



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

**DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE**

Spécialité : Science des Matériaux

Présentée par :

**LAURENT WEISS**

---

## **Contribution au développement d'un procédé de découpe laser haute-énergie/ jet d'eau haute-pression couplés. Application à la découpe d'alliages métalliques.**

---

Thèse soutenue publiquement le 5 juillet 2013 à Metz devant le jury composé de :

M. Dominique Grevey	Professeur à l'Université de Bourgogne	Rapporteur
M. Henri Buscaïl	Professeur à l'Université de Clermont1	Rapporteur
M. Philippe Desevaux	Maître de conférences (HDR) à l'Université de Franche-Comté	Examineur
M. Michel Aillerie	Professeur à l'Université de Lorraine	Directeur
M. Albert Tidu	Professeur à l'ENIM	Co-directeur
M. Abdel Tazibt	Directeur de recherche au CRITT TJFU	Co-directeur
M. Cyril Pelaingre	Directeur de recherche au CIRTES	Invité
M. Fabrice Scandella	Directeur de recherche à l'IS	Invité

*LMOPS 2 rue Edouard Belin, 57070 METZ  
LEM3, Ile du Saulcy 57045 METZ*

*En partenariat avec le CRITT TJFU, 2 avenue de la Grande Terre, 55000 BAR-LE-DUC  
Université de Lorraine – Pôle M4 : matière, matériaux, métallurgie, mécanique*







« *Je ne serai pour personne une excuse, pour personne un exemple.* »

Louis Aragon  
Extrait de *Le libertinage* (1924)

« *Quand nous avons soif, il nous semble que  
nous pourrions boire tout un océan : c'est la foi.  
Et quand nous nous mettons à boire,  
nous buvons un verre ou deux : c'est la science.* »

Anton Tchekhov  
Extrait du *Calepin* (1901)

« *Se réveiller, c'est se mettre à la recherche du monde.  
Aimer, c'est trouver sa propre richesse hors de soi.* »

Emile-Auguste Chartier dit Alain  
Extrait des *Vigiles de l'Esprit* (1942)

« *On fait la science avec des faits,  
comme on fait une maison avec des pierres :  
mais une accumulation de faits n'est pas plus  
une science qu'un tas de pierres n'est une maison.* »

Henri Poincaré  
Extrait de *La Science et l'hypothèse* (1902)

*Loin des peuples vivants, errants, condamnés,  
A travers les déserts courez comme les loups ;  
Faites votre destin, âmes désordonnées,  
Et fuyez l'infini que vous portez en vous !*

Charles Baudelaire  
Extrait des *Femmes Damnées*  
Texte censuré des *Fleurs du Mal*(1857)



# Remerciements

---

*Je remercie en premier lieu MM. Raffael Masiello, Jean-Paul Salvestrini et Laszlo Toth, respectivement directeurs du CRITT TJFU où je suis salarié, du LMOPS et du LEM3 pour m'avoir accueilli dans leurs laboratoires durant ces trois années.*

*Je remercie également MM. Dominique Grevey et Henri Buscail pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse et M. Philippe Desevaux en sa qualité d'examineur.*

*Je prends le temps de remercier ici ceux qui ont eu à me supporter au quotidien en ma qualité de thésard et je commencerai par mon directeur de thèse, le professeur Michel Aillerie du LMOPS, pour ses conseils avisés et sa manière inégalée de me faire écouter des CD de musique grecque entre deux corrections de chapitre. Toute cette thèse n'aurait pas eu lieu sans mon co-encadrant Abdel Tazibt, docteur au CRITT TJFU, qui m'a fait confiance dès le début, qui m'a prodigué moult conseils au quotidien et qui a toujours été le premier à remotiver les troupes quand le besoin s'en faisait sentir. Enfin, mon second co-encadrant, Albert TIDU qui a toujours été présent malgré ses journées plus que chargées. Ils peuvent tous les trois souffler un peu maintenant...*

*J'ai une pensée toute particulière pour le personnel du CRITT TJFU où j'ai passé la majorité de ces trois années. A Martine, Aurore et Michèle pour leur sourire et leur gentillesse, à Pauline parce qu'elle le vaut bien, à Yves pour le temps qu'il m'a consacré lors de la conception du système hybride, à Nicolas pour les heures passées à tenir un capteur à bout de bras dans la salle noire de la pompe, enfin à toutes les autres personnes et stagiaires (spéciale dédicace à Jennifer pour la mise en forme du manuscrit) pour leur aide qui a permis de faire avancer ce travail.*

*Du côté du LEM3, je tiens à remercier tout particulièrement Jérôme pour le temps passé en ma compagnie devant le MEB, Olivier pour l'aide apportée durant les essais de DRX et Auriane pour ses conseils et son sourire.*

*Et le LMOPS dans tout ça ? Eh bien il y en a du monde à remercier ici ! Tout d'abord l'ensemble des chercheurs pour leur bonne humeur communicative avec une attention toute particulière pour Germano et sa science (quasi) infuse et pour Patrice et ses (quasi) blagues. A Hadrien et Céline pour leur aide dans des essais qui ont (quasi) fonctionnés et à Cécile pour sa jovialité. Enfin et surtout à tous les doctorants que je salue collectivement pour ne pas faire de jaloux ! Oh et puis zut ! A Charles (quitte à commencer par quelqu'un autant commencer par un ivrogne trompettiste !), à Nadège (pour son expérience de commerciale), à Kawther (pour le bout de Tunisie accroché à mon porte-clefs), à Aurélie (pour avoir tenté de me convertir au Raman), à Vianney (parce qu'il y a toujours un ch'ti dans l'affaire), à Christyves (doctorant mais hacker avant tout), à Ninel (pour sa grandeur...d'esprit), à Thomas (sans qui les Raman ne fonctionneraient pas), à Joris (pour pousser Marie à être elle-même) et enfin à Marie (pour être... elle-même et rien que ça, c'est drôle !). J'en profite pour remercier les serveuses de tous les bars de Metz (avec dédicace spéciale aux Berthom et à l'Irish Pub) pour leur sympathie lorsqu'elles nous servent à boire ainsi que le trop peu connu M.Laurens, inventeur de la machine à café (sans qui il n'y aurait pas de scientifiques).*

*Un grand merci également à Peggy, Daniel et Bruno de l'Institut de Soudure pour leur aide sur ce projet ainsi qu'à Cyril du CIRTES.*

*Je tiens à remercier du fond du cœur tous mes amis qui m'ont toujours soutenu et avec qui j'ai des souvenirs et des fous rires plein la tête. Ils et elles m'excuseront de n'en faire nominativement la liste mais elle serait bien trop grande pour tenir sur cette page. « Ce que j'aime en vous ce sont mes souvenirs » écrivait le philosophe Alain, alors d'une manière générale je salue toutes les personnes que j'ai côtoyées et qui ont fait de moi l'homme que je suis aujourd'hui.*

*Je terminerai cette page de remerciements par rendre hommage à ceux qui me sont le plus chers : mes parents, mon frère, mes grands-parents et tous les membres de ma famille qui ont toujours été présents pour moi dès le début et qui ont parfois du faire des sacrifices pour me porter jusqu'à la soutenance de thèse.*

***A tous les gens cités ici, je leur souhaite, avec une sincérité non feinte de mosellan que je suis : Glück auf***



# Table des matières

---

<b>INTRODUCTION</b> .....	16
 <b>CHAPITRE I</b>	
<b>PRINCIPES DE LA DECOUPE JET D'EAU ET DE LA DECOUPE LASER</b>	
.....	26
 <b>I - INTRODUCTION</b> .....	28
 <b>II - LA DECOUPE JET D'EAU</b> .....	28
1) Etat de l'art .....	28
2) La technologie de découpe jet d'eau .....	30
a) <i>Mise sous pression</i> .....	30
b) <i>Outil de découpe</i> .....	32
3) Les avantages du procédé de découpe jet d'eau .....	34
a) <i>Pluridisciplinarité</i> .....	34
b) <i>Une découpe « froide » et sans effort</i> .....	35
c) <i>Sécurité</i> .....	35
4) Les inconvénients du procédé de découpe jet d'eau .....	36
a) <i>Vitesse et qualité de surface</i> .....	36
b) <i>La divergence du jet et ses conséquences sur la qualité de la découpe</i> .....	38
c) <i>Déchets</i> .....	39
 <b>III - LA DECOUPE LASER</b> .....	40
1) Etat de l'art .....	40
2) La technologie de découpe laser .....	41
a) <i>Milieu actif</i> .....	42
b) <i>Pompage</i> .....	42
c) <i>Résonateur</i> .....	44
d) <i>Tête de découpe</i> .....	45
3) Les avantages du procédé de découpe laser .....	46
4) Les inconvénients du procédé de découpe laser .....	47
a) <i>Création d'une zone affectée thermiquement</i> .....	47
b) <i>Nécessité de prise en compte de la réflectivité des matériaux</i> .....	48
c) <i>Décontamination des gaz d'assistance</i> .....	48
d) <i>Limitation en épaisseur de la pièce à découper</i> .....	48

<b>IV - BILAN.....</b>	<b>49</b>
------------------------	-----------

<b>V - BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>49</b>
--------------------------------	-----------

## **CHAPITRE II**

<b>PRINCIPES DU PROCEDE HYBRIDE .....</b>	<b>54</b>
-------------------------------------------	-----------

<b>I- GENERALITES DU CONCEPT.....</b>	<b>56</b>
---------------------------------------	-----------

1) <b>Historique.....</b>	<b>56</b>
---------------------------	-----------

2) <b>La technologie hybride.....</b>	<b>57</b>
---------------------------------------	-----------

a) <i>Principe fonctionnel des fibres optiques</i> .....	<b>57</b>
----------------------------------------------------------	-----------

b) <i>Indice de réfraction dans un jet fluide</i> .....	<b>58</b>
---------------------------------------------------------	-----------

c) <i>Tête de découpe hybride</i> .....	<b>59</b>
-----------------------------------------	-----------

3) <b>Les avantages du procédé de découpe hybride.....</b>	<b>60</b>
------------------------------------------------------------	-----------

4) <b>Les inconvénients actuels du procédé de découpe hybride .....</b>	<b>61</b>
-------------------------------------------------------------------------	-----------

<b>II - DE L'INTERET DE DEVELOPPER LA DECOUPE HYBRIDE.....</b>	<b>61</b>
----------------------------------------------------------------	-----------

<b>III - CAHIER DES CHARGES DEFINI POUR NOTRE ETUDE.....</b>	<b>62</b>
--------------------------------------------------------------	-----------

1) <b>Technologique.....</b>	<b>62</b>
------------------------------	-----------

2) <b>Scientifique.....</b>	<b>63</b>
-----------------------------	-----------

<b>IV - BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>65</b>
---------------------------------	-----------

## **CHAPITRE III**

<b>PROPRIETES OPTIQUES DE L'EAU A TRES HAUTE PRESSION ....</b>	<b>- 68 -</b>
----------------------------------------------------------------	---------------

<b>I- INTRODUCTION .....</b>	<b>70</b>
------------------------------	-----------

1) <b>Intérêts scientifiques .....</b>	<b>70</b>
----------------------------------------	-----------

2) <b>Intérêts liés à la conception .....</b>	<b>73</b>
-----------------------------------------------	-----------

<b>II - MONTAGE EXPERIMENTAL.....</b>	<b>74</b>
---------------------------------------	-----------

1) <b>Description du banc de caractérisation .....</b>	<b>74</b>
--------------------------------------------------------	-----------

2) <b>Rappel sur l'interférométrie et description de la partie optique.....</b>	<b>75</b>
---------------------------------------------------------------------------------	-----------

3)	Description de la partie hydraulique .....	78
4)	Description de la partie commande et contrôle .....	79
5)	Phase initiale de l'expérience : résistance mécanique des saphirs de la cellule .....	79
6)	Phase expérimentale : Déroulement d'une expérience .....	81
<b>III -</b>	<b>RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION.....</b>	<b>82</b>
1)	Résultats des mesures.....	82
2)	Approche de Tait.....	83
3)	Approche de Sellmeier .....	84
4)	Discussions sur les approches de Tait et de Sellmeier.....	86
5)	Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression par l'approche de Lorentz-Lorenz .....	88
6)	Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la densité .....	91
<b>IV -</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>95</b>
<b>V -</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>96</b>

## **CHAPITRE IV**

### **CONCEPTION DU SYSTEME HYBRIDE .....**

<b>I -</b>	<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>102</b>
<b>II -</b>	<b>SIMULATION HYDRODYNAMIQUE .....</b>	<b>103</b>
1)	Présentation générale de l'étude .....	103
2)	Paramètres de la simulation .....	105
a)	<i>Vitesse du fluide</i> .....	105
b)	<i>Débit volumique</i> .....	106
c)	<i>Pression dynamique et pression totale</i> .....	106
d)	<i>Valeurs limites des variables de la simulation</i> .....	106
3)	Conception de la géométrie et de la zone de calcul .....	107
a)	<i>Présentation du logiciel GAMBIT</i> .....	107
b)	<i>Démarche de conception du modèle</i> .....	107
c)	<i>Modèle final</i> .....	109
4)	Simulation des écoulements.....	109

a)	<i>Présentation générale du logiciel FLUENT</i> .....	109
b)	<i>Choix d'un modèle de turbulence pour notre étude</i> .....	110
c)	<i>Couplage vitesse-pression</i> .....	110
5)	<b>Résultats obtenus lors de la simulation de la chambre</b> .....	110
6)	<b>Conclusion des simulations hydrodynamiques</b> .....	112
<b>III -</b>	<b>ABSORPTION DE LA LUMIERE DANS L'EAU</b> .....	113
1)	<b>Aspect théorique et valeurs du coefficient d'absorption</b> .....	113
2)	<b>Conséquences sur la forme de la chambre</b> .....	115
<b>IV -</b>	<b>CONCEPTION DU SYSTEME HYBRIDE</b> .....	115
1)	<b>Eléments constitutifs de la chambre</b> .....	115
a)	<i>Arrivée d'eau</i> .....	116
b)	<i>Hublot</i> .....	117
c)	<i>Buse et porte-buse</i> .....	118
2)	<b>Distance de focalisation et diamètre du faisceau</b> .....	120
3)	<b>Descriptions de la solution retenue pour les essais</b> .....	122
4)	<b>Qualité du couplage</b> .....	124
5)	<b>Contraintes expérimentales additionnelles</b> .....	125
a)	<i>Bulles d'air</i> .....	125
b)	<i>Reflats sur les tôles</i> .....	126
<b>V -</b>	<b>CONCLUSION</b> .....	126
<b>VI -</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	127

## **CHAPITRE V**

<b>EFFETS D'UN JET D'EAU ET D'UN LASER FOCALISES A LA SURFACE D'UN MATERIAU</b> .....	130
---------------------------------------------------------------------------------------	-----

<b>I - INTRODUCTION</b> .....	132
1) <b>Interaction eau/laser/matériau</b> .....	132
2) <b>De l'intérêt d'étudier les transformations du matériau</b> .....	132
<b>II - DESCRIPTION DU BANC D'ESSAI</b> .....	133

<b>III - ETUDE DES EFFETS DE LA DECOUPE HYBRIDE SUR L'ACIER 301L</b> .....	136
1) Description de l'acier brut.....	136
2) Description des échantillons pendant et après découpe.....	137
3) Effet de diffusion thermique.....	137
4) Influence de la position du jet d'eau.....	139
5) Diffraction des Rayons X.....	142
6) Microscopie électronique.....	143
7) Spectroscopie Raman.....	145
8) Diagramme de phase Fe-O.....	149
9) Etude des résidus de coupe.....	150
<b>IV - ETUDE SUR L'ALLIAGE BASE TITANE TA6V</b> .....	152
1) Description de l'alliage base titane TA6V.....	152
2) Description des échantillons pendant et après découpe.....	152
3) Effet de diffusion thermique.....	153
4) Diffraction des rayons X.....	154
5) Spectroscopie Raman.....	155
6) Diagramme de phase Ti-O.....	157
<b>V - CONCLUSION</b> .....	158
<b>VI - BIBLIOGRAPHIE</b> .....	159
<b><i>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</i></b> .....	164
<b><i>INDEX</i></b> .....	170
<b><i>ANNEXES</i></b> .....	176



# ***INTRODUCTION***



L'idée de coupler un Jet d'eau sous très haute pression et un Laser de haute puissance est née en 2006 lorsque les ingénieurs du CRITT TJFU voulaient découper des alliages métalliques de fortes épaisseurs (supérieures à 2mm) par un Jet d'eau en utilisant un faisceau Laser à la place des particules abrasives traditionnellement utilisées pour ce type d'application. L'enjeu majeur initial était de réduire considérablement les déchets par la suppression de l'usage des abrasifs générateurs de plusieurs milliers de tonnes de boues hydro-abrasives chargées de pollutions diverses. Après vérification de la faisabilité technique de ce concept hybride conjointement par le CRITT-TJFU et l'Institut de Soudure à Yutz, les deux partenaires décidèrent alors de monter un projet de recherche national ADEME nommé HYBRID-LJET élargi aux laboratoires universitaires. C'est dans ce cadre que les travaux réalisés pendant ces trois années de thèse que nous présentons dans ce manuscrit s'inscrivent dans un vaste projet de recherche collaborative regroupant plusieurs laboratoires que sont le Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes - LMOPS de l'université de Lorraine et Supélec, le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux - LEM3 de l'Université de Lorraine et ENIM, le Centre de Recherche, d'Innovation et de Transfert de Technologie en Technique Jet Fluide et Usinage - CRITT TJFU, le centre de Développement Rapide de Produit - CIRTES SRC et l'Institut de Soudure - IS.

Ce travail de thèse s'inscrit dans un projet plus vaste réunissant ces laboratoires, nommé Hybridl-jet, qui a pour objectif de développer un nouveau concept de procédé de découpe hybride composé d'un jet d'eau couplé sous très haute pression à un faisceau laser de forte puissance pour la découpe de matériaux y compris les matériaux épais. C'est pourquoi le projet regroupe des compétences dans les domaines scientifiques et techniques des deux technologies combinées : des spécialistes de l'hydrodynamique appliquée au procédé jet d'eau très haute pression (THP jusqu'à 4000 bars), des spécialistes de l'optique et du laser, des spécialistes de la caractérisation (imagerie, optique, spectroscopique) des propriétés métallurgiques et chimiques des matériaux. Cette complémentarité de compétences permet d'envisager de mener avec succès les études et développements scientifiques et techniques nécessaires pour créer de nouveaux systèmes de découpe hybride au-delà de l'existant.

Le concept de guidage laser par l'eau a été développé par la société suisse SYNOVA sous le nom de Laser-Microjet. Ce concept est limité à une fibre Nd:YAG pulsée dont la puissance est comprise entre 100 et 300 W. Le jet d'eau utilisé est porté à une pression basse inférieure à 500 bars et, de ce fait, ne participe pas au mécanisme de découpe ; le jet d'eau sert

uniquement à refroidir le matériau et à évacuer le métal fondu. Le Laser-Microjet ne peut donc pas être considéré comme procédé de découpe hybride car le laser est le seul responsable du mécanisme de découpe. Par conséquent, cet outil n'est pas capable de découper un matériau d'épaisseur supérieure à 1 mm (une coupe dans cette épaisseur nécessite de surcroit plusieurs passes). Nous expliquons le choix de la limitation énergétique du concept proposé par Synova par une motivation liée au marché visé et la spécialisation des inventeurs. Ces derniers avaient, en effet, identifié un marché porteur non satisfait, à savoir, la microélectronique et le médical qui nécessitent la micro-découpe des pièces avec une très bonne qualité (notamment une précision  $<0,01$  mm), pas d'oxydation et pas d'effet thermique dans la tranche. Ceci est d'autant plus vrai que les matériaux découpés sont très fins (quelques dixièmes de millimètres) et sensibles à la température.

Les procédés traditionnels tels que le jet d'eau abrasif et le laser ne sont pas qualifiés pour ce type d'applications fines car le jet d'eau imprime une saignée de largeur minimale égale à 0,5 mm et nécessite d'utiliser des abrasifs qui ne sont pas adaptés à ces applications. Le laser, quant à lui, crée des Zones Affectées Thermiquement (ZAT) et oxyde la tranche. D'autre part, les inventeurs sont des ingénieurs spécialistes de la physique du laser. De ce fait, ils avaient apporté une solution au problème technologique par un angle purement optique où l'eau ne joue qu'un rôle de guidage, de refroidissement et d'évacuation du métal fondu. Autrement dit, les investigations en hydrodynamique n'ont pas été conduites dans les hautes pressions avec des débits qui confèrent au jet d'eau une énergie cinétique permettant de participer à l'enlèvement de matière en même temps que le laser. C'est ainsi que la recherche que nous avons envisagée est tout à fait originale puisque l'état actuel des connaissances et de la technologie ne permet pas d'appliquer le concept existant à la découpe des matériaux épais rencontrés dans l'industrie.

Les applications visées par le système que nous développons se destinent à la sidérurgie, la fonderie, la chaudronnerie et la mécanique : des industries polluantes, consommatrices d'eau et d'énergie. L'innovation proposée réside dans le remplacement des abrasifs, traditionnellement utilisés en découpe par la technique Jet d'eau sous Très Haute Pression (THP), par un faisceau laser de puissance couplé et guidé par le jet d'eau THP lui-même. Cette innovation doit également permettre avantageusement de diminuer la zone d'activation thermique existant dans les matériaux découpés lorsque la technique laser est utilisée seule.

Les avantages de la technique de découpe par jet hybride seront ainsi le résultat de l'association des avantages des deux technologies jet d'eau THP et laser. Cette technique doit opérer de façon à rendre le jet hybride capable de découper les matériaux, notamment les matériaux épais tout en respectant durablement l'environnement et avec des performances accrues, non seulement en termes d'économies significatives d'eau et d'énergie mais aussi en termes de productivité et de qualité de découpe.

