pour le quantifier [9], d'autres le quantifient par un effort d'adhérence entre le verre et le métal [10]. Winther et al. [6] ont conçu une presse à verre instrumentée pour étudier l'adhérence entre le verre et le métal. Ils ont identifié, pour cela, une température de collage. Un lopin de verre chauffé au-dessus de T_g (température de transition vitreuse) a été mis en contact à une pression ajustable avec un échantillon métallique chauffé. Le principe général de ce type de dispositif, reste toujours une référence et il a été exploité par plusieurs auteurs [7], [8]. Falipou [9] a utilisé le même principe de dispositif que Winther et al. [6] et il a défini une température de collage T_c qui caractérise l'aptitude d'un matériau au démoulage. La procédure expérimentale consiste à enregistrer simultanément la force et la température et par la suite à déterminer la température de collage graphiquement. La température du verre est comprise entre 1100°C et 1180°C. Manns et al. [10] ont étudié l'influence des matériaux d'outils, des revêtements, de la rugosité et de la température sur le collage. Pour ce faire, ils ont conçu un dispositif pour mesurer les forces de démoulage, des tiges métalliques immergées de manière cyclique dans du verre fondu à 1050°C. Cependant, à ce jour, les résultats de plusieurs études, sont contradictoires et sont parfois en contradiction avec l'expérience pratique dans l'industrie du verre où des différences significatives sont observées sur la température de collage de divers matériaux de moule. Les auteurs ont accordé certaines de ces divergences au fait que certains facteurs d'influence ne sont pas pris en compte au laboratoire. En plus, aucune définition précise n'est donnée sur la température de collage et aucune procédure d'essai normalisée n'a été mise en place jusqu'à présent. A ce jour, aucun banc expérimental développé n'a permis de mettre en évidence l'étude de l'échange thermique au contact et l'adhérence en même temps et de faire des liens pertinents entre les deux, d'où l'originalité de notre étude.

Notre démarche consiste à concevoir un banc expérimental instrumenté permettant de reproduire les conditions industrielles au moment du contact verre/moule et d'étudier ici une configuration de référence. Ce banc est capable de caractériser parallèlement l'échange thermique dans des gammes de température peu étudiées à ce jour et d'évaluer l'adhérence entre le verre à haute température et les différents matériaux représentant la surface de contact du moule.

2. Dispositif expérimental et instrumentation

2.1. Procédé soufflé-soufflé

Le procédé soufflé-soufflé concerne la mise en forme de produits en verre creux (bouteille, carafe, flacon, ...). Dans ce procédé, la goutte de verre arrive dans le moule ébaucheur à une température proche de 1150°C. Cette goutte subit un premier soufflage à une pression comprise entre 1 et 3 bars selon les produits. En régime stationnaire, la température du moule est proche de 500°C. L'ébauche est transférée, ensuite, vers le moule finisseur suite à une rotation de 180°. Sous l'effet de la gravité, elle s'allonge puis est soufflée à nouveau et vient se plaquer contre les parois du moule finisseur. La température de surface du verre est alors comprise entre 700°C et 800°C. Une phase de temporisation est appliquée, ce qui permet à l'article de se refroidir et ainsi se solidifier pour lui donner sa forme définitive. Le temps de contact total entre le verre et le moule est d'environ 3 secondes.

2.2. Dispositif expérimental et instrumentation

Dans cette étude, nous nous sommes basés sur l'approche expérimentale de la thèse de Grégoire et al. [5] pour concevoir un banc d'essai prototype, représentatif du procédé industriel. Ce banc permet de mettre en contact du verre à haute température avec un outil en métal pour des pressions de contact et des temps de contact variables. La figure 1 présente les différents éléments du dispositif expérimental mis en place : l'outil, l'inducteur, le pyromètre, les thermocouples le vérin pneumatique, le vérin hydraulique et la plaque support.

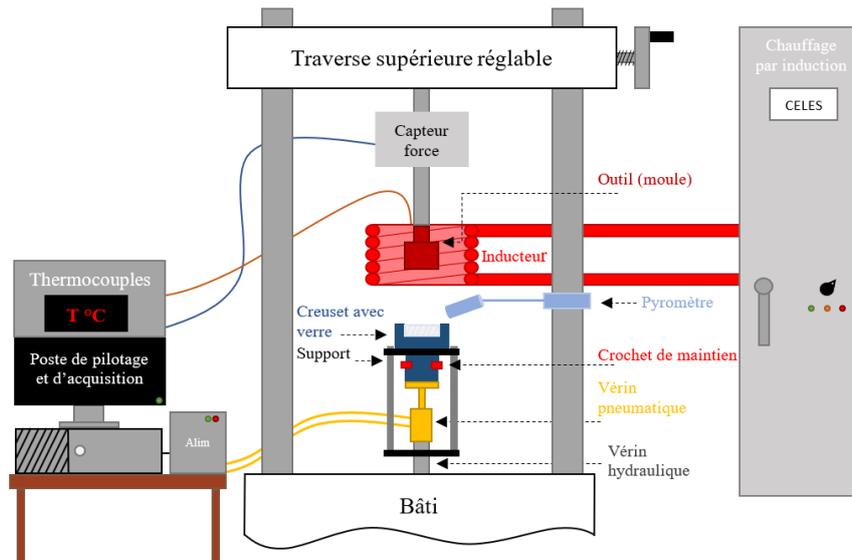


Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental

L'outil en fonte GS de diamètre 48mm est fixé à la partie supérieure de la machine de traction/compression à l'aide d'un axe intermédiaire qui garantit l'isolation thermique entre le capteur d'effort et l'outil. L'outil est chauffé à l'aide d'un inducteur jusqu'à une température de 510 °C (température nominale représentative du procédé industriel). Le verre est contenu dans un creuset métallique en acier inoxydable AISI 431. L'ensemble verre-creuset est chauffé dans un four à des températures comprises entre 700°C et 1200°C, représentatives du procédé industriel. Le temps de chauffage et de maintien dans le four est suffisant pour assurer un chauffage homogène, mais limité pour éviter la pollution du verre par les oxydes métalliques. Après montée en température, l'ensemble verre-creuset est extrait du four à l'aide d'une pince pour être déposé sur une plaque support située sur la machine de traction/compression. Un pyromètre est positionné pour mesurer la température initiale du verre avant contact. Un vérin hydraulique assure dans un premier temps le positionnement de l'outil à proximité de la surface du verre. Un second vérin pneumatique permet d'appliquer les pressions de contact. Un relevé

des efforts aux différents moments de l'essai permet d'une part, de vérifier les niveaux de pression initiale à l'interface verre/outil et de déterminer l'instant exact de la mise en contact et, d'autre part, d'évaluer l'effort de retrait F_r après 3 secondes de contact. L'effort de retrait F_r est défini comme la force maximale avec laquelle le verre se décolle de l'outil. Une cellule d'effort uniaxial de capacité 25kN est placée au-dessus de l'outil pour réaliser ces mesures. Le retrait de l'ensemble creuset/verre est assuré par la descente du vérin hydraulique à la vitesse de 20mm/s à l'aide d'un crochet de maintien qui entraîne le creuset vers le bas et empêche le verre de rester collé sur l'outil. Un système d'acquisition assure l'enregistrement des efforts à une fréquence de 1000 Hz et des évolutions de température à une fréquence de 100 Hz.

Un thermocouple de type N, gainé avec de l'inconel 600, et avec un système de vissage est positionné dans l'outil à 1mm de l'interface de contact. Il permet l'enregistrement de l'évolution de la température dans l'outil pendant les premiers instants de la mise en contact. Pour limiter la perturbation du champ thermique dans l'outil et garantir une réponse plus rapide, un diamètre de thermocouple 0.5mm a été retenu. Le temps de réponse est annoncé par le fabricant à 0,015 s pour passer de 20°C à 100°. Le thermocouple est logé dans un trou non débouchant de 0.7 mm de diamètre dans l'outil et situé à 1mm de la surface de contact (Fig. 2). D'après Grégoire et al. [5], la position idéale du thermocouple doit être comprise entre 1 mm et 3 mm de la surface de contact.