Les études menées lors de la réalisation de notre projet doivent permettre d'apporter des solutions concrètes aux verrous scientifiques et technologiques que les entreprises ne pourraient pas lever seules sans la conduite d'un important travail de recherche amont dans le but de contrôler et d'optimiser le concept de découpe hybride :

- Etude des propriétés optiques de l'eau sous pression
- Etude des interactions fluide/lumière/matière (à notre connaissance, aucune publication de la littérature ne prend en compte des mécanismes et des phénomènes physiques comme la diffusion thermique du laser dans le matériau en présence de l'eau), métallurgiques (incidence sur la microstructure/ZAT) et chimiques, (oxydations, réductions, composition des effluents) qui caractérisent la découpe d'un matériau par ce nouveau concept hybride.
- Développement d'une tête hybride expérimentale capable de combiner efficacement un jet d'eau THP et un faisceau laser de forte puissance.

L'enjeu du projet est de supprimer totalement les déchets additionnels traditionnellement générés lors de la découpe par jet d'eau abrasif (en France, plus de 8000 tonnes/an de rejets constitués de boues hydro abrasives chargées de matériaux nocifs, sachant que plus de 80 % de ces boues ne sont pas traitées), réduire significativement les émissions polluantes (suppression des gaz d'assistance du laser traditionnel, réduction significative des vapeurs métalliques et des fumées toxiques générées par la découpe laser). De même, en considérant ces aspects environnementaux, les résultats du projet permettront au concept hybride d'ouvrir un marché très étendu et porteur bienvenu dans le contexte de la pression croisée et croissante de la réglementation environnementale d'une part, et des contraintes de la mondialisation d'autre part, en accord avec les objectifs nationaux et européens affichés dans le Plan d'Action en faveur des Eco Technologies « ETAP ». Enfin, la non utilisation de plusieurs

milliers de tonnes d'abrasifs par an, c'est autant d'économie de la ressource naturelle Grenat, la principale roche utilisée par les systèmes de découpe par jet d'eau abrasif.

Par ailleurs, le gain de performance attendu en terme de vitesse de découpe et de qualité, par rapport aux procédés traditionnels jet d'eau et laser, doit permettre de diviser par deux la consommation d'eau. Dans la situation actuelle en France, les 200 installations de découpe par jet d'eau abrasif consomment plus de 80 millions de mètres cube d'eau potable par an. La diminution du diamètre de buse de 0,3 mm (situation actuelle) à 0,2 mm voire 0,15 mm (objectif du projet) permettra de diviser par deux le débit d'eau d'une installation. Cette économie d'eau est donc estimée à 40 millions de m<sup>3</sup>/an. A raison d'une consommation de 37,5 m<sup>3</sup>/an/habitant selon l'INSEE, l'économie annuelle ainsi réalisée en France correspond à la consommation en eau potable de la population de la Lorraine pendant 6 mois. De même, la performance attendue permettra de diviser par deux l'énergie électrique. En effet, dans le système proposé, une pression hydrodynamique de 2000 bars devrait être suffisante pour découper avec des vitesses supérieures (vitesses «dopées» par effet laser) à celles des systèmes actuels de découpe jet d'eau qui utilisent des pressions de 4000 bars. Parallèlement, la présence d'un jet d'eau, guidant à une vitesse supersonique un faisceau laser dans le matériau, constitue un apport considérable en énergie cinétique par rapport à l'assistance du laser traditionnel par gaz sous 15 bars. Ces deux aspects, thermique et hydrodynamique, permettent de diviser par deux la consommation électrique.

Dans la suite de ce document, nous abordons les différents aspects traités pendant mon travail de thèse et présentés ci-dessus, en un manuscrit composé de cinq chapitres principaux. Pour commencer nous abordons d'un point de vue pratique et théorique la découpe jet d'eau et la découpe laser afin de montrer pour chacune des deux technologies leurs avantages et inconvénients.

Dans un second chapitre, nous faisons un état de l'art de la découpe hybride en décrivant ses avantages, ses inconvénients et les solutions envisagées pour améliorer cette technologie naissante afin de lui permettre un nouvel essor.

Le troisième chapitre est consacré aux propriétés optiques de l'eau sous haute pression. Nous présentons l'évolution de l'indice de réfraction de l'eau jusqu'à 2500 bars pour six longueurs

d'onde différentes à l'aide d'un interféromètre de Michelson conçu par nos soins. Nous interprétons ces résultats à l'aide de deux approches bien distinctes : l'équation de Sellmeier et l'équation de Tait. Nous définissons ainsi pour la première fois l'influence de la pression du fluide sur l'équation de Sellmeier et l'impact de la longueur d'onde sur celle de Tait. En utilisant l'équation de Lorentz-Lorenz, nous calculons également l'évolution de la polarisabilité de l'eau en fonction de la pression et de la longueur d'onde et donnons la table des valeurs. Nous avons associé à ce travail une publication qui présente, pour la première fois dans la littérature, les valeurs de la polarisabilité de l'eau en fonction de la pression jusqu'à 2500 bars. Enfin, nous montrons l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la densité du fluide de façon expérimentale et en lien avec les études précédentes. Il est à noter qu'une extension possible à ce travail, sur la base de notre système de mesure expérimental et des méthodes d'analyse développées, serait la réalisation d'un capteur in-situ très précis pour mesurer les diverses caractéristiques des fluides.

La quatrième partie est consacrée à l'étude et à la conception d'une chambre permettant un couplage hybride de haute énergie. Pour commencer, nous avons procédé à des simulations d'hydrodynamisme pour définir une forme permettant de limiter les turbulences du jet, facteur déterminant pour la qualité du couplage. Nous avons par la suite vérifié si la forme de la chambre de couplage optimale d'un point de vue hydrodynamique était compatible avec la propagation d'un faisceau laser de puissance, en particulier en tenant compte de l'absorption optique de l'eau aux longueurs d'onde disponibles des lasers de puissance. Toutes les données étant en notre possession, nous nous sommes attelés à la conception de la chambre et avons testé la qualité du couplage pour les différentes formes.

Le cinquième et dernier chapitre est une étude des réactions chimiques et des transformations de phases induites par l'interaction du jet d'eau et du laser sur le matériau. Dans cette étude, nous avons séparé les problématiques liées au couplage dans une chambre des problématiques liées directement à la découpe hybride. C'est pour cela que nous avons effectué des tests de découpe avec un système hybride, sans la chambre de couplage, de deux matériaux choisis comme standard, l'acier inoxydable 301L et l'alliage de titane TA6V. En analysant les tôles découpées et les résidus de coupe par diverses techniques telles que la spectroscopie Raman, la diffraction des rayons X et la microscopie électronique, nous avons défini les réactions d'oxydations observées en bord et dans les zones proches de la coupe. Des résultats très

intéressants, que nous avons observés, analysés et expliqués, montrent la formation de couches passivantes comme la magnétite ou le rutil et que les résidus de coupe sont des microsphères d'oxydes. Une publication a été soumise récemment pour présenter les résultats obtenus sur cet aspect de mon travail.

Les travaux que nous avons menés pendant ces trois années de thèse ont répondu aux questions initialement posées, et apporté des résultats originaux publiés. Ils ont également ouvert une multitude de pistes de recherches pour les années à venir ; ces perspectives sont présentées dans la conclusion de ce manuscrit.





# ***CHAPITRE I***

## ***PRINCIPES DE LA DECOUPE JET D'EAU ET DE LA DECOUPE LASER***



## **I - INTRODUCTION**

Dans l'industrie, la mise en forme des matériaux passe souvent par une phase de découpe qui ne peut être qu'une simple découpe linéaire mais qui peut aussi prendre des formes bien plus complexes. Le principe premier qui a été utilisé est la découpe mécanique par cisaillement ou arrachement de copeaux. Il n'est qu'à citer le taillage des bifaces par chocs répétés au paléolithique il y a de cela 1,6 millions d'années. Les techniques ont depuis lors beaucoup évolué avec l'arrivée des fraises, des plaquettes, des forets, des disques et autres.

Malheureusement, ces technologies se basent sur des phénomènes d'arrachements qui chauffent et détériorent les propriétés physiques et chimiques des matériaux en bord de coupe (transformation de phase, destruction de liaisons chimiques, écrouissage...). Or, les applications à haute valeur ajoutée demandent une qualité et une maîtrise parfaite des matériaux.

D'où la nécessité de mettre au point d'autres techniques de découpe en vue d'allier précision, qualité et neutralité. Au XX<sup>ème</sup> siècle, les avancées scientifiques et technologiques ont fait que des techniques novatrices de découpe ont pu être envisagées. Dans ce chapitre seront présentées deux techniques industrielles : la découpe jet d'eau et la découpe laser. Pour chacune de ces techniques nous développerons leur historique, leurs avantages et inconvénients et une brève analyse de ce qui pourrait être attendu en couplant ces deux techniques de découpe.

## **II - LA DECOUPE JET D'EAU**

### **1) Etat de l'art**

Les prémices de la découpe par jet d'eau sont apparues dans les années soixante avec l'ingénieur forestier Norman Franz qui a eu l'idée de découper le bois avec un jet d'eau haute pression. La première machine de découpe jet d'eau industrielle a vu le jour en 1968 ; elle avait pour but de débiter des planches à partir de troncs d'arbres sans altérer la qualité du bois. En 1972, la première utilisation industrielle à grande échelle est inaugurée dans la société Alton Boxboard (USA) pour la découpe de contreplaqué. Durant les premières années, le bois restera le principal sujet pour l'étude du jet d'eau et de ses applications [1]. En plus du bois, les matériaux souples et carbonés (cuir, caoutchouc) très peu compatibles avec les systèmes de découpe mécanique (problème de déformation) et thermique (problème d'échauffement et de carbonisation de la tranche) ont été, dans cette même période, les principales applications

industrielles de la découpe jet d'eau. La révolution technologique était de pouvoir découper le bois contreplaqué sans écrasement de matière, et découper plusieurs nappes de cuir /caoutchouc avec une grande précision (de l'ordre du +/-0,01 mm) et sans collage des bords.

Pourtant à l'époque, les champs d'applications étaient restreints du fait de la difficulté à découper des matériaux durs. En d'autres termes, l'eau, même sous haute pression, n'a pas l'énergie suffisante pour cisailer, fracturer ou arracher des matériaux dont les particules ou molécules ont une énergie de cohésion élevée.

Cette difficulté a été levée vers la fin des années 70 lorsque furent développées les premières têtes abrasives dans lesquelles du sable est incorporé au jet par effet Venturi. Tout au long des années 80, Mohamed Hashish, de l'université Concordia à Montréal, développe les premiers modèles de coupe et d'interaction eau-abrasif-matière [2-6]. L'énergie cinétique de ces grains de quelques micromètres de diamètre entraînés par le jet est suffisante pour arracher des particules de métal. Dès lors, plus aucun matériau ne résiste au procédé. La dureté de la pièce à découper définit le choix de l'abrasif : de l'alumine au diamant en passant par le grenat et le corindon.

Depuis ce développement décisif, la technique du jet d'eau n'a cessé de se répandre et d'investir de plus en plus d'industries de telle sorte qu'elle est aujourd'hui utilisée dans des domaines aussi variés que l'agroalimentaire, la lutherie, l'automobile, l'aéronautique ou bien encore le design d'art.

Depuis les années 90, l'évolution de la technique porte essentiellement sur deux volets. Le premier est le développement important des outils périphériques qui ont permis le passage de 2000 bars standard en 1980 à 6000 bars aujourd'hui accompagné d'une amélioration de la qualité du jet. Le second est la poursuite des études théoriques et expérimentales des phénomènes physiques d'accélération des particules avec les travaux de A. Tazibt et al. [7, 8, et 10] qui ont proposés un modèle analytique permettant de quantifier l'énergie cinétique du jet d'eau abrasif au point d'impact avec le matériau à découper. Ces travaux ont fait avancer la technologie en y apportant une justification scientifique des phénomènes de mélange et d'accélération des particules dans le jet d'eau supersonique. Une des applications importantes de cette modélisation est l'optimisation géométrique et dimensionnelle des outils de découpe jet d'eau abrasif tels que la chambre de mélange et le canon de focalisation. Ces travaux complètent ceux conduits par C. Ma et al. [11], A. Hascalik [12] et A. Tazibt [13] sur l'étude des phénomènes d'interaction particule-matière et de coupes.

Ces travaux de recherche ont été exploités et approfondis par l'équipe du CRITT TJFU de Bar-le-Duc (France) et ont particulièrement permis d'encadrer scientifiquement et modéliser

la physique du jet d'eau chargé de particules abrasives ainsi que la qualité de coupe, ce qui a permis de développer la technologie par l'amélioration de l'outil de découpe, le contrôle de la qualité et l'explication des phénomènes multi-physiques qui régissent la découpe jet d'eau. Parmi les résultats notables issus de ces travaux, nous pouvons citer le développement d'une nouvelle tête prototype de micro perçage et de découpe micrométrique de matériaux durs et fragiles tels que le silicium et le verre.

Sur le plan industriel, de grandes entreprises internationales spécialisées dans les fluides hautes pressions telles que FLOW ou KMT se sont emparées de ce marché novateur et font aujourd'hui office de leaders en la matière. De plus, les techniques se sont améliorées pour répondre aux besoins grâce à des recherches académiques alliées à des applications industrielles concrètes de sorte que de nouveaux champs d'applications ne cessent de voir le jour.

## 2) La technologie de découpe jet d'eau

### a) Mise sous pression

A l'heure actuelle, le coût global de l'installation d'une chaîne de découpe est de l'ordre de 100 000 à 200 000 euros suivant les capacités désirées (puissance, fonctionnalité, capacité dimensionnelle,...). La figure 1 montre les différents éléments d'une chaîne de découpe jet d'eau.

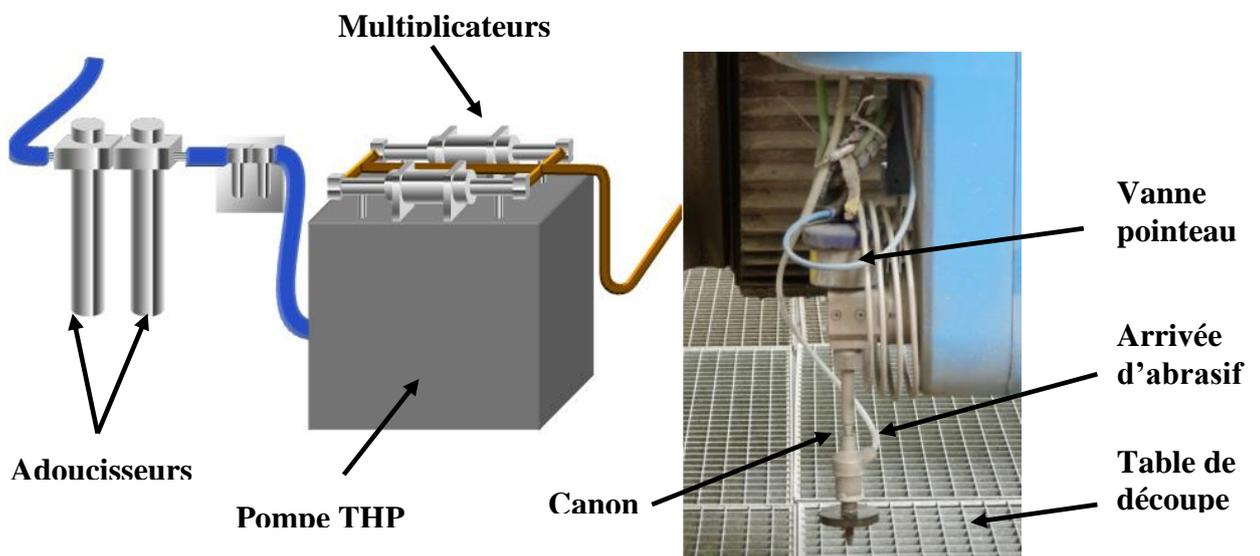
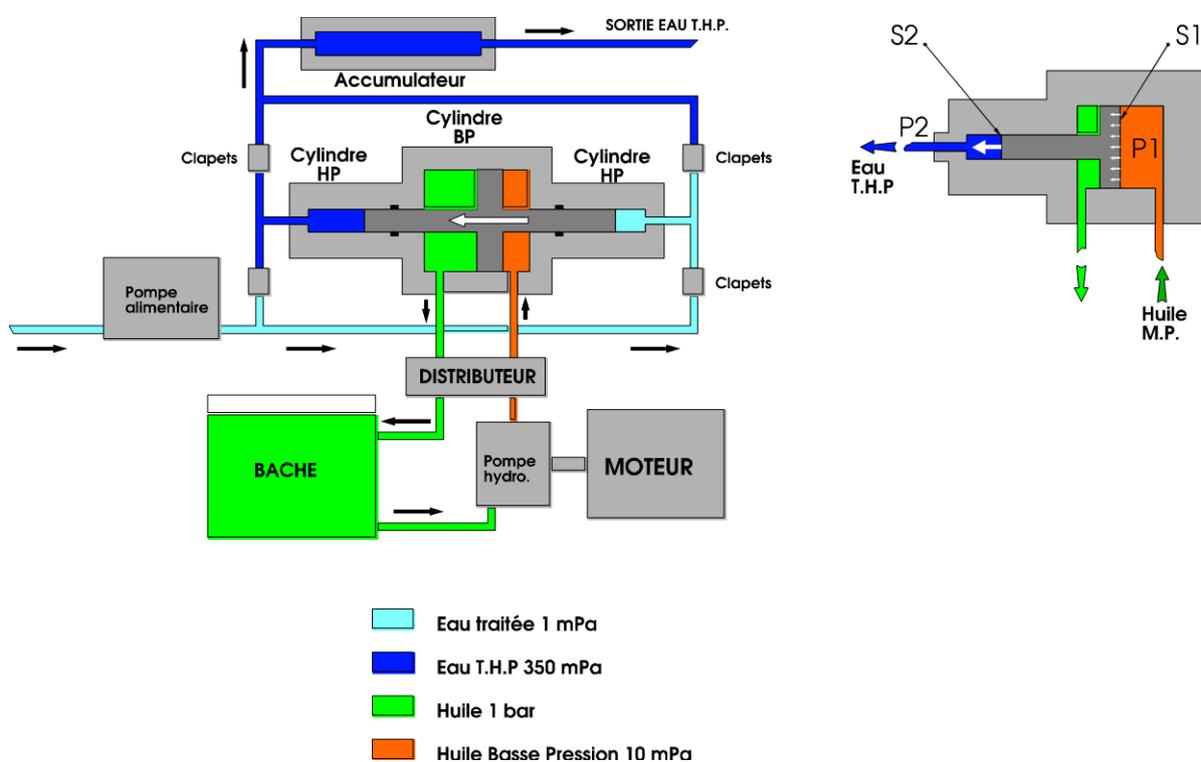


Fig I.1 : Schéma d'installation d'une chaîne de découpe jet d'eau (Source CRITT TJFU)

Le système est donc constitué de trois parties bien distinctes que sont les adoucisseurs, la pompe THP et la table de découpe.

Les adoucisseurs d'eau couplent la déminéralisation des cations par des sels et la rétention des particules microscopiques par des filtres. Ils ont pour but de purifier au maximum l'eau (notamment enlever le calcaire) pour éviter que les microparticules accélérées viennent frapper les éléments de la pompe (clapets,...) et de la tête (buse,...) en provoquant alors leur endommagement de manière irréversible.

La seconde partie du système est la pompe. La figure 2 illustre le fonctionnement d'un générateur à multiplicateurs de pression, communément appelé « pompe THP » (Très Haute Pression), qui est l'élément principal en amont de la zone de découpe.

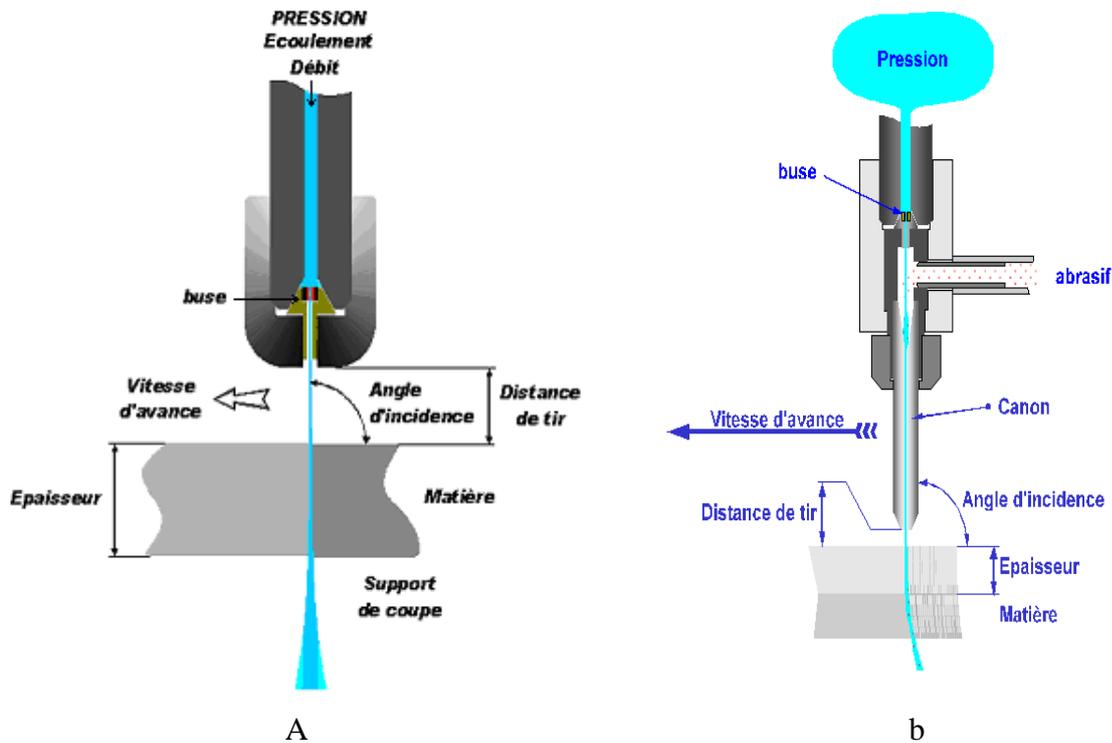


**Fig I.2 : Schéma de principe d'un générateur multiplicateur de pression (Source CRITT TJFU)**

Le moteur via le compresseur génère une pression oléolique de 200 bars (en orange) qui est envoyée dans le vérin double effet. Ce dernier pousse l'eau (en bleu) au moyen d'une surface 20 fois inférieure à celle du vérin de la chambre BP (Basse Pression) jusqu'à obtenir une pression comprise entre 1500 et 6000 bars (pour les utilisations industrielles courantes). L'eau est ensuite amenée jusqu'à la zone de coupe par tuyaux en acier inoxydable auto fritté.