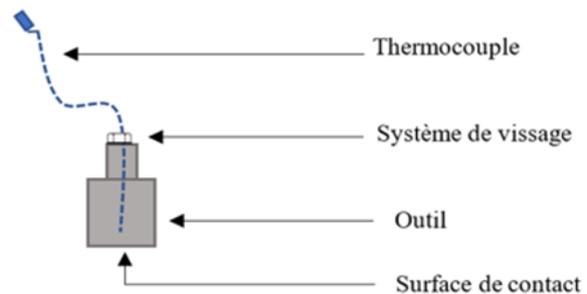


Figure 2 : Montage du thermocouple

Enfin, une étude numérique sur ABAQUS a permis la validation du dimensionnement du banc et la détermination des cartes thermiques du verre et de l'outil juste avant la mise en contact. Le gradient de température avant contact a été estimé par la méthode des éléments finis en prenant en compte les temps de transfert, les caractéristiques thermiques propres au verre et au creuset. Dans cette étude numérique, si les phénomènes de conduction thermique entre le verre et le creuset, de convection thermique entre le verre et l'air et de rayonnement entre le verre et l'outil sont considérés le gradient thermique peut être estimé à 137 °C sur une profondeur de 8,2 mm dans le cas de l'essai de référence ($T_v = 1150^\circ\text{C}$, $T_o = 510^\circ\text{C}$) juste avant contact.

3. Campagne d'essais et résultats

Suite à l'étude bibliographique et aux informations fournies par le partenaire industriel, 6 paramètres (pression de contact, température de l'outil, température du verre, rugosité, graissage et matériau de l'outil) sont pertinents à étudier. Une première campagne d'essais a donc été menée en faisant évoluer uniquement la pression de contact et la température initiale du verre (Tableau 1) afin d'étudier leur influence sur l'évolution de la température de l'outil et sur l'effort de retrait. Les paramètres étudiés sont donnés dans le Tableau 1.

Matériau de l'outil	Graissage	Rugosité	T_o (°C)	Pression (bar)	T_v (°C)
Fonte GS	Non	$\approx 0.3 \mu\text{m}$	510	1.5	700, 750, 800, 1100, 1150
				3	700, 750, 800, 1100, 1150

Tableau 1 : Paramètres des essais

Pour une question de répétabilité, chaque essai est reproduit 3 fois. Un exemple de résultats bruts de l'évolution de la température ainsi que l'effort de retrait enregistré après 3 secondes de

contact pour un test à $T_v = 800^\circ\text{C}$ est présenté (Fig.3 et 4). Le but est ici de présenter un exemple type de courbes de résultats et d'indiquer les informations importantes sur ces courbes.

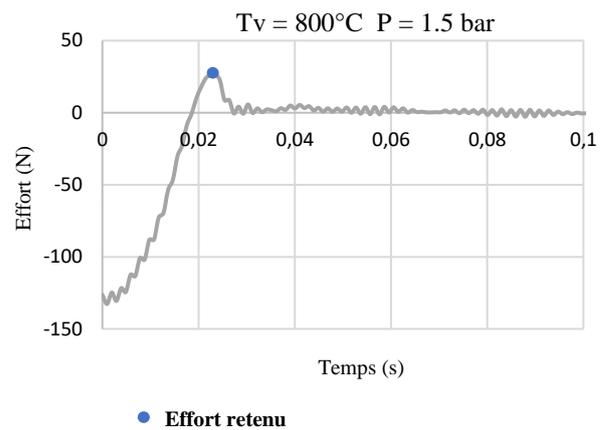
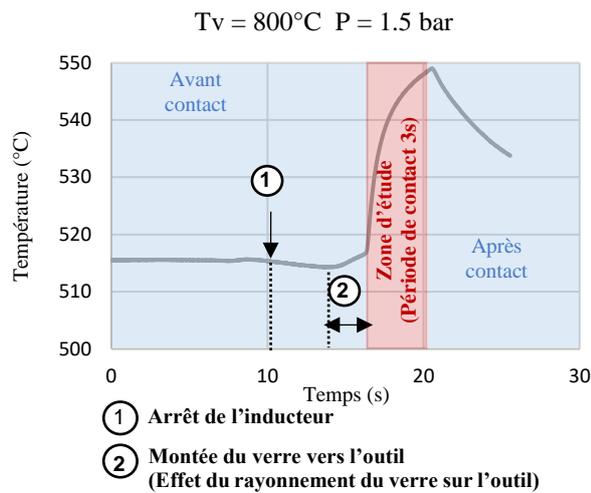


Figure 3 : Courbe brute de l'évolution de la température de l'outil à 1mm de la surface de contact

Figure 4 : Courbe brute de l'effort de retrait

Lors du retrait du verre de l'outil, 3 situations peuvent se présenter :