### b) Outil de découpe

Une fois arrivée à la table de découpe, l'eau passe par une vanne pointeau qui commande l'ouverture/fermeture du jet puis traverse une tête permettant, lorsque demandé, l'injection de l'abrasif (figure 3).



**Fig I.3 (Source CRITT TJFU) : (a) Schéma d'une tête de découpe eau pure  
(b) Schéma d'une tête de découpe abrasive**

L'eau passe à travers une buse en saphir ou diamant percée d'un trou calibré qui définit le diamètre du jet. Ce diamètre varie de 100  $\mu\text{m}$  en eau pure (voire 30  $\mu\text{m}$  pour la micro découpe basse pression et les applications médicales) jusqu'à 1 mm en jet abrasif pour la découpe du béton et le décapage. Malgré tout, la majorité des buses utilisées dans l'industrie ont un diamètre compris entre 80 et 400  $\mu\text{m}$ .

Lorsque le fluide a traversé le saphir, on rencontre deux solutions typiques :

- le matériau à découper est tendre (mousses, plastiques, cuirs ...) auquel cas l'eau pure est suffisante et le jet sort directement pour atteindre la pièce
- le matériau est dur (métaux, composites, céramiques...) auquel cas il faut y incorporer de l'abrasif.

<b>Paramètres standard</b>	<b>Valeurs standards limites</b>	<b>Observations</b>
Pression de découpe	3000 à 6000 bars	suivant énergie nécessaire
Pression de perçage	500 à 6000 bars	suivant matériaux, et qualité
Diamètre des buses	Ø 0,2 à 0,35 mm	suivant précision de coupe
Débit d'eau /tête pour la découpe	1,2 à 2,8 L/min	suivant pression et largeur de canon
Diamètre du tube de focalisation	Ø 0,5 à 1,2 mm	largeur approximative de la saignée de coupe
Longueur du tube de focalisation	50 à 120 mm	compromis entre durée de vie et performance
Forme des abrasifs	alluvionnaire ou concassé	concassés plus performants
Types d'abrasif	olivine, grenat, corindon, carbures	suivant dureté du matériau
Dureté	6,3 à 9,3 Mohs	silice 4, diamant 10
Granulométrie	220 à 80 mesh	moyenne 150 à 180 µm
Débit d'abrasif pour découpe	12 à 40 kg/h	en fonction du Ø de buse et de la granulométrie
Débit d'abrasif au perçage	4 à 40 kg/h	en fonction de la qualité et de l'énergie initiale
Puissance absorbée par tête de coupe	6kW – 25 kW	en fonction de la pression et du débit
Nombre de têtes	1 à n	suivant besoin
Temps d'exploitation continu avant maintenance	50 à 200 h	en fonction de la puissance absorbée, de l'abrasif, de son dosage, de l'outil

**Tableau I.1 : Caractéristiques techniques de la découpe jet d'eau**

Dans le cas des matériaux durs, la buse est suivie d'une chambre de mélange où les particules d'abrasif se mêlent au fluide par effet venturi. La granulométrie des différents abrasifs (grenat, corindon...) varie habituellement entre 120 et 80 Mesh (soit un diamètre compris

entre 125 et 250  $\mu\text{m}$ ). Pour certaines applications comme la micro découpe, ou tout simplement pour supprimer les égrisures (impacts sur les arêtes du bord de coupe), des poudres atteignant une finesse de 500 Mesh (31  $\mu\text{m}$ ) peuvent être utilisées.

L'eau ainsi chargée de particules abrasives passe ensuite à travers le canon de focalisation qui a pour rôle de limiter la divergence du jet avant l'impact sur le matériau. Les canons sont en carbure de tungstène, les plus souvent usités ayant un diamètre allant de 0,8 à 1 mm. Leur durée de vie connaît des améliorations remarquables, elle est passée pour les premières générations de quelques heures à plus de 150 heures aujourd'hui. En dépit de ces importantes évolutions au niveau matériaux et techniques de fabrication, ces pièces ont malheureusement une durée de vie qui reste encore limitée et sont considérées comme des consommables car l'abrasif érode le canon lors de son passage. Cette pièce doit être changée dès lors que la divergence du jet ne permet plus de satisfaire aux tolérances de coupe.

Les principaux paramètres à prendre en compte dans la préparation d'une découpe jet d'eau sont résumés dans le tableau 1.

Dans la découpe par jet d'eau pure, la découpe est due uniquement à l'effet mécanique de la pression du fluide qui va soit fissurer le matériau en dissociant les grains (cas des matériaux fragiles type pierre) soit écarter les macromolécules (cas des polymères).

Lors de l'ajout d'abrasif, c'est ce dernier qui va arracher des copeaux de matériaux pour réaliser la découpe [14] aidé par la microfissuration causée par le jet. L'ensemble des chutes (abrasif + micro copeaux) tombe au fond du bac de rétention en vue d'être recyclé.

### **3) Les avantages du procédé de découpe jet d'eau**

Les trois principaux avantages de la découpe jet d'eau sont la pluralité des matériaux coupés, le fait que c'est une découpe froide et qu'elle offre une grande sécurité d'utilisation pour le personnel. Nous allons présenter ces trois avantages dans ce qui suit.

#### **a) Pluridisciplinarité**

Parmi les éléments qui ont permis l'essor fulgurant du jet d'eau cette dernière décennie, le plus important est la capacité à découper tous les matériaux existants (excepté le verre feuilleté). C'est pourquoi le jet d'eau trouve une application dans des industries aussi diverses que l'aéronautique (métaux, polymère, composite...), l'agroalimentaire (tarte, viande, fromage...) ou bien encore le BTP (béton, pierre, verre...).

La technique jet d'eau s'est également répandue grâce à l'utilisation de machines de découpe cinq ou six axes qui permettent de tailler des pièces de forme complexe en trois dimensions directement dans la masse en limitant les pertes de matière. De tous les secteurs, l'agroalimentaire est sans doute le plus atypique car l'eau pressurisée se stérilise d'elle-même par effet de pascalisation (destruction des micro-organismes soumis à une très haute pression > 3000 bars) ce qui permet l'utilisation de la découpe jet d'eau de façon saine et sans risque de contamination des aliments découpés par des germes ou des bactéries [15].

### **b) Une découpe « froide » et à faible effort de coupe**

L'avantage principal et incontestable du jet d'eau est la non-formation de zones affectées thermiquement [16] car l'arrivée massive du fluide à température ambiante permet d'évacuer rapidement la chaleur. Le corollaire est la conservation des propriétés chimiques, physiques et mécaniques volumiques des pièces dans la zone découpée. Néanmoins, comme l'ont montré Zeng [14] et Arola [17], respectivement dans la céramique et les métaux, il est possible de trouver des changements de propriétés physiques, notamment de plasticité et de dureté de manière très localisée dans les zones où l'abrasif est actif ; la variation de ces propriétés reste toutefois relativement faible.

La technique est connue également pour une découpe à très faible effort sur la pièce (5 à 20 N) contrairement à la découpe mécanique.

### **c) Sécurité**

Le troisième avantage non négligeable est la sécurité des personnes. En effet, contrairement aux lasers dangereux pour les yeux et à la découpe mécanique à forts risques de coupure, il n'y a pas besoin d'équipements spéciaux pour le jet d'eau ce qui évite un surplus de dépenses pour les entreprises. Le fait que l'eau entraîne les particules dans le bac de rétention empêche toute émanation de gaz ou de micro poussière. De plus, même si certains métaux mous comme le cuivre nécessitent un ébavurage, les bords de coupe ne sont jamais coupant même lorsqu'il s'agit de verre.

#### 4) Les inconvénients du procédé de découpe jet d'eau

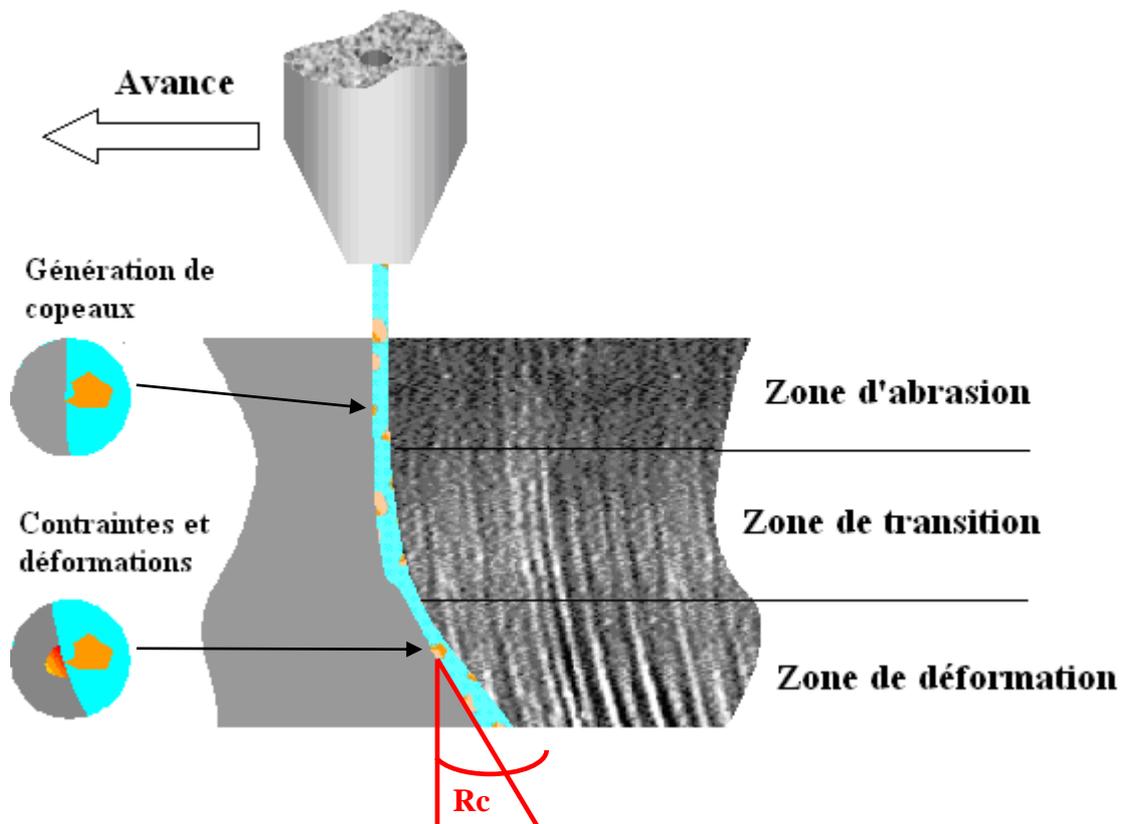
La technique de découpe jet d'eau ne présente pas que des avantages et plusieurs inconvénients sont attachés à ce procédé. Nous citerons et détaillerons dans ce qui suit les principaux : les inconvénients liés à la vitesse de découpe et à la qualité de surface, les problèmes de coupes liés à la divergence du jet et le problème des déchets.

##### a) Vitesse et qualité de surface

Le premier inconvénient est la vitesse d'avance qui est plus lente que pour les autres procédés de découpe tels que l'usinage mécanique ou le laser. Par exemple, pour un bon état de surface, la vitesse de découpe d'une tôle d'aluminium d'épaisseur 4 mm sera de 4,5 m/min en ND-YAG, 3,5 m/min en CO<sub>2</sub>, 2,5 m/min en plasma et 0,6 m/min en jet d'eau [18] mais c'est ce dernier qui présente la rugosité la plus faible et la meilleure qualité. La vitesse d'avance dépend de la dureté du matériau, de l'épaisseur de découpe et de la qualité souhaitée. La qualité en découpe jet d'eau peut être mesurée par la dépouille (qualité dimensionnelle) et les stries (qualité d'aspect). La dépouille, c'est-à-dire l'erreur de parallélisme entre les deux bords de coupe, résulte de la divergence du jet. Les stries sont dues à la rugosité imprimée par le retard de coupe comme l'indique le tableau 2 et la figure 4.

Paramètres	Valeurs standards limites	Valeurs communes	Observation
Dépouille sur les champs découpés	-0,1 à 0,6 mm	0,15 mm	suivant vitesse
Rugosité Ra	0,4 à 6 µm	4 µm	suivant granulométrie et vitesse de coupe
Largeur de saignée	0,3 à 2 mm	0,8 mm	suivant le couple buse - canon
Ø de perçage	0,3 à 2,5 mm	1 mm	hors déplacement (perçage statique)

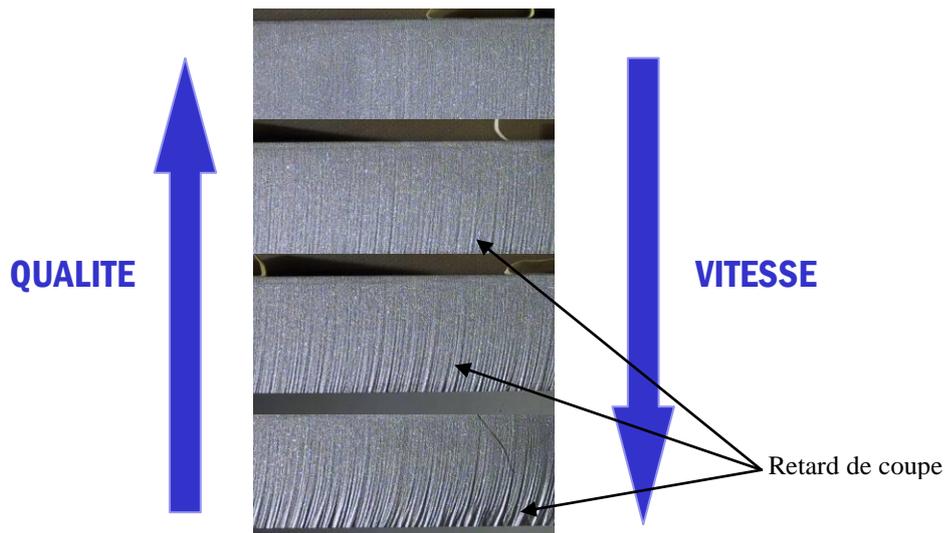
**Tableau I.2 : Paramètres standard de coupe**



**Fig I.4 : Retard de coupe (Source CRITT TJFU)**

Ce phénomène s'explique par le fait que le jet perd de l'énergie au fur et à mesure qu'il arrache des copeaux. Ces derniers deviennent de plus en plus petits lorsque la profondeur de coupe augmente. Le retard de coupe  $R_c$  se caractérise alors par l'angle que fait le jet en sortie de saignée par rapport à son angle d'entrée.

Néanmoins il est possible de diminuer cet effet pour obtenir un champ lisse. Pour cela, il est possible de diminuer la vitesse d'avance de l'outil (figure 5) ou d'augmenter la pression pour fournir plus d'énergie au fluide [19]. Les études de ce phénomène sont nombreuses dont celles menées au CRITT TJFU à des fins industrielles, de même que les modèles mathématiques qui le caractérisent [20-23]. Les corrélations obtenues dans ces divers travaux montrent que les paramètres les plus influents sont la pression, la vitesse d'avance, l'inclinaison du jet et le diamètre des grains d'abrasif (granulométrie).



**Fig I.5 : Qualité de la tranche en fonction de la vitesse de coupe et vue du retard de coupe (Source CRITT TJFU)**

La vitesse limite de coupe est atteinte lorsque l'érosion du jet devient chaotique. En effet, les stries visibles en bas de la figure 5 sont dues à un mécanisme propre au fluide. De même qu'un fleuve serpente pour éviter les strates dures, le jet d'eau va vouloir au maximum éviter les zones dures de la pièce. Lorsque le jet rencontre une partie résistante il l'évite et creuse une cavité autour d'elle en passant de part et d'autre de la zone plus dure. La matière située sous ce grain résistant ne sera donc pas coupée. Ce sont ces zones qui forment les stries. Arrivée à une certaine vitesse, les grains d'abrasif créent des cavités de manière anarchique et le matériau n'est plus coupé. A l'heure actuelle, l'épaisseur maximale pouvant être découpée industriellement pour une qualité d'ébauche est de 400 mm dans le titane ou l'acier pour des pressions de 6000 bar et des abrasifs en grenat 80 mesh.

#### **b) La divergence du jet et ses conséquences sur la qualité de la découpe**

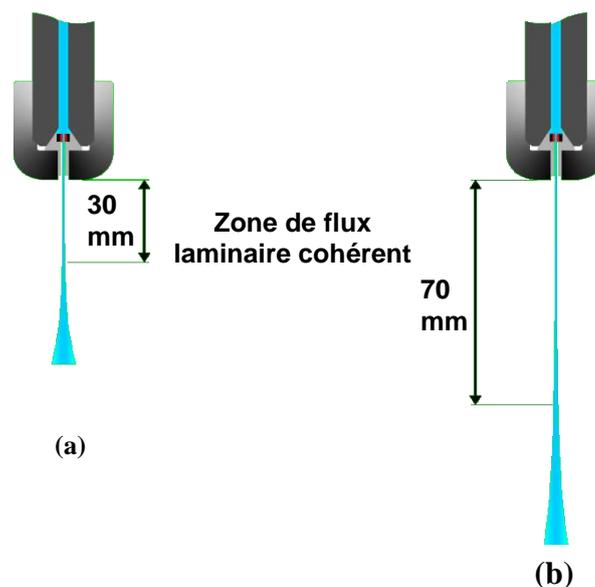
En plus de la forme du jet dans le matériau, il faut aussi prendre en compte la forme du jet au sortir de la buse. Il est alors divisé en deux zones :

- une première zone dite de cohérence ou d'écoulement laminaire où le jet est droit voire convergent
- une seconde zone d'écoulement turbulent où le jet diverge.

La longueur de la zone de cohérence dépend de la qualité de la buse et de la turbulence des lignes de courant en amont de l'outil. La prise en compte de ce phénomène est primordiale pour la suite de notre étude.

Il est évident que plus le diamètre du jet est fin, plus précise sera la coupe, d'où l'intérêt d'augmenter la longueur de cohérence. A partir de la zone turbulente, le diamètre de jet augmente linéairement à proportion que l'on s'éloigne de la tête ; la distance de coupe (distance entre la sortie du canon et la pièce à couper) joue donc également un rôle majeur sur la dépouille de la saignée.

L'ajout de polymère dans le jet permet d'augmenter la longueur de la zone laminaire de plus de moitié comme le montre la figure 6 [23]. En effet les macromolécules s'étirent dans le sens du jet et le « guide » grâce aux tensions de surface entre l'eau et le polymère.



**Fig I.6 (Source [23]) : (a) flux laminaire en eau pure  
(b) flux laminaire avec ajout de polymère**

### **c) Déchets**

Le dernier inconvénient majeur lié à la découpe jet d'eau est la boue obtenue. En effet, l'abrasif mélangé aux particules de matières arrachées s'accumule au fond du bac de découpe. Les bacs n'étant pas vidés systématiquement après chaque campagne de coupe, toutes sortes de matériaux divers et variés s'y retrouvent indubitablement mêlés pour former un limon dont la toxicité pour l'environnement n'est pas connue. Cette technique étant productrice de résidus complexes, leur retraitement l'est aussi et actuellement le recyclage de cette boue n'est pas industriellement rentable. Seul un traitement électrochimique permettrait de séparer tous les composants mais cette solution est si coûteuse qu'elle n'est quasiment jamais utilisée. Ainsi, chaque année en France, entre 5000 et 10000 tonnes par an de déchets sont produits par

les entreprises utilisant la technique de découpe jet d'eau et 80 % sont rejetés sans traitement. Or, à notre connaissance, il n'existe pas d'études nous permettant de connaître exactement l'impact environnemental de ces rejets.

### **III - LA DECOUPE LASER**

#### **1) Etat de l'art**

L'idée du laser est née en 1917 avec les équations d'Albert Einstein qui démontre la possibilité d'obtenir une émission stimulée de photons à partir d'un matériau électroniquement excité [24]. Il faudra ensuite attendre 1950 pour voir une avancée concrète avec la découverte du pompage optique par le français Alfred Kastler [25] qu'il expérimentera avec succès deux ans plus tard en compagnie de Bossel et Winter [26]. Six ans plus tard Gordon, Zeiger et Townes mettent au point le premier laser (avec source d'ammoniac) qui est l'équivalent du laser pour des longueurs d'onde dans le domaine des micro-ondes [27].

Au cours des six années suivantes, de nombreux scientifiques tels Bassov, Prokhorov, et Townes contribuent à adapter ces théories aux longueurs d'ondes du visible [28]. Le 19 mai 1960, le physicien américain Théodore Maiman obtient pour la première fois une émission laser au moyen d'un cristal de rubis [29]. L.A.S.E.R n'est autre que l'acronyme de Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation soit en français Amplification de Lumière par Emission Stimulée de Radiation. Un an plus tard, Ali Javan met au point un laser au gaz (hélium-néon) [30] puis, en 1966, Peter Sorokin construit le premier laser à liquide [31]. Bassov, Prokhorov et Townes seront récompensés du Prix Nobel de Physique en 1964 pour leurs travaux fondamentaux dans le domaine de l'électronique quantique qui mène à la construction d'oscillateurs et d'amplificateurs et Alfred Kastler recevra ce prix en 1966 pour ses travaux sur le pompage optique.

Les industriels montrent de suite un intérêt pour les lasers et la première application concrète apparaît dès 1965, permettant d'usiner un perçage de 4,7 mm de diamètre et de 2 mm de profondeur dans du diamant avec un laser à rubis. Cette opération était réalisée en 15 min, alors qu'une application classique prenait 24 heures.

En 1967, Peter Houlcroft conçoit la première tête de découpe pour la coupe de plaques d'acier de 2,5 mm à une vitesse de 1 m/min sous dioxygène avec un laser CO<sub>2</sub> de 300 W [32]. Dès lors, de la même manière que le jet d'eau, les lasers ont intégré avec une augmentation quasi-

exponentielle le monde de l'industrie et de la recherche. En parallèle, leur technologie a évolué de manière importante puisque les lasers peuvent aujourd'hui atteindre des puissances de l'ordre du pétawatt. A titre d'exemples d'applications du laser dans les dispositifs, nous en citerons quatre, très différentes : le refroidissement des atomes, la mesure de la distance Terre-Lune, la lecture et le gravage des DVD ou bien encore la chirurgie comme pour les traitements de la myopie.

Actuellement, le marché mondial des lasers commercialisés est estimé à six milliards de dollars, la moitié provenant de l'industrie du disque et des télécommunications [33]. L'autre grande partie du marché est occupée par l'industrie de la découpe, notamment dans la sidérurgie, l'automobile et dans les industries spécialisées dans le gravage. Les technologies lasers sont très diverses et la très grande majorité des lasers utilisés sont en réalité des lasers à semi-conducteurs sous forme de diodes lasers. Ces lasers sont utilisés pour des applications de relativement basse puissance. En termes de nombre de sources lasers, ces lasers à semi-conducteurs représentent plus de 99,9 % des lasers utilisés dans le monde. Par contre, pour les applications de découpe concernées par notre étude, ce sont des lasers de puissance qui doivent être mis en œuvre et dans ce cas, ce sont des lasers à gaz qui seront utilisés. Dans la suite, c'est donc cette technologie laser que nous aborderons plus en détail. Même s'ils représentent en nombre moins de 0,1 %, en valeur, ils représentent environ 40 % de la production mondiale de lasers [34].

## 2) La technologie de découpe laser

Une installation de découpe laser peut être séparée en deux parties distinctes : une source laser et une tête de découpe. La source laser est elle-même constituée de trois éléments présentés sur la figure 7 : un milieu actif, un mécanisme de pompage et un résonateur optique. Les lasers permettent d'obtenir une lumière monochromatique et unidirectionnelle en faisceau fin.

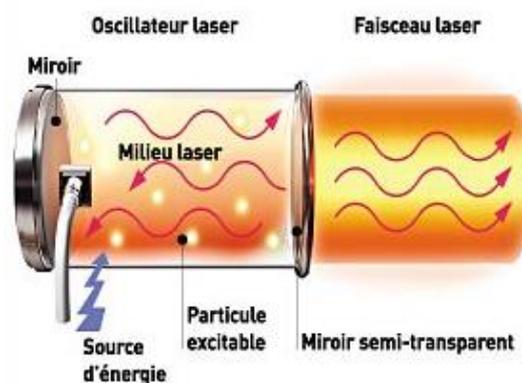


Fig I.7 : Schéma de principe d'un laser (Source INSA-Lyon)

**a) Milieu actif**

Le milieu actif dans lequel la lumière est amplifiée peut être constitué de gaz, de liquide ou de solide. Le laser CO<sub>2</sub> (dioxyde de carbone) est le plus répandu dans l'industrie (environ 90 % des lasers en France) suivi par le laser Nd-YAG (Yttrium-Aluminium-Grenat dopé Néodyme). Leurs principales caractéristiques sont données dans le tableau 3.

	<b>YAG</b>	<b>CO<sub>2</sub></b>
<b>Avantages</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Courte longueur d'onde (1.064 μm)</li> <li>- Transmission par fibre de silice</li> <li>- Bonne résolution spatiale (divergence faible)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rendement (10 à 20 %)</li> <li>- Bonne qualité du faisceau</li> <li>- Puissance élevée (20 kW)</li> </ul>
<b>Inconvénients</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Puissance limitée et rendement faible</li> <li>- Qualité du faisceau médiocre</li> <li>- Ne coupe pas les matériaux organiques</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- longueur d'onde élevée (10 μm)</li> <li>- Longueurs d'ondes parasites</li> <li>- Mauvaise absorption par les matériaux</li> <li>- Mauvaise résolution spatiale</li> </ul>

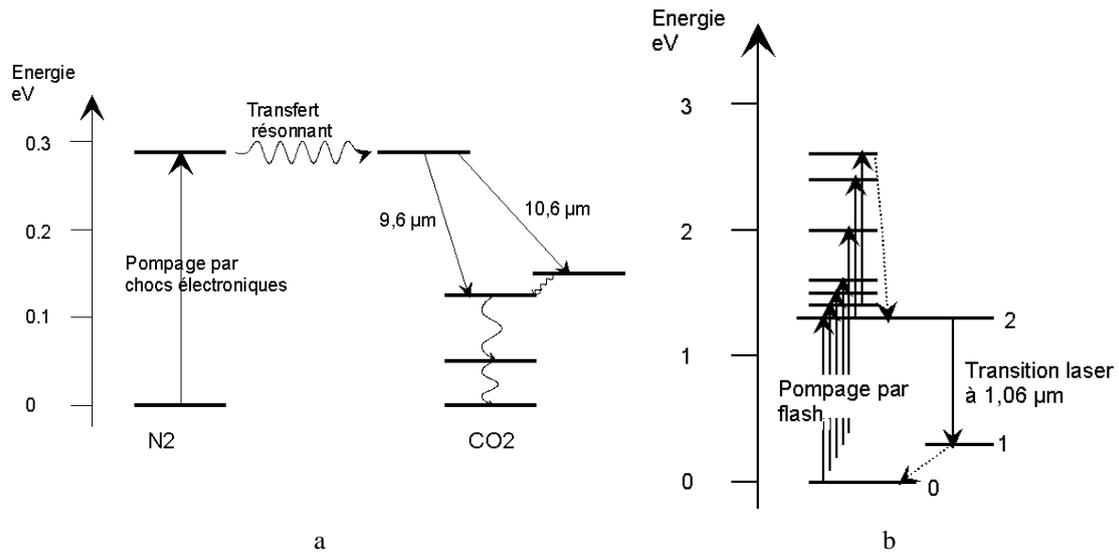
**Tableau I.3 : Avantages et inconvénients des lasers YAG et CO<sub>2</sub>**

**b) Pompage**

Le pompage permet d'inverser la population électronique du milieu actif. C'est-à-dire que l'on force les électrons des atomes à se mettre sur des niveaux d'énergie élevée en les irradiant avec une lumière dont la fréquence correspond à une raie d'absorption. Au passage d'un photon dont l'énergie est proche de celle de transition entre les niveaux hauts et bas de l'atome, l'électron dans l'état excité retombe dans une couche inférieure en libérant un photon équivalent au premier. Ce photon va à son tour réagir avec un atome voisin créant ainsi une réaction en chaîne au sein du matériau. Les photons s'ajoutent les uns aux autres formant ainsi un faisceau cohérent et monochromatique.

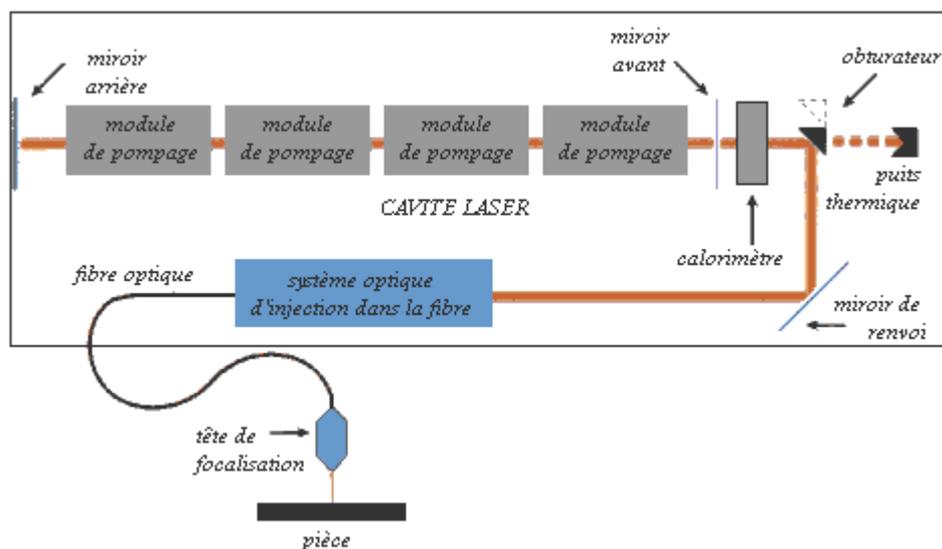
La différence d'énergie entre les niveaux d'un laser CO<sub>2</sub> permet d'obtenir deux transitions fondamentales à 10600 nm et 9600 nm. Il s'agit d'un laser généralement utilisé en mode continu. Le laser Nd-YAG est un laser, utilisé en continu ou pulsé, ayant pour longueur d'onde fondamentale 1064 nm (figure 8). Les longueurs d'onde émises par ces deux principaux lasers correspondent donc à des longueurs d'onde dans l'infrarouge. Mais le laser Nd-YAG est parfois doublé en fréquence pour obtenir une émission à 532 nm. Le doublage de fréquence est assuré par une cavité externe dans laquelle est positionné un cristal optique non

linéaire dont la configuration opto-géométrique spécifique utilisée dans les conditions d'accord de phase permettra le doublage.



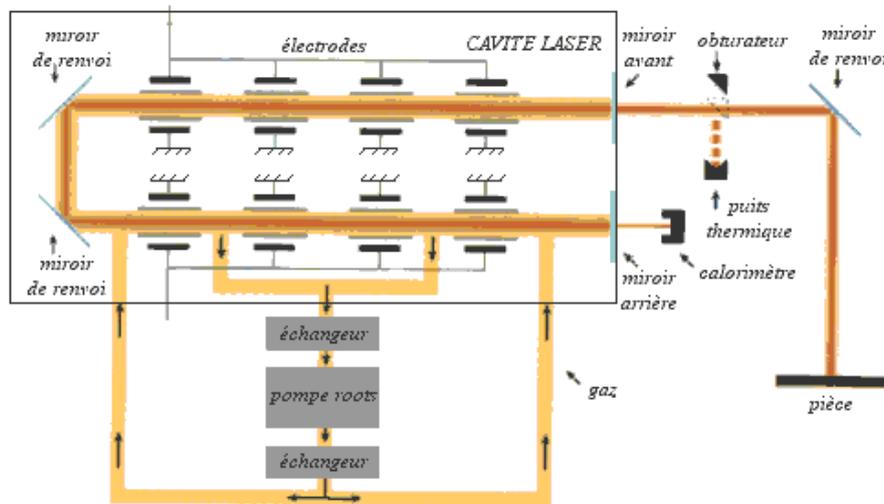
**Fig I.8 : Energie de transition dans le laser CO<sub>2</sub> (a) et Nd-YAG (b)**

Plusieurs techniques de pompages sont possibles. Dans le cas des lasers Nd-YAG, le pompage se fait grâce à une lampe flash au krypton dont la longueur d'onde permet l'inversion de population. Il est possible de jouer sur la durée du flash pour augmenter la puissance du laser : plus le flash est long, plus l'inversion de population est importante et plus la puissance lumineuse en sortie du laser sera élevée. La figure 9 ci-après montre le schéma de fonctionnement d'un laser de découpe YAG continu.



**Fig I.9 : Schéma de fonctionnement d'un laser YAG (Source IREPA Laser)**

Le laser CO<sub>2</sub> est pompé différemment (figure 10) et nécessite de mélanger de l'azote et de l'hélium au dioxyde de carbone.



**Fig I.10 : Schéma de fonctionnement d'un laser CO<sub>2</sub> (source IREPA Laser)**

Le mélange gazeux est traversé par un arc électrique d'une dizaine de kV ayant une intensité variant de 50 à 80 mA. L'inversion de population se fait en trois étapes. Tout d'abord la collision avec un électron induit un état excité vibratoire dans le diazote. Comme le diazote est une molécule homonucléaire, elle ne peut pas perdre son énergie par émission d'un photon ; ses niveaux d'excitation vibratoire sont donc métastables et ont une grande durée de vie. Lors des collisions moléculaires, le diazote transfère son excitation vibratoire au dioxyde de carbone avec une énergie suffisante pour conduire à l'inversion de population souhaitée.

Le retour à leur état fondamental se fait par collision avec des atomes d'hélium. Ce phénomène implique une contrainte technologique supplémentaire car les chocs et la décharge électrique produisent un dégagement de chaleur significatif ; par conséquent le tube doit être refroidi en continu par de l'eau basse température.

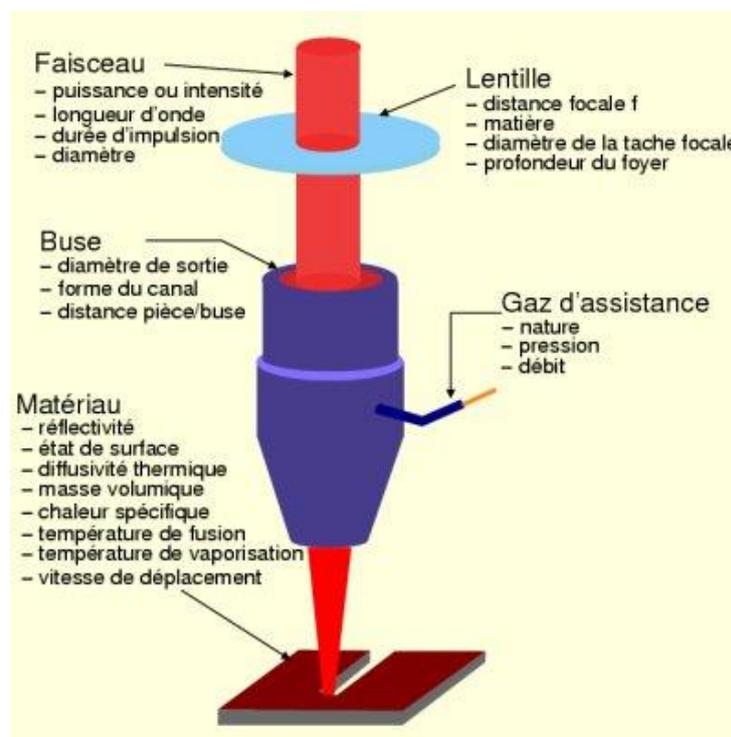
### c) Résonateur

Le résonateur optique est constitué de deux miroirs parallèles se faisant face. Le premier est 100 % réfléchissant (en or pour les lasers CO<sub>2</sub>), et l'autre semi réfléchissant à 5-15 % (en séléniure de zinc) pour laisser passer la partie du faisceau ayant la bonne direction de polarisation. Dans le cas de laser pulsé, la cavité est totalement fermée et s'ouvre à la fréquence de pulse.

Pour éviter les interférences destructives, il faut que la longueur  $L$  entre les miroirs soit un multiple de la longueur d'onde ce qui s'exprime par  $L = n\lambda$  avec  $n$  nombre entier naturel et  $\lambda$  longueur d'onde des photons laser.

#### d) Tête de découpe

Une fois sorti de la cavité laser, le faisceau est amené par fibre optique jusqu'à la tête de découpe. Le faisceau passe à travers une lentille de focalisation en silice amorphe et une buse avant d'atteindre la surface du matériau à découper comme le montre la figure 11.



**Fig I.11 : Tête de découpe laser (Source A2Laser)**

La buse permet l'arrivée d'un gaz d'assistance coaxial au faisceau. Le faisceau laser focalisé transfère son énergie à la surface du matériau par absorption et diffusion. Le matériau fond localement et s'évapore partiellement avant d'être expulsé au moyen du gaz propulsé via la buse. Le jet de gaz combiné à l'avance de la pièce (ou du faisceau) permet d'obtenir une ligne de coupe. Le gaz peut être de l'azote, de l'hélium, de l'argon ou de l'oxygène suivant que le matériau risque ou non de s'oxyder. L'oxygène peut parfois avoir une action bénéfique. En effet, la découpe laser sous oxygène s'apparente à l'oxycoupage tout en apportant une plus grande précision permettant de diminuer la zone affectée thermiquement. Dans le cas des

aciers, l'oxygène permet également de découper plus rapidement car la réaction d'oxydation du fer est exothermique (jusqu'à 30% de l'énergie de coupe). A contrario, certains matériaux comme le titane ou le zirconium, qui ne peuvent être mis en contact avec l'air au moment de la coupe (à cause de leur forte affinité chimique) sans perdre leurs propriétés mécaniques en formant des oxy-nitrides, nécessitent l'utilisation d'argon haute pureté.

Les phénomènes liés au waist, c'est à dire à la taille du col du faisceau et à la tache focale feront l'objet d'une étude plus détaillée dans le chapitre IV de ce manuscrit.

### 3) Les avantages du procédé de découpe laser

L'avantage premier de la découpe laser est sa précision : de  $\pm 0,1$  mm pour les lasers CO<sub>2</sub> jusqu'au micron pour les lasers YAG. Le tout couplé à des machines 5 axes, le procédé permet la découpe de formes très complexes avec une grande précision.

Le second avantage du laser est la vitesse de coupe rapide dans les matériaux. Le tableau 4 ci-dessous en donne quelques exemples pour un laser CO<sub>2</sub> :

Matière	Epaisseur en mm	Puissance laser en W	Vitesse de coupe en m/min
Acier	12	3000	0,8
Inox	12	2000	0,6
Nylon	3	400	3
Epoxy/fibre de verre	3,2	250	0,2
Kevlar	25	150	1,5
Papier	0,075	250	160
Carton ondulé	3	400	25
Carton rigide	3	400	8
Cuir	2	800	35

**Tableau I.4 : Vitesse de coupe dans différents matériaux avec un laser CO<sub>2</sub> pour une bonne qualité**

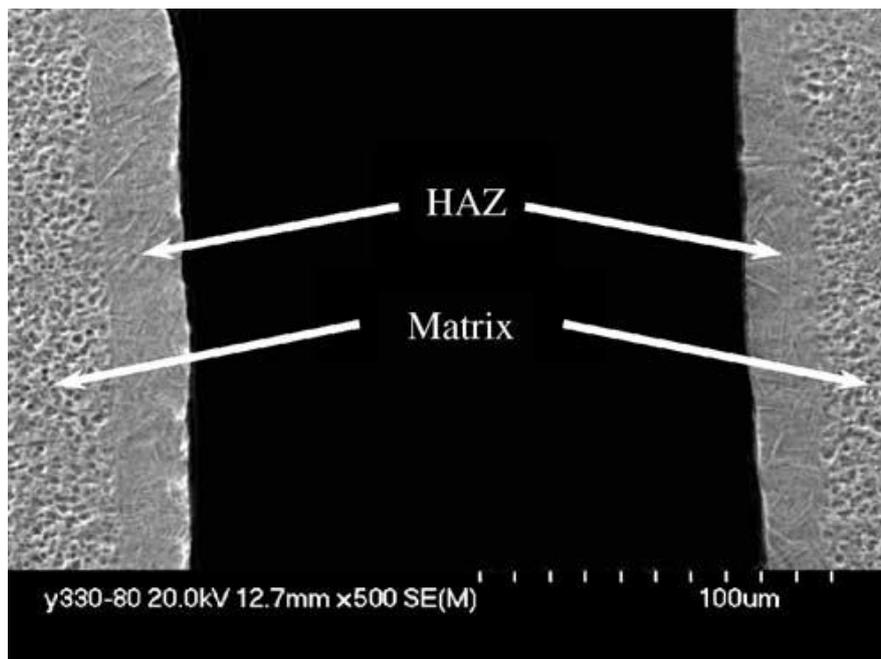
Le dernier avantage du laser par rapport aux techniques concurrentes est sa multi-opérabilité. En effet, outre le fait de couper, il est possible, de manière non exhaustive, de souder, graver, traiter en surface et braser sur la même machine ce qui permet de faire plusieurs étapes de fabrication d'une pièce sur le même banc.

#### 4) Les inconvénients du procédé de découpe laser

Les avantages présentés dans les paragraphes précédents sont malheureusement accompagnés de nombreuses limitations directement associées à la technique. Nous en développerons les principales dans les paragraphes suivants.

##### a) Création d'une zone affectée thermiquement

L'inconvénient principal du procédé est le phénomène de dissipation thermique qui entraîne la formation d'une Zone Fondue (ZF) et d'une Zone Affectée Thermiquement (ZAT) dans le matériau (figure 12) [35-37]. Elle peut prendre la forme d'une transformation de phase dans les métaux, on parle alors de zone affectée métallurgiquement (ZAM), ou de carbonisation dans les polymères.



**Fig I.12 : Zones affectées thermiquement après passage d'un laser sur une plaque en alliage de titane [40]**

Cette zone qui, dans la majorité des cas, a une taille moyenne comprise entre 0,05 et 1 mm, est d'autant plus importante que les coefficients d'absorption et de diffusivité thermique sont grands. La vitesse d'avance et la puissance sont aussi des variables à prendre en compte pour limiter la ZAT [38-40]. Avec cette découpe, la création implicite de zones surfaciques ayant des propriétés différentes de celles qui se trouvent en volume dans le matériau limite

grandement les capacités de découpe des matériaux ayant subi un traitement thermique préalable. En effet, si l'on prend l'exemple d'un alliage de titane, le laser crée de la phase  $\beta$ , localisée en bordure de coupe et stabilisée à température ambiante par la trempe à l'air du gaz d'assistance, ce qui change fortement les propriétés physiques de l'alliage [41]. Ces zones d'affaiblissements mécaniques peuvent être des points de départ pour les fissurations en charge.

Ces phénomènes de diffusion thermique entraînant fonte et transformation de phase sont tels qu'il est impossible d'usiner un trou dont le diamètre est inférieur à l'épaisseur de la tôle.

#### **b) Nécessité de prise en compte de la réflectivité des matériaux**

Le second inconvénient majeur est la nécessité de posséder différents types de laser pour pouvoir usiner tous les matériaux. En effet, les métaux ont un coefficient de réflexion qui dépend de la longueur d'onde utilisée. Ainsi, on ne pourra pas découper du cuivre avec un laser  $\text{CO}_2$  car le cuivre réfléchit en grande partie la lumière dont la longueur d'onde est proche de  $10 \mu\text{m}$  ; il faudra avec ce matériau utiliser un laser YAG ( $\lambda = 1064 \text{ nm}$ ). A l'inverse, la découpe du verre est impossible avec un laser YAG mais sera possible avec un laser  $\text{CO}_2$ .