- Il n'y a pas adhérence entre le verre et l'outil ; l'effort de retrait est proche de zéro.
- Il y a adhérence entre le verre et l'outil. L'effort de retrait est non nul ; son évolution est toutefois dépendante de la vitesse de déplacement du vérin hydraulique qui permet le retrait. Cette vitesse a été fixée arbitrairement à 20mm/s. L'adhérence ne provoque pas de défauts sur la surface de l'outil.
- Il y a collage du verre sur une partie ou sur toute la surface inférieure de l'outil. D'après la bibliographie [10], cela signifie que la viscosité du verre à l'interface de contact est en dessous de $10^{8.8} \text{ Pa.s}$. Cette viscosité correspond à la température critique de collage du verre. Il est toutefois difficile de donner un effort critique de collage car il est dépendant de la surface réellement collée et du temps de contact. Le collage provoque un défaut sur la surface de l'outil.

3.1. Analyse thermique

Pour étudier l'évolution de la température dans l'outil pendant les 3 secondes de contact, les courbes (Fig.5 et 6) ont été tracées pour les différentes températures de verre et pressions de contact étudiées (Tableau 1). Dans ce qui suit, un seul résultat sur les 3 essais réalisés pour chaque combinaison (Pression de contact P , température initiale du verre T_v) est présenté. Il était difficile d'obtenir des températures initiales de verre identiques à celles données dans le tableau 1 à cause de l'impact de la convection pendant la phase de transfert de l'ensemble verre-creuset du four jusqu'au support. Pour cela, les températures du verre indiquées dans les figures 5 et 6 correspondent aux températures mesurées par le pyromètre juste avant le contact. Pour les basses températures de verre ($T_v < 850^\circ\text{C}$), on observe logiquement que la température de l'outil évolue lentement tandis que pour les hautes températures du verre ($T_v > 1050^\circ\text{C}$) l'évolution de la température est plus importante. Passer de 1,5 bar à 3 bar semble avoir peu d'impact sur les évolutions de températures dans l'outil. L'ensemble de ces courbes sont pour notre projet un ensemble de courbes de référence qui serviront lors des prochaines campagnes expérimentales à établir des comparaisons avec l'utilisation d'autres matériaux et d'autres revêtements.

Pour avoir une valeur de référence dans l'analyse de nos résultats, la température d'interface pour un contact parfait pour le jeu de référence (Température d'outil : 510°C , Température de verre : 1150°C) a été calculée. Les conductivités thermiques de la fonte et du verre sont

respectivement $30 \text{ W/m}^{\circ\text{C}}$ et $1.17 \text{ W/m}^{\circ\text{C}}$. Les chaleurs spécifiques de la fonte et du verre sont respectivement $630 \text{ J/kg}^{\circ\text{C}}$ et $1350 \text{ J/kg}^{\circ\text{C}}$. Les masses volumiques de la fonte et du verre sont respectivement de 7000 kg/m^3 et 2550 kg/m^3 . Pour ces valeurs, la température d'interface est de $605^{\circ\text{C}}$.

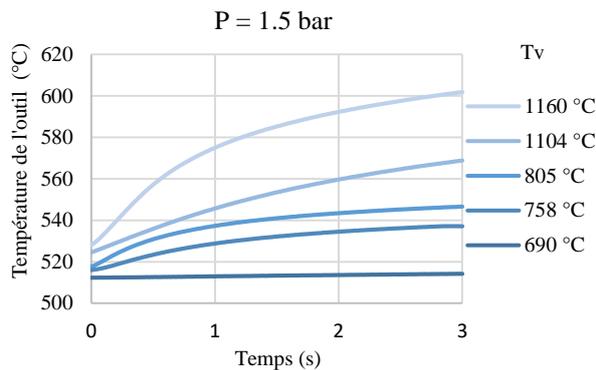


Figure 5 : Evolution de la température de l'outil à 1 mm de sa surface pendant le contact

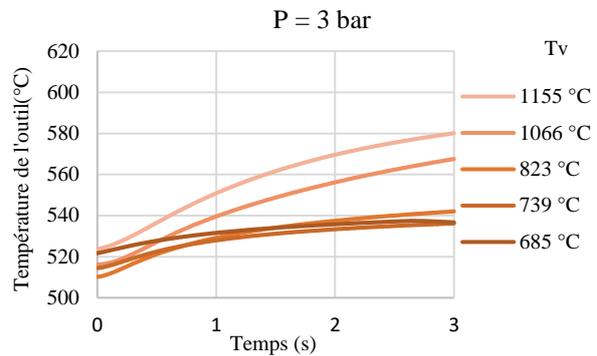


Figure 6 : Evolution de la température de l'outil à 1 mm de sa surface pendant le contact