#### **c) Décontamination des gaz d'assistance**

Un autre inconvénient est lié à l'utilisation de gaz d'assistance qui peuvent s'avérer toxiques en emportant avec eux des poussières et des copeaux nanométriques et qui doivent être canalisés et traités. Il faut rajouter à cela la possible vaporisation partielle du matériau coupé créant des composés toxiques par réaction chimique. Par exemple, nous pouvons citer le dégagement d'acide chlorhydrique lors de la coupe de PVC [42].

#### **d) Limitation en épaisseur de la pièce à découper**

Le quatrième inconvénient de cette technique est la faible épaisseur de découpe permise : 25 mm maximum à l'heure actuelle dans les aciers de construction (dans le cas idéal de découpe) pour une qualité de coupe type ébauche, 15 mm dans les aciers inoxydables et 6 mm dans les alliages d'aluminium. Il est possible de monter jusqu'à plusieurs dizaines de centimètres dans les matériaux hydrogène-carbonés mais il faut toujours garder à l'esprit les effets thermiques accompagnant cette technique et affectant les zones découpées.

## IV - BILAN

Les découpes laser et jet d'eau sont deux technologies à la fois concurrentes et complémentaires possédant chacune des avantages et des inconvénients. Outre sa capacité de découper proprement tous matériaux jusqu'à des épaisseurs pouvant atteindre 400mm dans du TA6V, la découpe par la technologie jet d'eau permet une découpe froide, notamment dans les matériaux à fort taux de carbone avec un trait de coupe qui n'est donc pas affecté thermiquement. Par contre, c'est un procédé relativement lent (comparativement au laser) et qui nécessite le retraitement des boues chargées en particules polluantes (copeaux). La découpe par la technologie laser, quant à elle, autorise des vitesses d'avance élevées mais entraîne dans le matériau la formation de zones affectées thermiquement et métallurgiquement. Par ailleurs, elle ne permet la découpe que de matériaux optiquement compatibles et d'épaisseurs réputées faibles.

Dans l'objectif de palier les inconvénients des deux techniques et de réunir leurs avantages respectifs, la découpe hybride jet d'eau/laser a été envisagée à la fin du siècle précédent avec des premières réalisations pour des applications de découpe spécifiques.

Néanmoins, l'hybridation des deux techniques n'a pas permis jusqu'à ce jour d'obtenir des dispositifs ayant des performances élevées en terme de capacité de découpe permettant d'envisager le remplacement de l'une ou l'autre technique. Actuellement la découpe hybride est utilisée quasi exclusivement dans des industries spécialisées dans des applications de micro-découpes pour l'électronique par exemple. Au mieux, les épaisseurs découpées ne dépassent pas 0.7mm). Son extension dans les autres secteurs industriels reste encore un défi à relever.

Ce travail s'inscrit donc dans ce contexte avec pour objectif l'augmentation des performances de la découpe hybride dont les principes sont présentés dans le chapitre suivant.

## V - BIBLIOGRAPHIE

[1] M.P. DuPlessis and M. Hashish, *High Energy water jet cutting equations for wood*, *Journal of Engineering for Industry*, Vol. 100, Issue 4, p.452-459 (1978)

- [2] M. Hashish and M.P. DuPlessis, *Theoretical and experimental investigation of continuous jet penetration of solids*, Journal of Engineering for Industry, Vol. 100, Issue 1, p.88-94 (1978)
- [3] M. Hashish, *Prediction equations relating high velocity jet cutting performance to stand off distance and multipasses*, Journal of Engineering for Industry, Vol. 101, Issue 3, p.311-318 (1979)
- [4] M. Hashish, *Visualization of the Abrasive-Waterjet Cutting Process*, Experimental Mechanics, p.159-169 (1988)
- [5] M. Hashish, *A model for abrasive-waterjet (AWJ) machining*, Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 111, Issue 2, p.154-162 (1989)
- [6] A.I. Ansari, M. Hashish and M.M. Ohadi, *Flow Visualization Study of the Macromechanics of Abrasive-waterjet Turning*, Experimental Mechanics, p.358-364 (1992)
- [7] A. Tazibt, F. Parsy and N. Abriak, *Etude théorique et expérimentale du processus d'accélération des particules abrasives dans un jet d'eau sous très haute pression – Interaction avec le matériau à découper*, Thèse de doctorat de Mécanique de l'Université des Sciences et Techniques de Lille en collaboration avec l'Ecole de Mines de Douai (1995)
- [8] A. Tazibt, F. Parsy and N. Abriak, *Theoretical analysis of the particle acceleration process in abrasive water jet cutting*, Computational Materials Science, Vol. 5, Issue 1-3, p.243-254, (1996)
- [9] A. Tazibt, F. Parsy and N. Abriak, *Prediction of abrasive particle velocity in a high pressure waterjet and effect of air on acceleration process*, European Journal of Mechanics A/Fluids, Vol. 15, p. 527 – 543 (1996)
- [10] M. Gent et al, *Experimental evaluation of the physical properties required of abrasives for optimizing waterjet cutting of ductile materials*, Wear, Vol. 284–285, p.43-51 (2012)
- [11] C. Ma and R.T. Deam, *A correlation for predicting the kerf profile from abrasive water jet cutting*, Experimental Thermal and Fluid Science, Vol. 30, Issue 4, p.337-343 (2006)
- [12] A. Hascalik, U. Çaydaş and H. Gürün, *Effect of traverse speed on abrasive waterjet machining of Ti–6Al–4V alloy*, Materials & Design, Vol. 28, Issue 6, p.1953-1957 (2007)
- [13] A. Tazibt, F. Parsy and N. Abriak, *Interaction of abrasive water jet with cut material at high velocity of impact – Development of an experimental correlation*, European Journal of Mechanics B/SOLIDS, Vol. 15, n°6, p.1037-1047 (1996)
- [14] J. Zeng, T.J. Kim, *An erosion model of polycrystalline ceramics in abrasive waterjet cutting*, Wear, Vol.193, Issue 2, p.207-217 (1996)

- [15] M.F. San Martin, G.V. Barbosa-Canovas and B.G. Swanson, *Food processing by high hydrostatic pressure*, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, Vol. 42, Issue 6, p.627-645 (2002)
- [16] J. Wang, *A machinability study of polymer matrix composites using abrasive waterjet cutting technology*, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 94, Issue 1, p.30-35 (1999)
- [17] D. Arola, M. Ramulu, *Material removal in abrasive waterjet machining of metals Surface integrity and texture*, *Wear*, Vol. 210, p.50-58 (1997)
- [18] Institut Maupertuis, *Etude comparative des procédés de découpe forte épaisseur*, *Bulletin Technique n°27* (2011)
- [19] A.W. Momber, *Energy transfer during the mixing of air and solid particles into a high-speed waterjet: an impact-force study*, *Experimental Thermal and Fluid Science*, Vol. 25, Issues 1–2, p.31-41 (2001)
- [20] L.M Hlavac and al, *Experimental method for the investigation of the abrasive water jet quality*, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 209 (2009)
- [21] R.T.Deam and al, *Modelling of the abrasive water jet cutting process*, *Wear*, Vol. 257 (2004)
- [22] S.Paul and al, *Analytical and experimental modelling of the abrasive water jet cutting of ductile materials*, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 73 (1998)
- [23] Club Jet d'eau, [www.clubjetdeau.com/club/Technologies\\_Neo.html](http://www.clubjetdeau.com/club/Technologies_Neo.html)
- [24] A. Einstein, *Quantentheorie der Strahlung*, *Physikalische Zeitschrift* , Vol. 18, p.121 (1917)
- [25] A. Kastler, *Quelques suggestions concernant la production optique et la détection optique d'une inégalité de population des niveaux de quantification spatiale des atomes. Application à l'expérience de Stern et Gerlach et à la résonance magnétique*, *Journal de Physique et de Radium*, Tome 11, p.255-265 (1950)
- [26] J. Brossel, A. Kastler et J. Winter, *Création optique d'une inégalité de population entre les sous-niveaux Zeeman de l'état fondamental des atomes*, *Journal de Physique et de Radium*, Tome 13, p.668 (1952)
- [27] J.P. Gordon, H.J. Zeiger and C.H. Townes, *The Maser - New Type of Microwave Amplifier, Frequency Standard, and Spectrometer*, *Physical Review*, Vol.99, n°4, p.1264-1274 (1955)
- [28] N.G. Bassov, A.M. Prokhorov, *The theory of a molecular oscillator and a molecular power amplifier*, *Discussions of the Faraday Society*, Vol.19, P.96-99 1955

- [29] T.H. Maiman, *Solid State laser and iraser studies*, Solid State Electronics, Vol. 4, p. 236-249 (1962)
- [30] A. Javan, W.R. Bennett Jr et D.R. Herriott, *Population inversion and continuous optical maser oscillation in a gas discharge containing a He-Ne mixture*, Physical Review Letters, Vol.6, n°3, p.106-110 (1961)
- [31] P.P. Sorokin et J.R. Lankard, *Stimulated emission observed from an organic dye, chloro-aluminum phthalocyanine*, IBM Journal of Research and Development, Vol. 10, Issue 2, p.162-163 (1966)
- [32] P.A. Hilton, *In the beginning...*, Proceeding ICALEO (2002)
- [33] F. Bretenaker et Nicolas Treps, *Le laser*, EDP Sciences, ISBN 978-2-7598-0517-4, p.18 (2010)
- [34] K. Kincade et S.Anderson, *Laser Marketplace 2005: Consumer applications boost laser sales 10 %*, Laser Focus World, vol. 41, n°1 (2005)
- [35] J.Yang and al., *Experimental investigation and 3D finite element prediction of the heat affected zone during laser assisted machining of Ti6Al4V alloy*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, p.2215–2222 (2010)
- [36] P.S.Cheng and al., *Analysis of heat-affected zone formation for laser cutting of stainless steel*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 53, p.879-892 (1996)
- [37] I.A. Choudhury, S. Shirley, *Laser cutting of polymeric materials: An experimental investigation*, Optics & Laser Technology, Vol. 42, p.503–508 (2010)
- [38] S.H. Lee, D.A. Dornfeld, *CO<sub>2</sub> laser cut quality of 4130 steel*, Journal of manufacturing science and engineering, Vol. 43, p.351-358 (2003)
- [39] J. Mathew et al, *Parametric studies on pulsed Nd:YAG laser cutting of carbon fibre reinforced plastic composites*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 89–90, p.198–203 (1999)
- [40] K. Abdel Ghany, M. Newishy, *Cutting of 1.2mm thick austenitic stainless steel sheet using pulsed and CW Nd:YAG laser*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 168, p. 438–447 (2005)
- [41] L. Shanjin, W. Yang, *An investigation of pulsed laser cutting of titanium alloy sheet*, Optics and Lasers in Engineering, Vol. 44, p. 1067–1077 (2006)
- [42] G. Cannet, M. Delzenne, *Coupage thermique et coupage au jet d'eau*, Technique de l'Ingénieur, Traité de Génie Mécanique, BM 7 280, p.1-24 (1998)



***CHAPITRE II***  
***PRINCIPES DU PROCÉDE HYBRIDE***



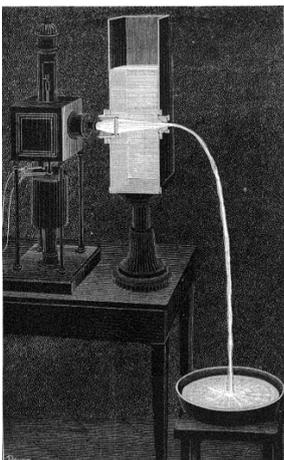
## I - GENERALITES DU CONCEPT

### 1) Historique

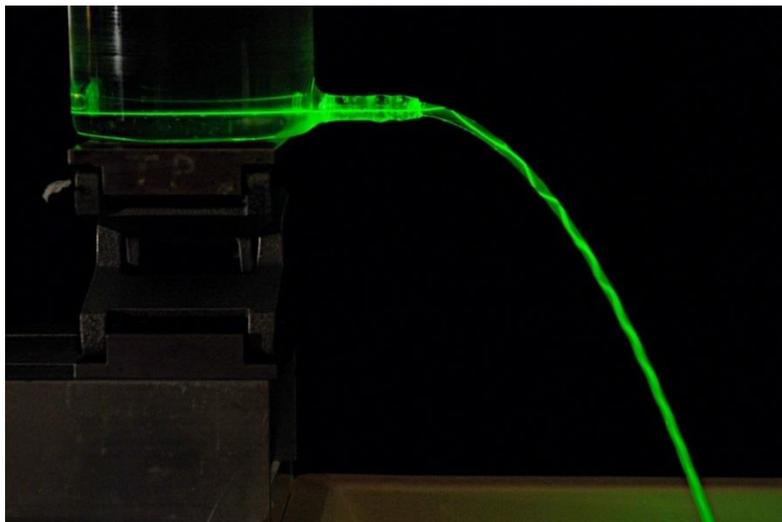
Le principe général de la découpe hybride consiste à se servir d'un jet fluide comme d'une fibre optique naturelle pour amener et focaliser un faisceau laser sur une pièce à découper.

Cette technique d'emprisonnement d'un rayon de lumière était déjà utilisée dans certaines fontaines de la renaissance et a été étudiée scientifiquement dès le milieu du XIX<sup>ème</sup> siècle. En 1840, le physicien Babinet met au point la théorie du guidage optique en créant la première fibre optique en verre [1]. Il expose ensuite sa théorie en fabriquant une fontaine à travers laquelle passe un rayon de lumière naturelle pour montrer à ses étudiants que le faisceau suit la courbure de l'eau donnant ainsi naissance à la première fibre liquide.

Un an plus tard, le physicien Colladon reprend cette idée et fabrique des fontaines géantes (qui seront montrées lors des expositions universelles de Glasgow et Paris respectivement en 1888 et 1889) en y incorporant des lampes électriques à arc (figure 1) [2]. Avec l'arrivée des lasers, d'autres fontaines ont été fabriquées mais toujours dans le cadre de travaux pratiques universitaires ou pour des effets de décoration. Nous noterons notamment la fontaine laser géante du CNRS dont une image est donnée dans la figure 2.



**Fig II-1 : Fontaine de Colladon [3]**



**Fig II-2 : Fontaine jet d'eau/laser (Source CNRS)**

L'idée de faire de cette « curiosité » un outil de découpe est très récente. Le concept a été inventé par Bernold Richerzhagen lors de sa thèse à l'Ecole Polytechnique Fédérale de

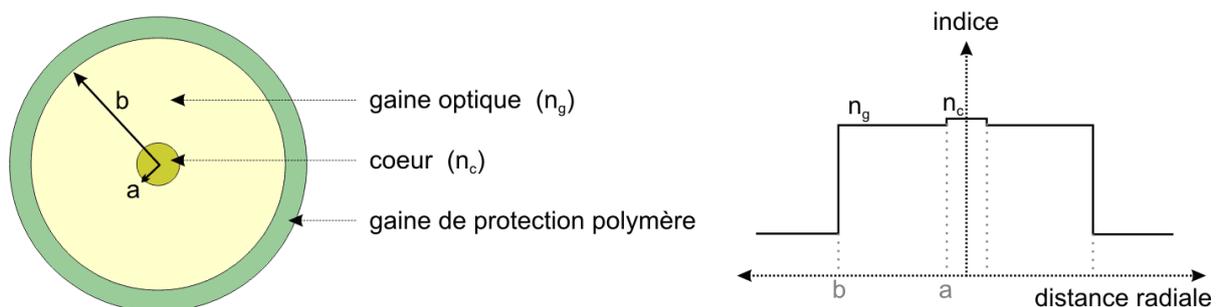
Lausanne en 1994 puis perfectionné pendant cinq ans [4]. Il décide de fonder la société SYNOVA en 1997 et dépose le brevet en 1999 [5]. En raison des puissances et pressions disponibles (300 W et 500 bars), le jet hybride a trouvé son application, depuis sa mise au point et jusqu'à aujourd'hui, dans la micro découpe de matériaux sensibles à fines épaisseurs (quelques  $10^{\text{èmes}}$  de mm) [6]. Mais comme nous l'avons laissé entrevoir dans le paragraphe précédent, les potentialités de ses applications en réunissant les avantages du jet d'eau et du laser sous des pressions hydrodynamiques plus élevées et des puissances laser supérieures laissent entrevoir une forte augmentation de ses champs d'application dans les années à venir.

## 2) La technologie hybride

Comme nous l'avons rappelé dans les paragraphes précédents, le jet d'eau et le laser ont chacun des inconvénients qui limitent leur utilisation en termes de découpe. Mais ils présentent un grand nombre d'avantages lorsqu'eau et lumière s'unissent en un seul et même jet hybride. Dans les paragraphes suivants nous présenterons les différents paramètres fonctionnels à prendre en compte dans la conception d'un système de découpe hybride.

### a) Principe fonctionnel des fibres optiques

Une fibre optique est un guide d'ondes lumineuses permettant le transport guidé de la lumière entre une source et un récepteur avec un minimum de perte et sans sa conversion en un signal électronique. Elles sont constituées d'un cœur entouré d'une gaine optique d'indice de réfraction plus faible, assurant ainsi sous certaines conditions de longueur d'onde adaptée au diamètre du cœur, en accord avec la loi de Snell-Descartes, une propagation confinée du faisceau lumineux dans ce cœur (figure 3).



**Fig II-3 : Tranche de fibre optique à saut d'indice et évolution d'indice de réfraction associé (Source Wikipédia)**

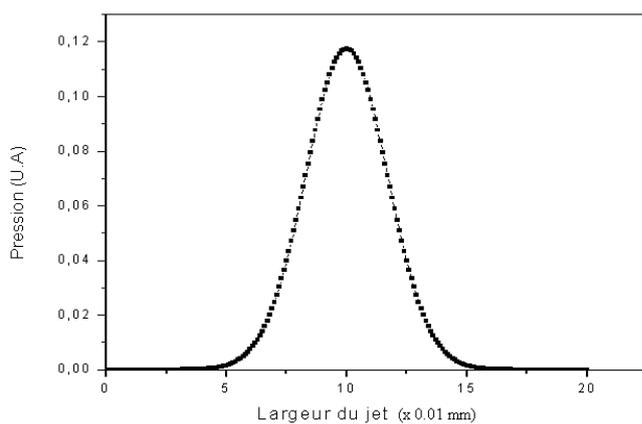
Lorsque le faisceau lumineux entre dans la fibre avec un angle qui ne dépasse pas une valeur maximale appelée ouverture numérique, il subit alors une succession de réflexions totales. L'ouverture numérique est définie par l'équation II-1 :

$$\sin(\theta_{\max}) = \sqrt{n_c^2 - n_g^2} \quad \text{Eq.II-1}$$

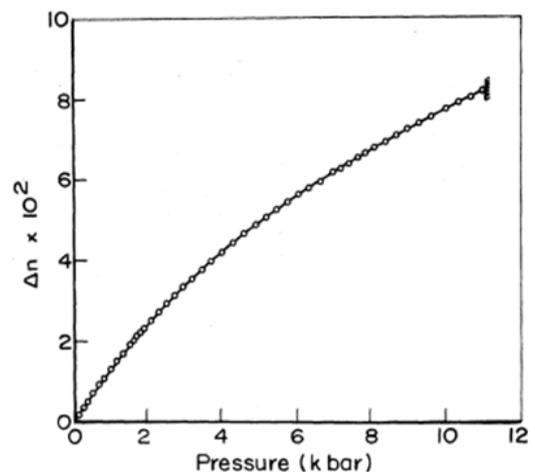
Il existe deux types de fibres : les fibres à gradient d'indice et les fibres à saut d'indice. L'avantage des premières par rapport aux secondes est que le faisceau est constamment refocalisé au centre de la fibre, permettant de minimiser la dispersion modale (différence entre la durée d'impulsion en entrée et en sortie de la fibre). Qu'en est-il du jet fluide ?

### b) Indice de réfraction dans un jet fluide

Comme l'a démontré Babinet, un jet fluide sous pression se comporte comme une fibre optique. En effet, dans un jet, la pression du fluide est maximale au centre et tend à diminuer lorsqu'on s'en éloigne radialement (figure 4), ceci pouvant permettre sous certaines conditions le guidage de la lumière. Or, comme l'a mesuré Vedam [7], l'indice de réfraction de l'eau (et plus généralement de tout fluide) augmente avec la pression comme le montre la figure 5. Le profil radial de pression d'un jet étant gaussien, le profil radial de l'indice sera donc également gaussien dans le jet.



**Fig II-4 : Evolution de la pression dans un jet en fonction du déplacement radial (Source CRITT TJFU)**



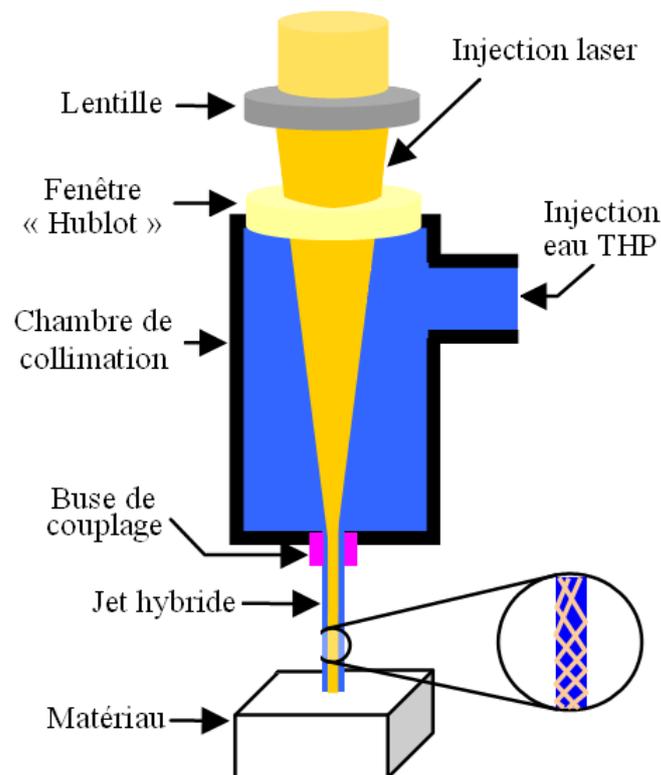
**Fig II-5 : Indice de réfraction en fonction de la pression [7]**

Il est donc intéressant de noter que les jets fluides appartiennent à la catégorie de fibres à gradient d'indice. Dans le cadre de la découpe hybride, le gradient radial d'indice permettant

la focalisation permanente du faisceau comme indiqué dans le paragraphe précédent, permettra de minimiser le diamètre d'interaction entre le laser et le matériau.

### c) Tête de découpe hybride

Les deux fonctions principales de la tête de découpe sont l'injection du laser de découpe dans la fibre fluide et la focalisation des deux éléments de découpe, laser + fluide, sur la pièce à découper. La tête de découpe est constituée d'une chambre de collimation dans laquelle arrive l'eau sous pression par une entrée latérale et où arrive également le faisceau laser à travers un hublot devant supporter la pression, voire la très haute pression de l'eau (figure 6 ci-après).



**Fig II-6 : Schéma de principe d'une tête hybride (source CRITT TJFU)**

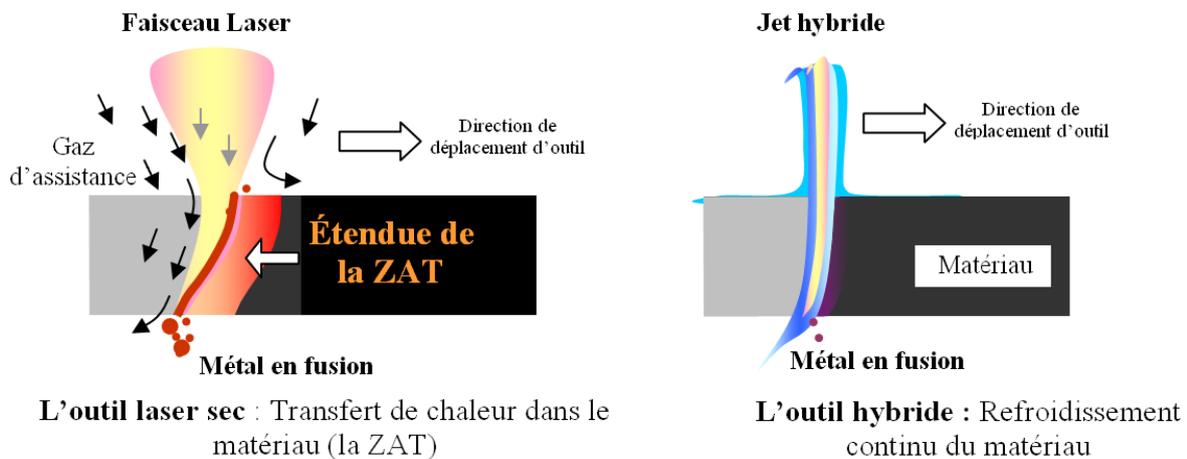
Le faisceau est focalisé à travers la chambre de collimation à l'aide d'une lentille de telle sorte que le col du faisceau (waist) coïncide avec la buse de sortie permettant l'optimisation du couplage. L'ensemble des éléments constitutifs de la chambre de couplage sera décrit plus en détail dans le chapitre IV.

### 3) Les avantages du procédé de découpe hybride

La découpe hybride devrait allier les avantages de la découpe jet d'eau et de la découpe laser sans en avoir les principaux inconvénients : une découpe froide avec limitation de la ZAT, une découpe plus précise et écologiquement plus propre.

Un premier avantage est le refroidissement direct de la découpe grâce à l'eau limitant ainsi la formation de la zone d'activation thermique, la ZAT, présente lors de la découpe laser (voir figure 7 ci-après). Dans le système hybride, la gaine hydraulique sert de bouclier thermique en absorbant le surplus d'énergie du laser qui aurait tendance à se dissiper dans la masse. Cela représente un avantage considérable dans le cadre de la découpe de matériaux thermiquement instables.

Un deuxième avantage est lié à la capacité du jet fluide à focaliser la lumière ce qui permet d'obtenir une tache focale plus petite et donc une découpe plus propre et plus précise qu'avec un laser sec [8,9]. C'est en particulier pour cette raison qu'à l'heure actuelle dans la microélectronique, les jets hybrides sont utilisés préférentiellement à la découpe mécanique ou laser sec [10,11].



**Fig II-7 : Différence thermique entre la découpe laser et la découpe hybride (source CRITT TJFU)**

Enfin, un troisième avantage est qu'il n'est plus nécessaire d'utiliser du gaz d'assistance à la découpe puisque l'eau, en plus de refroidir la pièce, sert d'effluent de coupe. Le matériau est fondu localement par le laser et c'est la pression du jet qui évacue la matière rejetée. Cela permet de récupérer facilement les copeaux en filtrant l'eau ou tout simplement en la laissant s'évaporer ce qui assure l'aspect écologique du procédé.

#### **4) Les inconvénients actuels du procédé de découpe hybride**

L'inconvénient majeur du procédé est la faible épaisseur de coupe possible avec les systèmes industriels commerciaux actuels [8]. Cette limite est évidemment liée aux faibles puissances des lasers (maximum 300 W) et à la faible pression d'eau (maximum 50 bars) utilisés dans les systèmes actuels. Dans les matériaux tendres, cette épaisseur de coupe n'excède pas 5 mm. Dans les matériaux durs, dès lors que l'épaisseur approche le millimètre, il est nécessaire de faire plusieurs passes pour obtenir la coupe voulue.

## **II - DE L'INTERET DE DEVELOPPER LA DECOUPE HYBRIDE**

Comme nous avons pu le montrer, la découpe par un laser guidé par jet d'eau présente un nombre important d'avantages, comparativement aux découpes classiques (mécaniques, laser ou jet d'eau) qui pourraient lui permettre de conquérir de plus en plus de secteurs industriels. Mais les limites des systèmes de découpe hybride actuels restreignent son application aux matériaux de faible épaisseur.

Dès lors que l'obstacle de l'épaisseur sera franchi, la découpe hybride pourra faire un bond en avant qui est d'ores et déjà attendu par les secteurs de l'aéronautique et des transports qui cherchent des solutions pour usiner des tôles dans des alliages thermiquement fragiles à forte valeur ajoutée. En effet, aujourd'hui, dans ces secteurs industriels, les pièces sont moulées en un seul bloc pour éviter le risque de découpes qui échaufferaient le métal en annihilant ses caractéristiques mécaniques en surface (near net shape). Le fait d'avoir un système de découpe froid dans les fortes épaisseurs supprime ce risque et permettra ainsi de révolutionner les lignes de fabrications des métaux et des composites.

Ce procédé innovant aux fortes puissances laser et pression de jet d'eau pourrait également permettre de remplacer totalement la découpe jet d'eau abrasive dans certains cas et ainsi éviter la formation et le traitement des boues polluantes et souvent non retraitées résultant de la découpe (10 000 tonnes par an en France).

Cette étude a donc pour objectif de dépasser les problèmes actuels du jet hybride et de comprendre certains phénomènes liés aux interactions fluide/lumière/matière afin de caractériser le procédé.

### **III - CAHIER DES CHARGES DEFINI POUR NOTRE ETUDE**

Comme annoncé dans l'introduction générale de ce manuscrit, la thèse s'inscrit dans un projet national ADEME de grande envergure. Ce projet, nommé Hybrid-Ljet, est né au CRITT TJFU qui, dans le cadre de ses travaux de recherche industrielle, avait voulu développer une nouvelle solution technologique permettant de découper des matériaux épais de façon propre et sans déchets additionnels liés à l'abrasif ; ceci afin de répondre à une demande technologique de pointe exprimée par des industriels. Ce projet regroupe plusieurs laboratoires et centres de recherches. Il a pour objectif de développer et d'étudier des jets hybrides de haute énergie à haute pression. La réussite de ce projet passe par la résolution d'un certain nombre de problèmes tant technologiques que scientifiques.

#### **1) Technologique**

Cette étude constitue un véritable challenge technologique.

Le gap technologique concernant la pression correspond à un passage d'une pression de fluide de 300 bars dans les systèmes actuels à 2000 bars dans le cahier des charges défini pour notre étude. Le couplage se fera dans ce que nous appellerons une chambre de collimation. De ce fait, ce travail comprend de nouvelles études et simulations d'hydrodynamiques en fonction de la pression pour minimiser les turbulences dans la chambre de collimation et optimiser ainsi la qualité du guidage optique. En effet, le jet doit être le plus cohérent et laminaire possible pour que le faisceau laser soit guidé en son cœur sans diffuser ou diffracter. En effet, un jet turbulent ne présente plus une distribution gaussienne de la pression et la fibre optique, considérée ici comme guide, disparaît d'elle-même.

Le résultat de cette étude proposera une chambre aux dimensions hydrodynamiques optimales. Néanmoins, les dimensions de cette chambre doivent être compatibles avec le couplage du faisceau laser et l'absorption du liquide dans la zone couplée. Dans le cas contraire, plusieurs formes de chambres pourront être étudiées et la qualité du couplage analysée pour chacune d'entre elles.

En parallèle de cette étude fortement liée aux propriétés hydrodynamiques d'un jet sous pression, le couplage laser pourra être envisagé. Les différents éléments présents le long du trajet optique, en particulier le hublot d'entrée de la chambre, optiquement transparent à la longueur d'onde laser envisagée, doit être conçu pour résister aux fortes pressions malgré une anisotropie thermique importante due à l'échauffement laser. Pour cela, nous avons choisi d'utiliser un hublot en saphir. La sélection et le dimensionnement mécanique de ce hublot seront donc également des points clés à traiter de façon précise et soignée pendant notre étude. L'alignement des différents éléments doit assurer un centrage parfait entre la lentille de focalisation, la chambre et la buse de sortie.

Enfin, une contrainte supplémentaire majeure est que l'ensemble du système puisse s'adapter facilement sur un laser de découpe industriel existant.

## **2) Scientifique**

Comme abordé précédemment, le mélange de la lumière, de l'eau et de matière solide entraîne une multitude d'interactions possibles. L'étude aura donc, parmi ses objectifs, de répondre à certaines questions fondamentales relatives à ces interactions d'un point de vue scientifique. Ces réponses doivent permettre d'optimiser le système de découpe hybride mais également d'améliorer la connaissance dans les domaines scientifiques abordés. Les trois grands domaines traités lors de notre étude sont l'optique, l'hydraulique et la métallurgie.

Cette démarche nous a amenés à modéliser l'interaction eau-laser.

Nous avons ainsi mesuré l'évolution de l'indice de réfraction pour diverses longueurs d'onde en fonction de la pression radiale de l'eau que le faisceau traverse afin de déterminer le pouvoir focalisant du jet fluide.

Nous avons ensuite étudié l'indice de réfraction en fonction de la pression longitudinale du jet afin de définir la distance focale de la lentille de focalisation du faisceau en prenant également en compte l'indice et l'épaisseur du hublot en saphir. Il s'agit là d'un point crucial car si le col du faisceau ne coïncide pas parfaitement avec l'entrée de la buse, le guidage ne sera pas optimum dans le jet.

Les résultats de ces études sur les propriétés optiques de l'eau sous pression seront traités et présentés dans le chapitre III.

Une fois ces caractérisations fondamentales effectuées, il nous a été possible de calculer la polarisabilité de l'eau en fonction de la pression et de la longueur d'onde et de donner la table des valeurs correspondantes. Il est à noter que les valeurs de la polarisabilité de l'eau en fonction de la pression n'avaient jamais été publiées, à notre connaissance, pour ces fortes valeurs de pression et pour diverses longueurs d'onde. Les modèles utilisés dans notre étude et la méthodologie associée permettent de définir une relation directe entre l'indice de réfraction et la densité d'un fluide [12]. D'un point de vue applicatif, cette étude pourrait permettre de concevoir des densimètres extrêmement précis basés sur le principe d'interférométrie que nous avons utilisé. Cette possible application est hors sujet de cette thèse mais pourrait être envisagée comme une perspective d'extension directe du présent travail.

Dans la démarche scientifique que nous avons suivie, nous avons dans un deuxième temps modélisé l'interaction eau-laser-matière. Cette seconde grande interrogation scientifique, également non encore étudiée à ce jour à notre connaissance, est la recherche des différentes phases obtenues suite au passage d'un jet hybride sur les surfaces de coupes. Bon nombre d'études existent concernant le jet hybride mais toutes se bornent à l'étude qualitative des bords de coupe. Il s'agit maintenant d'aller plus loin en effectuant des études métallurgiques microscopiques afin de comprendre les différentes interactions intervenant dans la découpe et ainsi pouvoir l'optimiser. Nous avons focalisé nos études pour des applications de découpe hybride de métaux. Dans ce cas, le laser liquéfiant le métal, les molécules d'eau peuvent réagir avec les éléments d'alliage pour créer des phases ou des oxydes dans des conditions thermodynamiques hors norme. Afin de faciliter l'étude et les comparaisons, deux alliages ont été sélectionnés en raison de leur métallurgie bien connue : l'acier inoxydable 301L et l'alliage base titane TA6V. Ces alliages se rencontrent fréquemment dans l'industrie et sont utilisés dans l'industrie aéronautique et spatiale pour leur légèreté (aube en TA6V) et dans l'industrie chimique pour leur inertie (titane et acier inoxydable).

Cette partie de l'étude a nécessité l'utilisation de diverses techniques de caractérisation telles que la Diffraction des Rayons X (DRX), la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et la spectroscopie Raman. L'ensemble des données recueillies doit permettre de définir les transformations de phase, les éventuelles zones affectées thermiquement et/ou chimiquement ainsi que la qualité de coupe. De plus, les particules évacuées par le jet d'eau seront analysées pour comprendre le procédé physico-chimique qui régit la coupe.

Le projet dans sa globalité est donc une source de résultats originaux et bénéfiques pour la compréhension des phénomènes de coupe liés à des interactions multiples entre des photons, un fluide et un métal.

#### IV - BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. Hecht, *City of Light, The Story of Fiber Optics*, Oxford University Press (1999)
- [2] D. Colladon, *On the reflections of a ray of light inside a parabolic liquid stream*, Comptes Rendus, vol. 15, p.800-802 (1842)
- [3] D Colladon, *La fontaine Colladon*, La nature, p.325 (1884)
- [4] B. Richerzhagen et R.-P. Salathé (Dir.), *Entwicklung und Konstruktion eines Systems zur Uebertragung von Laserenergie für die Laserzahnbehandlung*, Thèse EPFL, n° 1207 (1994)
- [5] B. Richerzhagen, Brevet n°WO9956907 *Material shaping device with a laser beam which is injected into a stream of liquid* (1999)
- [6] Synova, Brevet n° WO2006010289 *Method for separating circuit units (chips) arranged on a semiconductor wafer* (2006)
- [7]K.Vedam et Pichet Limsuwan, *Piezo-optic behavior of water and carbon tetrachloride under high pressure*, Physical Review Letters, vol.35, n°15, p.1014-1016 (1975)
- [8] K. Hock, B. Adelman and R. Hellmann, *Comparative study of remote fiber laser and water-jet guided laser cutting of thin metal sheets*, Physics Procedia, vol.39, p.225-231 (2012)
- [9] D. Perrottet et al, *Improved PV-cell scribing using water jet guided laser*, Refocus, 1471 0846/05, p.36-37 (2005)
- [10] B. Richerzhagen et J. Manley, *Water jet guided laser cutting: a powerful hybrid technology for fine cutting and grooving*, Synova
- [11] C.-F. Li, D.B. Johnson et R. Kovacevic, *Modeling of waterjet guided laser grooving of silicon*, International Journal of Machine Tools & Manufacture, Vol. 43, p.925–936 (2003)
- [12] L. Weiss et al, *Water density and polarizability deduced from the refractive index determined by interferometric measurements up to 250 MPa*, Journal of Chemical Physics, Vol. 136, 124201 (2012)





***CHAPITRE III***  
***PROPRIETES OPTIQUES DE L'EAU A***  
***TRES HAUTE PRESSION***



## I - INTRODUCTION

Un jet d'eau est une fibre optique naturelle à condition que le profil radial de l'indice de réfraction du jet soit gaussien. Nous avons déjà présenté cette propriété dans le chapitre précédent. L'évolution radiale de l'indice de réfraction est due à la variation, elle-même gaussienne de la pression du fluide ; la pression maximale se trouvant sur l'axe du jet. La connaissance de la valeur de l'indice de réfraction en fonction de la pression permet de quantifier les paramètres optogéométriques et physiques de la propagation du faisceau laser dans la fibre.

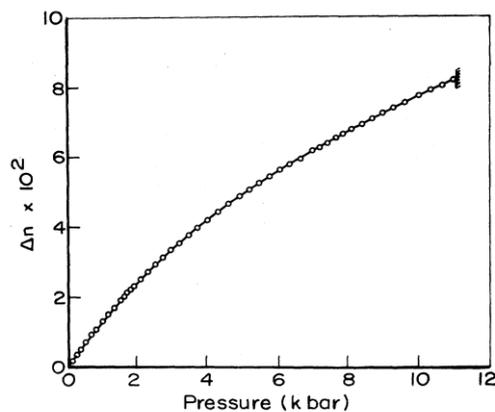
De plus, dans le cas de notre application de découpe hybride, la connaissance de la distance focale réelle dans l'eau est primordiale pour la conception du système. Il nous a donc été indispensable de réaliser une étude relativement exhaustive des propriétés optiques de l'eau aux fortes pressions. L'indice de réfraction du fluide nous permet ensuite de calculer les coordonnées spatiales du point focal dans la chambre de collimation.

### 1) Intérêts scientifiques

Comme nous le verrons, l'indice de réfraction de l'eau a été mesuré par différentes techniques et avec plus ou moins de précision par de nombreux chercheurs depuis plus d'un siècle. Parmi les multiples raisons de cet engouement à connaître l'indice de l'eau, on peut citer le fait que l'eau est le liquide le plus répandu sur Terre et sans aucun doute le corps chimique le plus utilisé à travers le monde comme référence (pour sa densité ou son pH par exemple). Sa grande disponibilité et sa facilité d'utilisation simplifient les tests de nouveaux matériels de mesure de certaines propriétés des liquides et elle sert souvent de base expérimentale. En effet, pour de nombreuses propriétés fonctionnelles ou physiques des liquides, il est possible d'effectuer des essais préliminaires en utilisant l'eau avant de transposer l'expérience sur le fluide à caractériser. Du point de vue de l'optique, un grand nombre de caractéristiques telles que la propagation, la réflexion et l'absorption de la lumière sont directement liées à l'indice de réfraction [1]. L'eau, qui est un milieu isotrope, possède un seul indice de réfraction principal. Mais sa mesure n'est pas un problème expérimental simple car l'indice de

réfraction, défini en fonction de la longueur d'onde, varie avec les autres grandeurs physiques et chimiques du milieu comme la pression, la température, la pureté,....

La courbe de dépendance de l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression jusqu'à 12 kbars (1200 MPa) a été donnée par Vedam et al. [2]. La figure 1 ci-dessous tirée de leurs travaux présente l'écart d'indice  $\Delta n$  par rapport à la valeur à 1 bar : elle montre que la variation de l'indice n'est pas linéaire et qu'il semble tendre à l'infini vers une asymptote horizontale.



**Fig III-1 : Evolution de l'indice de réfraction de l'eau pour une longueur d'onde de 589,3 nm à 25°C selon Vedam (écart par rapport à la valeur à 0,1 MPa) [2]**

Cette variation en fonction de la pression combinée à la variation radiale de la pression dans le jet d'eau est à l'origine des propriétés guidantes du jet d'eau qui se comporte comme une fibre optique naturelle. Mathématiquement, cette évolution d'indice peut être interprétée de trois manières différentes qui seront développées plus précisément dans ce chapitre.

Par ailleurs, comme nous l'avons déjà dit, des interdépendances apparaissent entre les divers paramètres tels que l'indice, la pression ou la densité. La lumière peut devenir alors une sonde *in situ* pour une mesure des propriétés intrinsèques du fluide. Comme nous le verrons dans la suite de ce chapitre, l'indice de réfraction sera utilisé telle une sonde extrêmement précise pour obtenir d'autres propriétés physiques par des mesures « tout optique ». Malheureusement, à l'heure actuelle et malgré l'intérêt des scientifiques pour les propriétés optiques de l'eau, l'indice de réfraction n'est connu que pour certaines longueurs d'onde pour des pressions et/ou températures fixes ou, inversement, à une seule longueur d'onde mais pour des pressions et/ou températures variables.

De nombreuses études [2-7] tentent de décrire les propriétés optiques de réfraction de l'eau en fonction de paramètres physiques comme la pression ou la longueur d'onde, mais les modélisations physiques disponibles donnent une description partielle de ces propriétés. Alors que certaines études portent sur l'influence de la pression à longueurs d'ondes spécifiques dans le spectre visible à température ambiante [2-4], les autres mettent l'accent sur la dépendance à la pression de l'indice de réfraction de l'eau pour une longueur d'onde donnée du faisceau. Malheureusement, la valeur de la pression utilisée dans ces expériences ne monte guère qu'à quelques centaines de bars ( $< 1000$  bars, soit 100 MPa) [5-7].

D'autre part, la relation entre la densité d'un liquide et sa pression est bien connue. C'est pourquoi la valeur de la densité est généralement obtenue expérimentalement via les mesures de pression. Ce type de dispositif expérimental utilise principalement des techniques basées sur le cylindre d'Archimède, le soufflet métallique et le tube en U oscillant. [8,9]

Cependant, dans de nombreux procédés industriels, par exemple dans le cas d'un écoulement de liquide (pétrochimie,...), il est souvent nécessaire de déterminer en temps réel la pression ou la densité du fluide. Parmi les diverses méthodes utilisées pour effectuer ces mesures, les plus répandues sont basées sur des capteurs mécaniques ou électriques, mais les méthodes optiques sont considérées comme d'excellentes candidates du fait de la précision que l'on peut espérer obtenir avec les capteurs optiques associés. Et ce d'autant plus que les mesures optiques sont considérées comme avantageuses en raison de leur caractère non intrusif et non perturbateur du fluide caractérisé.

L'équation de Lorentz-Lorenz (LL) [10], couramment utilisée en mécanique des fluides, relie la densité et l'indice de réfraction d'un liquide [11] en faisant intervenir des propriétés physiques comme la polarisabilité, la masse molaire ou des constantes comme le nombre d'Avogadro. Jamais à notre connaissance, dans la littérature, l'évolution de la polarisabilité n'a été définie en fonction de la pression. Mais, pour atteindre les objectifs de ce présent travail de thèse, nous avons établi, de façon originale, le lien entre ces deux paramètres.