Afin de réaliser une première analyse des résultats bruts obtenus, la dérivée par rapport au temps de l'évolution de la température dans l'outil a été déterminée pendant le temps de contact et quelques secondes après. Cela est afin d'observer via la thermique de l'outil s'il y a possibilité de collage ou non. Un exemple d'un cas de non adhérence et d'un cas de collage sont présentés (Fig. 7 et 8) respectivement pour des températures initiales de verre de $758^{\circ\text{C}}$ et $1160^{\circ\text{C}}$. Après le retrait du vérin ($t \approx 4\text{s}$), dT/dt (Fig. 7) décroît rapidement et devient négatif. Cela signifie qu'après le retrait, il n'y a plus de verre sur la surface de l'outil et que l'outil refroidit : il n'y a pas collage et le retrait est brutal. La corrélation entre dT/dt et l'effort de retrait présenté dans le paragraphe suivant confirmera ce résultat.

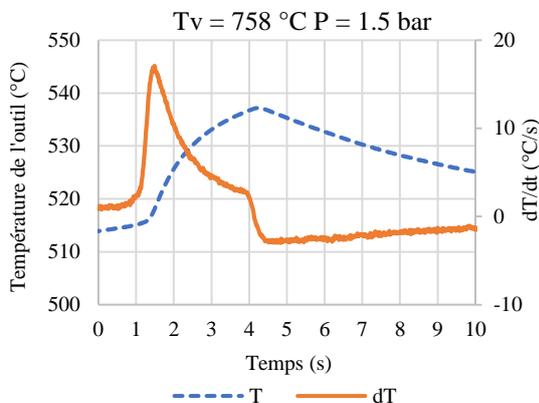


Figure 7 : Cas non adhérence

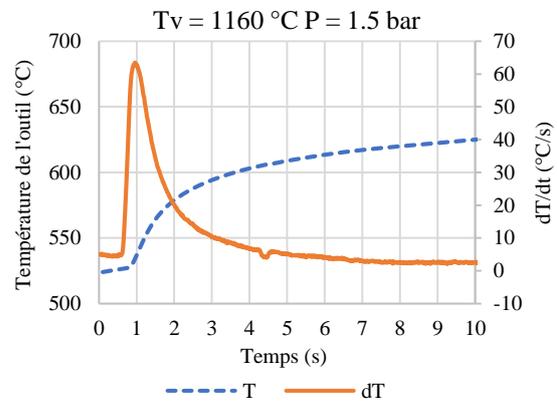


Figure 8 : Cas collage

Pour une température initiale de verre de $1160^{\circ\text{C}}$ (Fig. 8), dT/dt décroît après les 3s de contact mais reste positif. Après le retrait, une partie du verre est donc restée collée sur l'outil et continue de l'échauffer. Pendant cet essai, il avait été observé qu'une galette de verre était restée collée sur la surface inférieure de l'outil. Selon la bibliographie [10], cela signifie que la température du verre au contact est descendue à une température proche de $650^{\circ\text{C}}$ correspondant à une viscosité de verre de $10^{8.8} \text{ Pa.s}$.

3.2. Etude de l'effort de retrait

L'effort de retrait F_r étudié représente la force maximale à laquelle le verre se décolle de l'outil. A partir des courbes brutes de l'effort de retrait (Fig. 4), l'effort maximal de retrait est représenté pour les différents essais réalisés (Fig. 9). L'effort maximal de retrait augmente nettement avec la température du verre. Cet effort est multiplié de 4 à 6 lorsque la température initiale du verre passe de la gamme ($650^{\circ\text{C}}-850^{\circ\text{C}}$) à ($1050^{\circ\text{C}}-1200^{\circ\text{C}}$). L'augmentation de

l'effort maximal de retrait se visualise par une augmentation de l'intensité d'adhérence de verre sur l'outil. Plus l'effort de retrait est important, plus l'adhérence entre le verre et l'outil est importante ou plus les surfaces adhérentes sont importantes. La pression de contact ne semble pas avoir d'influence sur l'effort de retrait. Pour les températures supérieures à 1050°C, la dispersion est plus importante pour les essais à 1,5 et 3 bar. Elle peut s'expliquer par des phénomènes de collage sur des zones plus ou moins grandes du verre sur l'outil. Les causes de cette dispersion seront approfondies lors d'une prochaine campagne d'essai.

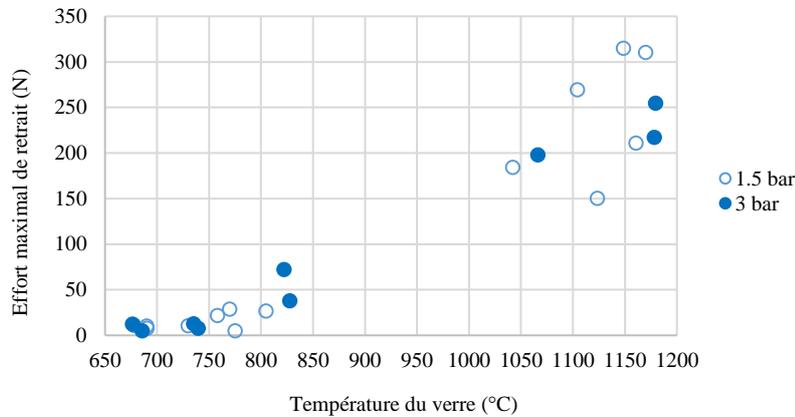


Figure 9 : Evolution de l'effort de retrait en fonction de la température initiale de verre

Les Figures 10 et 11 présentent l'évolution de la dérivée de la température superposée à l'évolution de l'effort de retrait respectivement pour l'essai ($T_v = 758^\circ\text{C}$, $P = 1,5$ bar) et l'essai ($T_v = 1160^\circ\text{C}$, $P = 1,5$ bar). On constate en superposant les courbes qu'une distinction entre les mécanismes d'adhérence peut être observée. En effet, dans le premier cas, l'effort de retrait est peu important (18N) et bref ; la dérivée de la température est négative : il n'y a pas collage dans ce cas. Dans le second cas, l'effort de retrait est plus important (200 N) et reste ensuite autour de 50N pendant quelques dixièmes de secondes ; la dérivée de la température reste positive : Il y a collage et adhérence du verre sur l'outil. Il peut être conclu qu'une corrélation peut être établie entre l'évolution de la température dans l'outil et l'effort de retrait.

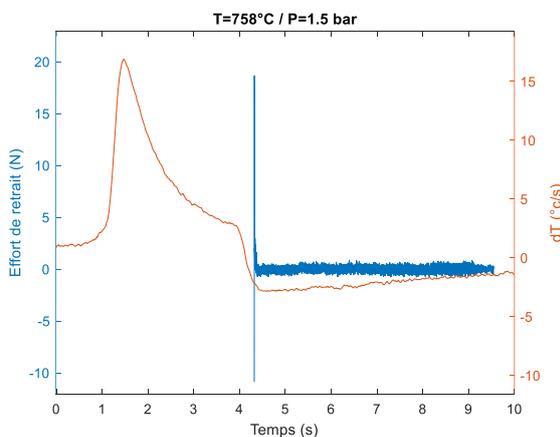


Figure 10 : Cas non adhérence

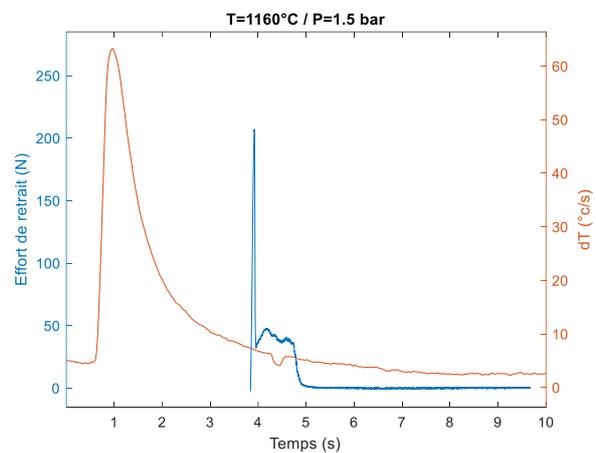


Figure 11 : Cas collage

4. Conclusion

Un banc d'essai expérimental instrumenté à haute température a été conçu et validé numériquement. Il permet de reproduire le contact verre/moule dans les conditions industrielles du procédé verrier soufflé-soufflé. L'originalité du banc d'essai est qu'il soit capable, en même temps, de mesurer, pour des pressions de contact différentes, l'échange thermique dans des gammes de températures peu étudiées à ce jour mais aussi d'évaluer l'effort de retrait. Le niveau de l'effort de retrait permet d'évaluer les phénomènes d'adhérence entre le verre et le matériau représentant le moule.