Par ailleurs, la dispersion en longueur d'onde de l'indice de réfraction est généralement établie à l'aide de l'équation de Sellmeier [12]. Les valeurs expérimentales de l'indice mesurées pour certaines longueurs d'onde, permettent la détermination des paramètres constants de l'équation de Sellmeier qui fournira alors l'indice dans une plage plus étendue en longueur d'onde. Cette équation ne prend pas en compte les paramètres physiques externes pouvant influencer le comportement de l'indice (la pression par exemple). C'est donc également pour

cela, afin d'assurer le couplage laser - jet d'eau que nous avons modifié, également de façon originale, cette expression pour prendre en compte l'influence de la pression (ou de la densité) dans la mesure de l'indice de réfraction.

Contrairement à la formule de Sellmeier, il existe une relation établie par Tait qui donne l'indice de réfraction en fonction de la pression mais sans tenir compte de la longueur d'onde [13]. L'équation de Tait représente une troisième technique possible pour l'interprétation des résultats de nos caractérisations optiques de l'eau. De nouveau ici, nos mesures permettront de compléter l'équation initiale de Tait en faisant dépendre les paramètres liés à la pression et à la longueur d'onde.

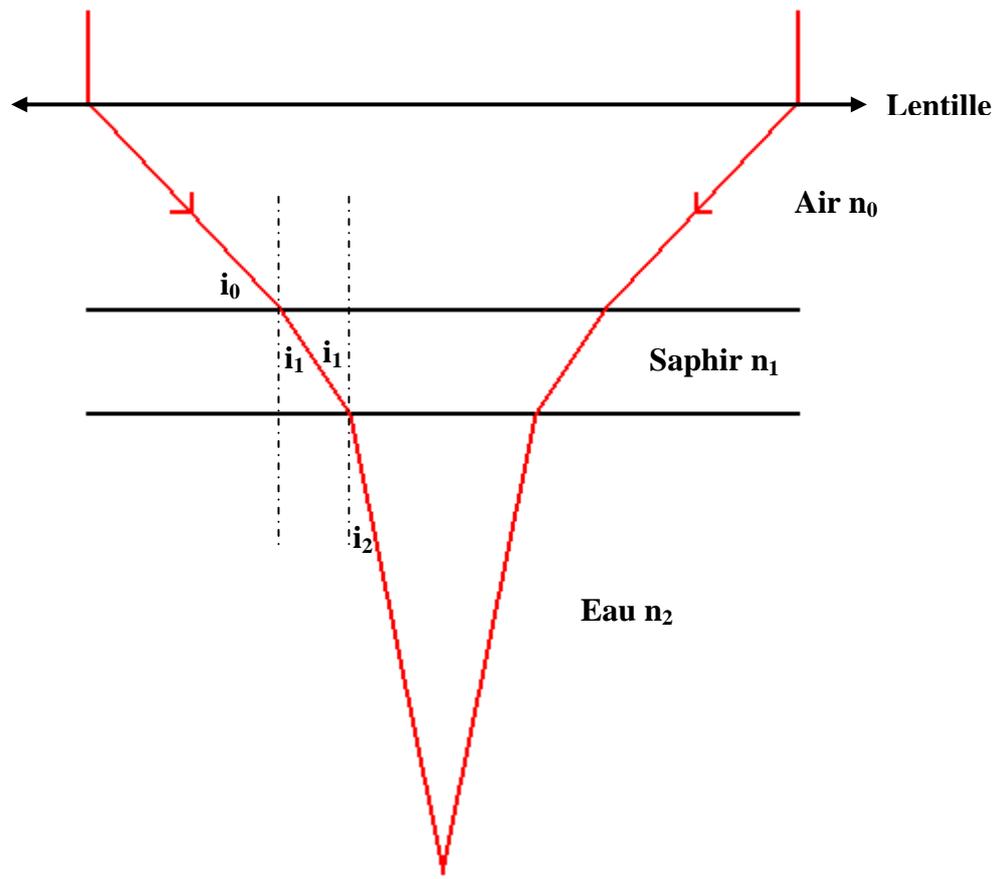
À notre connaissance, il n'existe pas de travaux étudiant les propriétés optiques et physiques de l'eau, ainsi que leurs interactions réciproques au-delà de 100 MPa. Or, aujourd'hui, de nombreuses applications telles que la découpe jet d'eau nécessitent des pressions pouvant atteindre 600 MPa. C'est pourquoi la connaissance des liens qui unissent pression, densité, indice de réfraction et longueur d'onde permettrait de créer des analyseurs de jet ou bien encore des capteurs de pression et/ou de pureté des fluides dans l'industrie pétrochimique. C'est aussi pour ces raisons, qu'au-delà des besoins propres liés à notre étude, il nous a semblé important d'étudier ses propriétés à fortes potentialités industrielles.

## 2) Intérêts liés à la conception

Après l'intérêt scientifique, le second intérêt de cette étude est beaucoup plus pragmatique puisqu'il concerne la conception de la chambre de collimation. En effet, dans le cadre de la découpe hybride, le faisceau laser doit être injecté dans un jet d'eau possédant un diamètre d'environ 200 micromètres. Afin de maîtriser le point de focalisation des lentilles de collimation en entrée de la chambre de couplage pour qu'il coïncide avec l'entrée de la buse de découpe, en sortie de la chambre, il faut déterminer le chemin que va suivre la lumière dans la chambre remplie d'eau. Or ce point de focalisation variera avec l'angle d'arrivée du faisceau dans le hublot en saphir du fait du passage successif du faisceau laser à travers des milieux d'indices différents : l'air, le saphir et l'eau.

Les angles de réfraction sont directement liés aux indices de réfraction des milieux réfractants via la formule de Descartes-Snell (équation III-1) associé à la figure 1 :

$$n_0 \sin i_0 = n_1 \sin i_1 = n_2 \sin i_2 \quad \text{Eq.III-1}$$



**Fig III-2 : Phénomène de réfraction à l'interface entre deux milieux**

La connaissance précise de l'indice de réfraction du liquide devient alors critique pour la phase de dimensionnement de la chambre et pour la technologie de réglage de la lentille de focalisation.

## **II - MONTAGE EXPERIMENTAL**

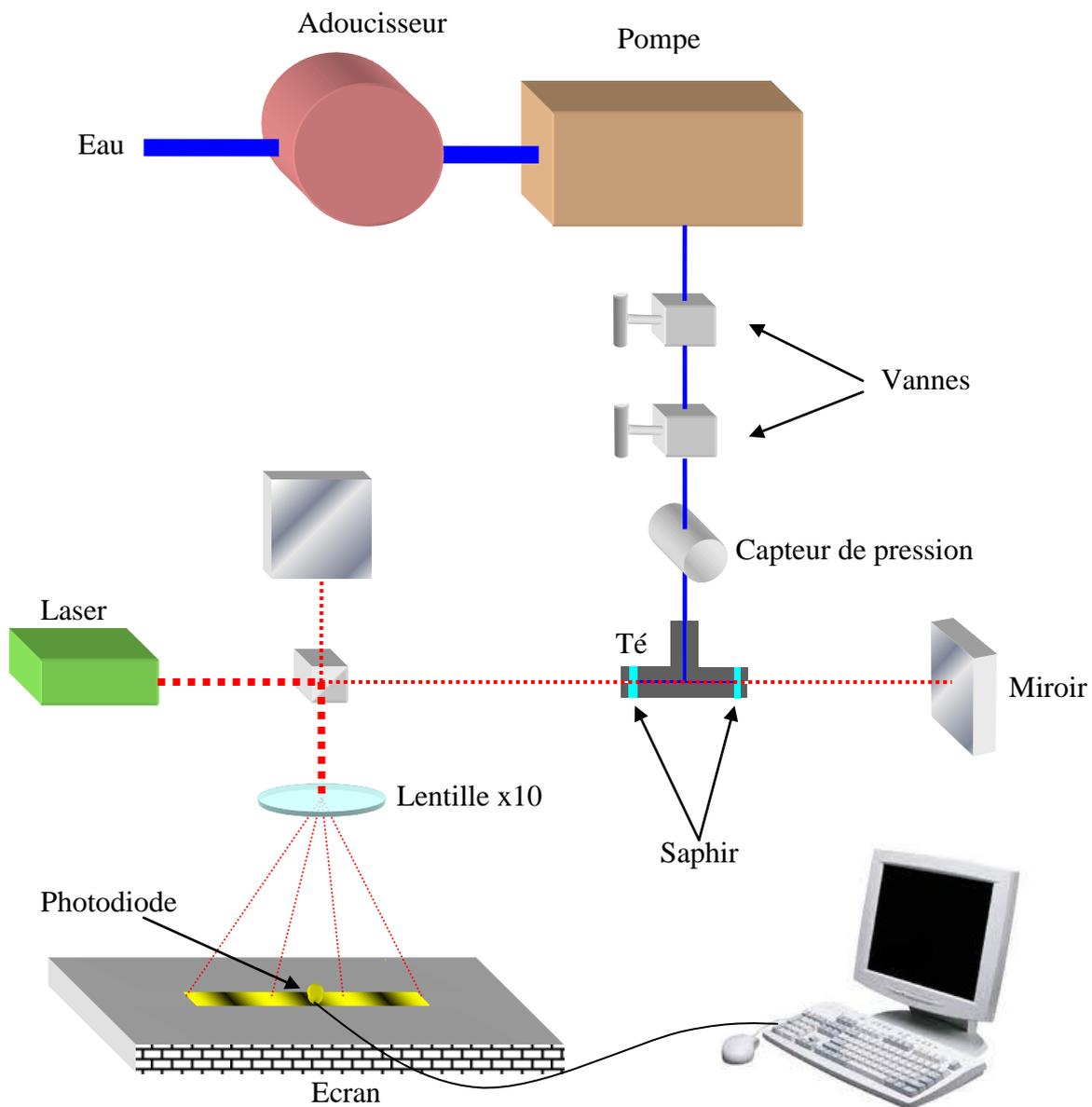
### **1) Description du banc de caractérisation**

Pour mesurer l'indice de réfraction de l'eau, nous avons conçu un montage expérimental constitué de deux parties quasi-indépendantes, couplées à une cellule de mesure. Ces deux parties sont :

- une partie optique basée sur un interféromètre de Michelson
- une partie hydraulique

Ce banc de caractérisation est piloté et contrôlé par un ordinateur de type PC.

Le banc de caractérisation est représenté dans la figure suivante et décrit dans les paragraphes suivants.



**FigIII-3 : Principe de fonctionnement du banc d'essai**

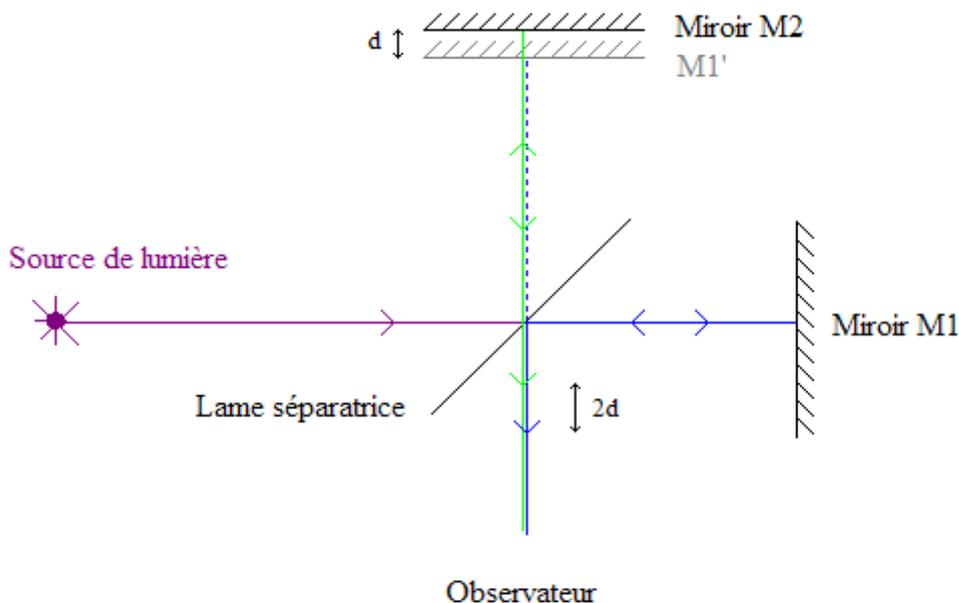
## **2) Rappel sur l'interférométrie et description de la partie optique**

Par définition, l'interférométrie optique est une technique de caractérisation ayant pour principe l'étude des interférences créées par une ou plusieurs ondes lumineuses cohérentes.

Note historique :

*L'interféromètre de Michelson-Morley, qui sera utilisé dans le cadre de cette étude, a été mis au point entre 1881 et 1887. Il est basé sur le principe de la division puis la reconstruction de l'amplitude d'une onde lumineuse source. Aussi incroyable que cela puisse paraître, il s'agissait à l'origine d'une expérience qui n'a pas fonctionné ! En effet, Michelson a imaginé ce système pour prouver l'existence de l'éther, substance hypothétique qui remplirait l'espace et dans laquelle se propagerait la lumière d'après les physiciens du XIX<sup>ème</sup> siècle. D'après cette hypothèse, la vitesse de la lumière n'est pas une valeur fixe mais s'additionne à la vitesse de l'objet qui l'émet. Par conséquent, sachant que la Terre tourne sur son orbite à une vitesse de  $30 \text{ km.s}^{-1}$ , la lumière doit se propager plus vite dans le sens de rotation de la Terre que dans le sens perpendiculaire.*

Michelson a donc imaginé un système de miroirs décomposant puis recomposant un rayon lumineux provenant d'une source cohérente (Figure 4).



**Fig III-4 : Schéma de principe d'un interféromètre de Michelson (Source wikipedia)**

Le rayon lumineux provenant de la source de lumière traverse un miroir semi-réfléchissant appelé lame séparatrice qui divise le faisceau en deux faisceaux perpendiculaires. Chacun d'eux suit un chemin communément baptisé « bras de l'interféromètre ». Deux miroirs réfléchissant M1 et M2 placés respectivement sur l'un et l'autre des bras renvoient la lumière

en direction de la lame séparatrice qui reconstitue le faisceau initial en l'envoyant vers un observateur.

Remarque historique :

*Avant d'aller plus loin, il est intéressant de faire un petit aparté sur l'expérience de Michelson et Morley. Ces derniers ont construit leur appareil de telle sorte que les miroirs M1 et M2 soient à égale distance D de la lame séparatrice. De cette manière, les deux bras ont la même longueur et il n'y a aucun déphasage entre les faisceaux lors de la recomposition du faisceau initial dans la lame séparatrice. Par conséquent, aucune interférence ne peut être constatée. La seule façon d'obtenir un déphasage serait que la lumière voyage plus vite dans un bras que dans l'autre. C'est là qu'intervient l'idée de l'addition des vitesses dans l'éther. L'appareil étant fixe par rapport à la Terre, Michelson et Morley auraient dû constater des mouvements au niveau des franges d'interférence en fonction de l'heure, du mois, etc....*

*Cette observation devrait être due à une différence de marche entre les deux bras induite par la rotation de la Terre. Contre toute attente, aucune variation des franges n'est observée, invalidant ainsi la théorie de l'éther et d'addition des vitesses dans le cas de la lumière. Le plus étrange dans cette histoire est que cette expérience était de toute manière vouée à l'échec puisqu'il est impossible de s'assurer que la distance parcourue dans les deux chemins est équivalente. Néanmoins, cette expérience vaudra à Michelson et Morley le prix Nobel de Physique en 1907.*

Michelson et Morley ont fabriqué un interféromètre simple d'utilisation et de mise en œuvre qui est aujourd'hui utilisé expérimentalement dans de nombreux domaines tels que l'astronomie, l'optique, la caractérisation des matériaux,... Dans notre cas, l'interféromètre est utilisé pour mesurer précisément l'indice de l'eau en fonction de la pression. Pour cela, il faut que l'un des deux bras traverse le liquide pour créer une différence de marche. En faisant varier la pression de l'eau, la différence de marche change et les franges d'interférences bougent. La mesure de ce décalage permet de revenir à l'indice de réfraction de l'eau grâce à l'équation 2 [1] :

$$n = n_{Pamb} + \Delta n = n_{Pamb} + \frac{Z\lambda}{2e} \quad \text{Eq.III-2}$$

Ainsi, connaissant la valeur de l'indice de réfraction de l'eau à température ambiante notée  $n_{\text{Pamb}}$  (connue pour toutes les longueurs d'onde de l'UV jusqu'à l'infrarouge) [6] donnée dans le tableau 1, et l'épaisseur d'eau traversée  $2e$ , il est possible de calculer la variation d'indice  $\Delta n$  du fluide.

Longueur d'onde en nm	Indice de réfraction
532	1.337943
543	1.336292
594	1.333316
604	1.332813
612	1.332317
633	1.331345

**Tableau III-1 : Indice de réfraction à pression ambiante et 25°C [6]**

L'équation 3 nous indique que la variation de l'indice de réfraction instantané  $n$  est directement proportionnelle au nombre de franges  $Z$  passant en un point fixe et de la longueur d'onde. Il est à noter que le facteur 2 provient du fait que le faisceau traverse deux fois la cellule (contrairement à l'interféromètre de Mach-Zehnder par exemple).

Pour mesurer l'indice de réfraction, le té est placé dans le bras principal de l'interféromètre de Michelson de telle manière que les fenêtres en saphir soient perpendiculaires au faisceau laser. Les expériences ont été réalisées avec six longueurs d'onde différentes émises primo par un laser Nd:YVO<sub>4</sub> avec une pompe à diode solide (DPSS) permettant d'obtenir un faisceau à 532 nm et secundo par un laser He-Ne émettant à 543, 594, 604, 612 et 633 nm. Deux miroirs et une lame séparatrice complètent l'interféromètre. Une lentille plan-convexe permet d'agrandir les franges de la figure d'interférence projetée sur un écran. Tous ces composants optiques de l'interféromètre sont minutieusement alignés pour que les franges aient une forme régulière avec un excellent contraste entre les bandes lumineuses et les bandes sombres.

Avec la variation de pression de liquide, la figure d'interférence se déplace sur l'écran où un observateur (une photodiode dans notre montage) situé à un point d'observation fixe sur l'écran compte le nombre de franges qui passent (et détecte les variations d'intensités).

### 3) Description de la partie hydraulique

Dans le circuit suivi par le liquide, l'eau provenant d'une source à basse pression passe par un adoucisseur Permo 6000 avant d'être mise sous pression grâce à une pompe KMT Rationaliser

SL-IV 100D. Le fluide est ensuite canalisé vers le système de mesure à l'aide d'un tube  $\frac{1}{4}$ ". Sur cette canalisation, pour raison de sécurité des personnes et des installations, deux vannes manuelles autorisent ou non l'admission du liquide vers la zone de mesure. Après la seconde vanne, un transducteur mesure la pression du liquide en temps réel avec une précision égale à 2 % de la valeur mesurée.

La cellule spécialement conçue dans le cadre de cette étude se compose d'un corps en acier inoxydable ayant une forme de té, fermé sur ses deux côtés opposés par deux saphirs plan-plan ; la troisième entrée est quant à elle reliée au circuit haute pression.

#### **4) Description de la partie commande et contrôle**

Les deux principaux paramètres expérimentaux, à savoir la pression et le nombre de franges passant devant la photodiode, sont enregistrés et contrôlés par un ordinateur avec une application développée pour cette étude spécifiquement dans l'environnement LabVIEW®. La pression est mesurée à l'aide d'un capteur Barksdale 420 dont l'erreur maximale est de 0,25 % en deçà de 700 bars et 1 % au-delà.

Le déplacement des franges entraîne une variation d'intensité lumineuse qui est convertie par une photodiode silicium en une variation d'intensité transmise à l'ordinateur. L'application LabVIEW® convertit cette variation continue en une variation en tout ou rien correspondant au passage d'une frange brillante à une frange sombre. Pendant toute l'expérience, la température est fixée à  $23 \pm 0,15^\circ\text{C}$  (salle à température contrôlée). L'affichage en temps réel des données permet de s'assurer de la stabilité du système et de détecter rapidement les éventuels problèmes.

#### **5) Phase initiale de l'expérience : résistance mécanique des saphirs de la cellule**

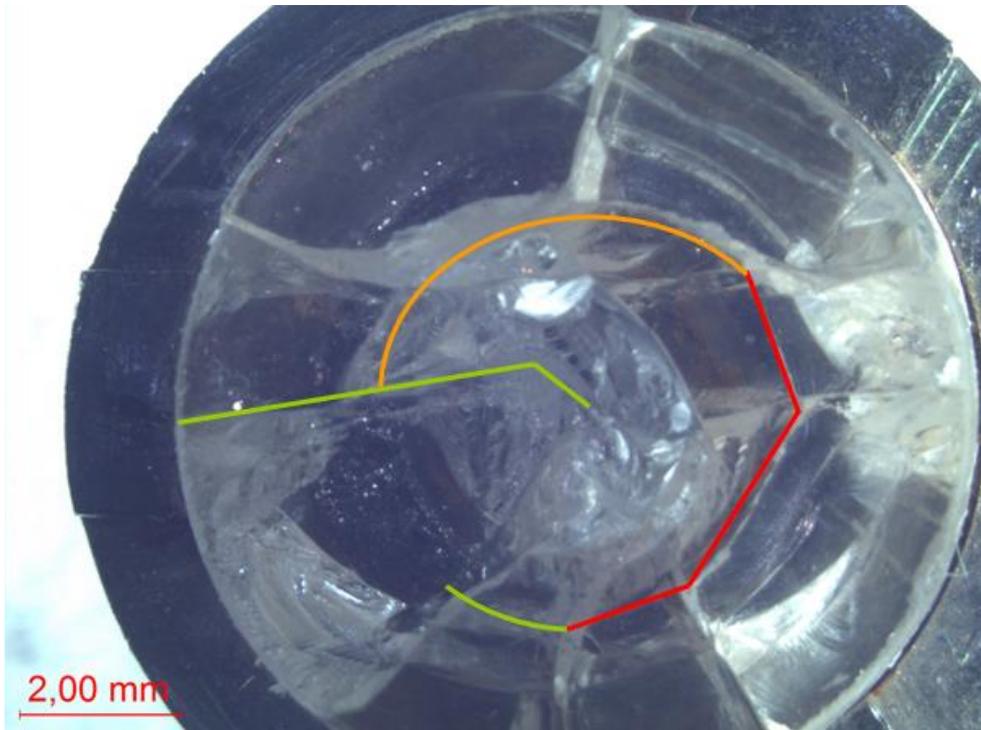
La première phase expérimentale a été de créer une cellule contenant de l'eau sous pression tout en laissant passer le laser. La forme la plus simple est un té fermé de part et d'autre par des hublots. Dès le début de notre étude, nous avons choisi le saphir qui paraît être le candidat idéal pour la réalisation des fenêtres du fait, à priori, de ses remarquables propriétés mécaniques et optiques comme la transparence aux longueurs d'onde dans le spectre visible. Néanmoins, il a été nécessaire de faire des tests initiaux pour étudier la résistance des saphirs à la pression de plusieurs centaines de mégapascals, en fonction de l'épaisseur de la lame et de son sertissage dans la cellule.