L'évolution de la température de l'outil pour les deux gammes de température de verre (650-850°C) et (1050-1200°C) représentatives des 2 étapes du procédé industriel soufflé-soufflé a été étudiée. L'adhérence entre le verre et le matériau représentant l'outil a également été étudié à partir de l'évolution de la dérivée de la température de l'outil et de l'effort maximal de retrait. L'effort maximal de retrait augmente nettement avec la température initiale du verre. Il varie de (10-50N) à (150-300N) pour des gammes de température de verre respective de (650-850°C) et (1050-1200°C). L'augmentation de l'effort maximal de retrait traduit une augmentation du niveau d'adhérence du verre sur l'outil.

Ce banc d'essai permettra d'étudier dans le futur d'autres paramètres de mise en forme qui sont principalement : revêtements, nouvelles nuances de matériau d'outil. Ces nouvelles données seront comparées à la première campagne expérimentale présentée dans ce papier (qui est une campagne de référence). Ces études permettront d'orienter l'industriel vers des solutions pour améliorer leur production.

Références

- [1] M. Hyre, « Numerical Simulation of Glass Forming and Conditioning », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 85, n° 5, p. 1047-1056, déc. 2004, doi: 10.1111/j.1151-2916.2002.tb00221.x.
- [2] Biosca, Adrià, Salvador Borrós, Vicenç Pedret Clemente, Matthew R. Hyre, et Andrés-Amador García Granada. 2019. « Numerical and Experimental Study of Blow and Blow for Perfume Bottles to Predict Glass Thickness and Blank Mold Influence ». *International Journal of Applied Glass Science* 10 (4): 569-83. <https://doi.org/10.1111/ijag.13208>.
- [3] Salomeia, Yannis M., Gary H. Menary, et Cecil G. Armstrong. 2013. « Experimental Investigation of Stretch Blow Molding, Part 1: Instrumentation in an Industrial Environment ». *Advances in Polymer Technology* 32 (S1): E771-83. <https://doi.org/10.1002/adv.21320>.
- [4] T. Loulou, R. Abou-Khachfe, et J.-P. Bardon, « Estimation de la résistance thermique de contact durant la solidification du verre », *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 38, n° 11, p. 984-998, déc. 1999, doi: 10.1016/S1290-0729(99)00107-6.
- [5] Gregoire S., Moreau P., Lochegnies D., Cesar de Sa J. (2005). Positions optimales des thermocouples pour l'identification de la R.T.C. à l'interface verre/poinçon. XVII Congrès Français de Mécanique, Troyes (France), Septembre.
- [6] S. Winther et H. A. Schaeffer, « Effect of aggressive gases on the behavior of glass surfaces in contact with mold materials », *Eff. Aggress. Gases Behav. Glass Surf. Contact Mold Mater.*, vol. 61, n° 7, p. 184-190, 1988.
- [7] M. Falipou, C. Donnet, F. Marechal, et J.-C. Charenton, « Sticking temperature investigations of glass/metal contacts: Determination of influencing parameters », *Glass Sci. Technol. Frankf.*, vol. 70, n° 5, p. 137-145, 1997.
- [8] D. Rieser, G. Spieß, et P. Manns, « Investigations on glass-to-mold sticking in the hot forming process », *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 354, n° 12, p. 1393-1397, févr. 2008, doi: 10.1016/j.jnoncrsol.2007.02.095.
- [9] M. Falipou, « Tribologie du contact verre-métal à haute température : Application au formage du verre creux », p. 194, 1998.
- [10] P. Manns, W. Döll, et G. Kleer, « Glass in contact with mould materials for container production », *Glastech. Berichte Glass Sci. Technol.*, vol. 68, p. 389-399, oct. 1995.

Remerciements

Les auteurs remercient la région Hauts-de-France pour le financement du projet issu de l'appel à projets industrie du futur ; le programme FEDER et l'institut CARNOT ARTS.