Dans la littérature, à notre connaissance, seuls les travaux de Chervin et al. [14] permettent de calculer la résistance théorique des saphirs en fonction de leur diamètre  $D$ , du diamètre réel  $d$  sur lequel agit la pression du fluide et de l'épaisseur  $e$ . La relation liant ses paramètres est :

$$P_{\max} = (360 - 2160 \frac{d}{D}) \frac{e}{D} + (40450 - 45000 \frac{d}{D}) (\frac{e}{D})^2 \quad \text{Eq.III-3}$$

Cette formule n'est valable que dans l'intervalle  $100 \text{ MPa} < P < 600 \text{ MPa}$  ; intervalle qui correspond à notre domaine d'étude.

Suite à cela, nous avons réalisé quelques tests et avons pu vérifier la pression maximale de tenue des saphirs ainsi que les différentes formes de cassures prévues par Chervin (figure 5). En effet, ce dernier a défini trois domaines (I, II et III) caractérisés par trois types de cassures différentes suivant l'épaisseur et la disposition des plans cristallographiques par rapport à la direction de l'effort. Le domaine I correspond au plan  $c$  perpendiculaire à l'effort de pression. Le type II correspond à l'axe  $c$  parallèle à l'effort pour des épaisseurs inférieures à 2,5 mm. Le type III est équivalent au type II mais pour des épaisseurs plus importantes.



**Fig III-5 : Cassure sur un saphir d'épaisseur 3 mm parallèle à l'axe  $c$  du cristal.**

Le saphir présenté sur la figure 3 a une épaisseur de 3 mm ; épaisseur qui, selon Chervin, se situe juste à la frontière entre les domaines II et III. Ceci a été confirmé par notre essai car nous avons constaté une fissure bimorphe : une première zone avec brisure hexagonale correspondant au domaine II et une seconde zone avec brisure circulaire et rayons correspondant au domaine III. Tous nos essais ont validé les travaux de Chervin, ce qui nous a permis de nous assurer du bon dimensionnement des saphirs.

La taille de ces derniers ( $\varnothing$  10 mm, épaisseur 2 mm) a été calculée de manière à être assez large pour laisser passer le faisceau laser et assez épais pour résister aux fortes pressions. Les saphirs ont ensuite été fabriqués et sertis par la société Microdatec-Saphintec.

Un test préalable a été réalisé afin de s'assurer que la chambre ne s'expand pas lors de la mise sous pression du fluide, ce qui changerait la distance parcourue par le faisceau dans le fluide et invaliderait les résultats. Pour ce faire, un miroir est collé sur le saphir côté laser de sorte que le faisceau ne traverse plus la chambre. Lorsque la chambre est mise sous pression, les franges ne bougent pas, ce qui signifie que le gonflement éventuel du té est trop faible pour agir sur la qualité des mesures (en d'autres termes, la longueur du bras de l'interféromètre ne varie pas).

Nous avons également vérifié sous haute pression la résistance des composants que nous avons surdimensionnés par sécurité (épaisseur des saphirs et épaisseur des parois de la cellule).

## **6) Phase expérimentale : Déroulement d'une expérience**

Au début de l'expérience, les vannes sont ouvertes et la pression de l'eau augmente jusqu'à 250 MPa. A ce stade, l'une des deux vannes est fermée de manière à conserver la pression entre cette vanne et la cellule. La pompe est alors mise hors tension pour purger le reste de l'installation et éviter que les vibrations du moteur ne perturbent la mesure. En effet, la moindre vibration durant le comptage des franges invalide ce dernier. La vanne est ensuite ouverte tout doucement jusqu'à créer une micro fuite permettant une diminution lente et contrôlée de la pression de l'eau dans la cellule. Les capteurs sont allumés et l'ordinateur enregistre dans un tableur le nombre de franges passées devant la photodiode en fonction de la pression. Ce système permet donc d'obtenir une amplitude de variation de la pression de 250 MPa jusqu'à la pression atmosphérique.

### III - RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

#### 1) Résultats des mesures

La figure 6 ci-après reporte l'évolution de l'indice de réfraction, mesuré à différentes longueurs d'onde, en fonction de la pression de l'eau pour une plage de pression allant de la pression atmosphérique jusqu'à 250 MPa.

D'après ce graphique, l'indice de réfraction de l'eau augmente de façon quasi linéaire jusqu'à des pressions de 60 MPa. L'évolution devient ensuite curviligne avec la pente de la courbe qui diminue doucement. Néanmoins, la courbe croît sans jamais atteindre une asymptote horizontale.

Cette caractéristique physique du fluide, obtenue à partir de nos mesures pour différentes longueurs d'onde, confirme les résultats de Vedam et al. [1] obtenus à la longueur d'onde fixe de 583 nm.

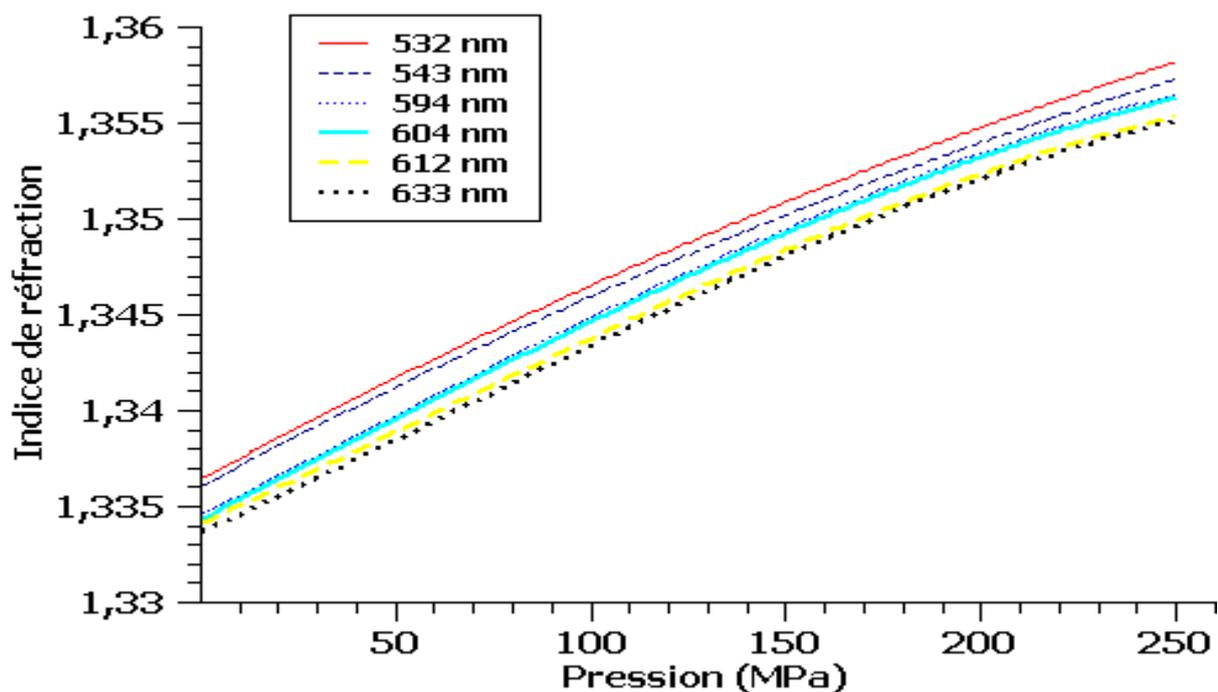


Fig III-6 : Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la pression à 23°C

La modélisation mathématique de ces courbes peut se faire de deux manières différentes : à l'aide de l'approche thermodynamique de Tait ou à l'aide de l'approche physique de Sellmeier.

## 2) Approche de Tait

Bradley et Pitzer [13] ont proposé une description simple mais efficace de la dépendance à la pression de la constante diélectrique ; cette description repose sur l'équation d'état proposée par Tait en 1880 pour les données volumétriques en thermodynamique [15-17]. L'équation de Tait-Bradley-Pitzer (TBP) prend la forme suivante [13] :

$$k = k_{(P=P_{ini})} + a_0 \ln\left(\frac{a_1 + P}{a_2}\right) \quad \text{Eq.III-4}$$

où  $k_{(P=P_{ini})}$  est la constante diélectrique à la pression de référence  $P_{ini}$ ,  $P$  est la pression et  $a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$  sont des paramètres constants déduits de la modélisation des courbes de données expérimentales (généralement  $a_2 = a_1 + P_{ini}$ ).  $P$ ,  $a_1$  et  $a_2$  sont exprimés en MPa. Cette équation a été utilisée pour ajuster les données diélectriques disponibles auprès de l'International Association for the Properties of Water and Steam, avec une précision de 0,1 % de la pression atmosphérique jusqu'à une centaine de MPa [7].

Pour déterminer la variation de l'indice de réfraction en fonction de la pression, nous avons modifié l'équation TBP en considérant l'approximation de Maxwell  $k = n^2$  [18]. Ainsi, l'équation 4 peut s'écrire:

$$n = \sqrt{n_0^2(l) + a_0 \ln\left(\frac{a_1 + P}{a_2}\right)} \quad \text{Eq.III-5}$$

Pour résoudre cette équation, nous avons développé un programme en Matlab® qui nous a fourni les valeurs de  $n_0$ ,  $a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$ . Il est important de remarquer que dans l'équation 5, la longueur d'onde n'apparaît que dans le terme  $n_0$ , ce qui permet une simplification de la relation entre  $n$  et  $P$  en rendant les autres paramètres indépendants de la longueur d'onde. Nous avons pu le vérifier lors de l'ajustement des données expérimentales par l'équation 5 en obtenant les paramètres  $a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$  constants, quelle que soit la longueur d'onde avec une précision supérieure à 0,1 %.

Les valeurs numériques des différentes constantes calculées à l'aide du solveur Matlab® sont égales à:

$$n_0^2 = 3,05163 \cdot 10^{-3} + n^2(\lambda, P_{0,1} \text{ en MPa})$$

$$a_0 = 0,1057$$

$$a_1 = 341,5902 \text{ MPa}$$

$$a_2 = 351,5902 \text{ MPa}$$

### 3) Approche de Sellmeier

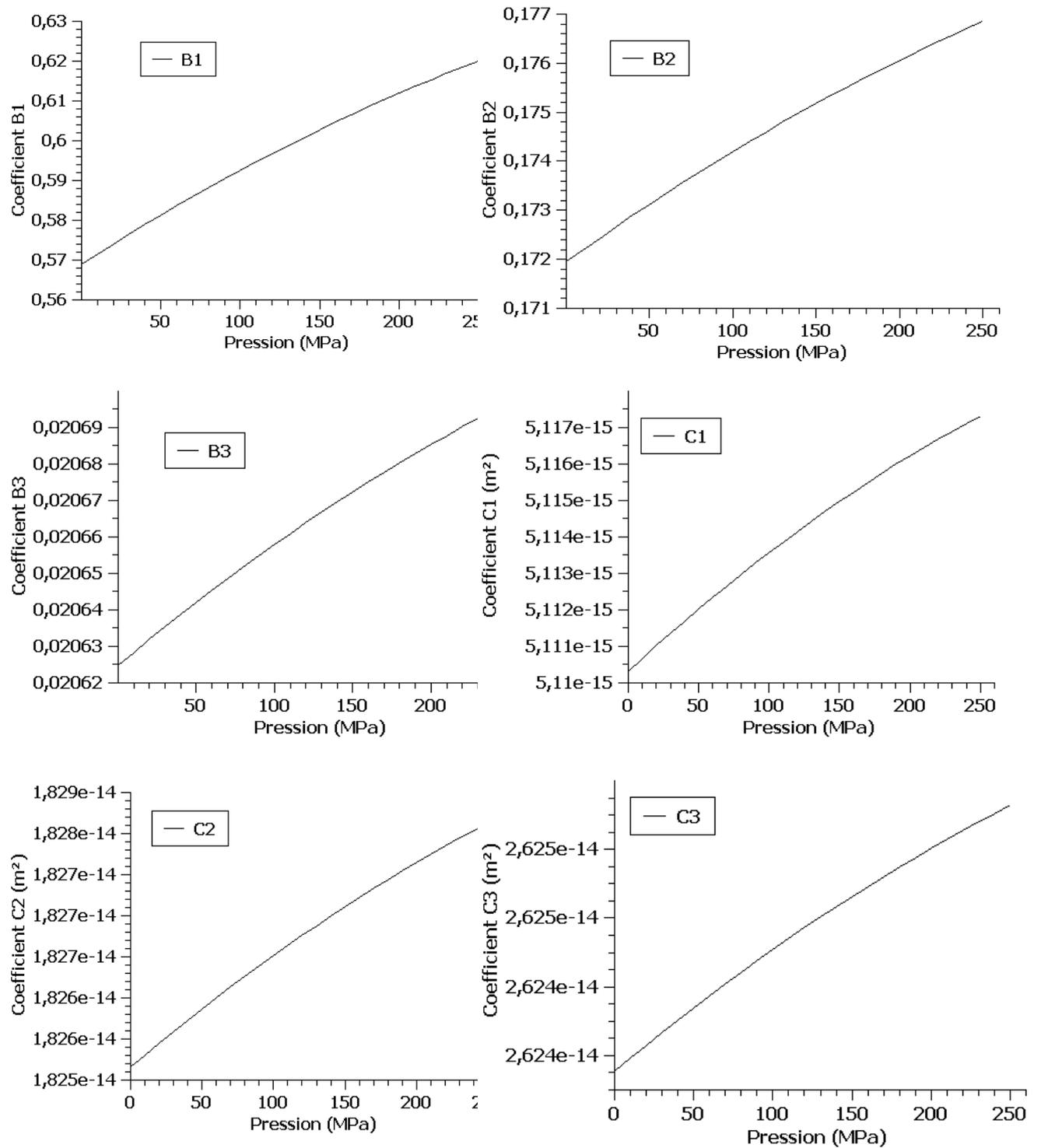
La seconde relation liant l'indice de réfraction à la longueur d'onde est l'équation de dispersion de Sellmeier donnée ci-dessous [12] :

$$n^2 = 1 + \sum_1^i \frac{B_i \lambda^2}{\lambda^2 - C_i} \quad \text{Eq.III-6}$$

$B_i$  et  $C_i$  sont appelés coefficients de dispersion de Sellmeier. Dans le cas de notre application, la principale limitation de cette formule est qu'elle ne fait pas intervenir la pression. Les seules variables étant les coefficients  $B_i$  et  $C_i$ , il est intuitif est de prendre pour hypothèse que ceux-ci sont dépendants de la pression. Pour notre étude, nous avons considéré les trois premiers termes de la suite. En effet, l'ajustement des résultats expérimentaux par une équation de Sellmeier du troisième ordre permettent d'obtenir une incertitude sur  $n$  inférieure à  $5,5 \cdot 10^{-4}$ . De ce fait, chaque ajustement entraîne l'existence de 6 coefficients  $B_i$  et  $C_i$ . Afin de considérer l'hypothèse précédente, nous avons tracé, figure 7, l'évolution de ces six coefficients en fonction de la pression.

Pour décrire l'évolution des coefficients  $B_i$  et  $C_i$  en fonction de la pression, nous avons choisi une équation polynomiale du second degré qui permet une description simple et précise. De cette manière, la formule de dispersion de Sellmeier donnée dans l'équation précédente peut être écrite pour une large plage de pression telle que :

$$n^2 = 1 + \sum_1^i \frac{(\alpha_i P^2 + \beta_i P + \delta_i) \lambda^2}{\lambda^2 - (A_i P^2 + B_i P + \Delta_i)} \quad \text{Eq.III-7}$$



**Fig III-7 : Evolution des coefficients de Sellmeier en fonction de la pression**

Dans la formulation de l'équation 7,  $\alpha_i$ ,  $\beta_i$  et  $\delta_i$  d'une part et  $A_i$ ,  $B_i$  et  $\Delta_i$  d'autre part sont des constantes qui décrivent les coefficients  $B_i$  et  $C_i$  de l'équation originelle de Sellmeier en fonction de la pression et dont les valeurs sont données dans la table 2.

order	$\alpha$ (MPa <sup>-2</sup> )	$\beta$ (MPa <sup>-1</sup> )	$\delta$
1	-2,08621659.10 <sup>-11</sup>	2,56337533.10 <sup>-6</sup>	5,69053109.10 <sup>-1</sup>
2	-1,90689751.10 <sup>-12</sup>	2,43746527.10 <sup>-7</sup>	1,71949519.10 <sup>-1</sup>
3	-2,83966194.10 <sup>-14</sup>	3,59587056.10 <sup>-9</sup>	2,06248215.10 <sup>-2</sup>

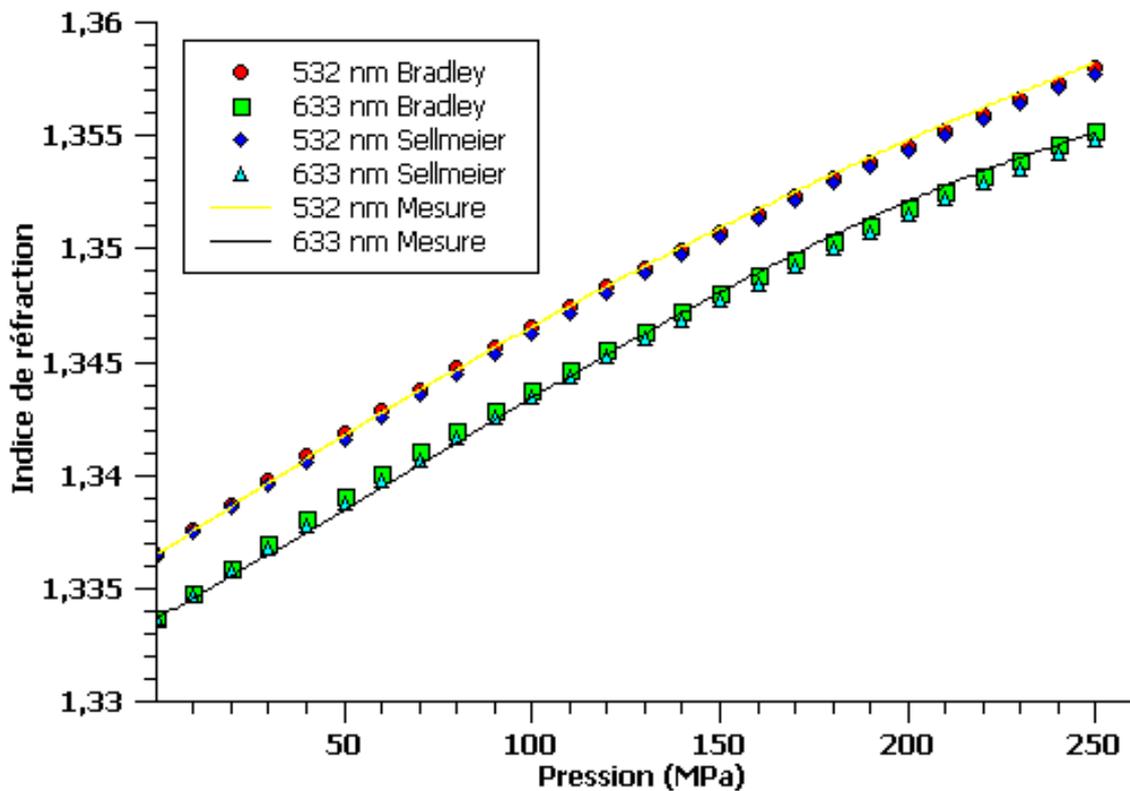
order	A (m <sup>2</sup> .MPa <sup>-2</sup> )	B (m.MPa <sup>-1</sup> )	$\Delta$
1	-3,05408679.10 <sup>-9</sup>	3,56454006.10 <sup>-4</sup>	5,11031710.10 <sup>3</sup>
2	-1,13105732.10 <sup>-8</sup>	1,47164417.10 <sup>-3</sup>	1,82515802.10 <sup>4</sup>
3	-2,96996177.10 <sup>-9</sup>	3,84125453.10 <sup>-4</sup>	2,62415393.10 <sup>4</sup>

**Tableau III-2 : Constantes de dispersion de Sellmeier pour l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression à 23°C (voir Eq. 7)**

Nous rappelons que ces constantes ont été définies dans un domaine de pression allant de 1 à 250 MPa pour des longueurs d'ondes comprises entre 532 et 633 nm.

#### 4) Discussions sur les approches de Tait et de Sellmeier

La figure 8 ci-après permet la comparaison des valeurs d'indice mesurées d'une part, puis calculées à l'aide des formules de TBP et de Sellmeier d'autre part. Afin de ne pas charger la figure, les valeurs pour les longueurs d'onde intermédiaires ne sont pas représentées et seules celles correspondant aux longueurs d'ondes de 532 nm et 633 nm qui bornent notre étude apparaissent. Il est aisé de constater un bon accord entre les deux modèles considérés et les mesures.



**Fig III-8 : Comparaison de l'indice de réfraction mesuré et de l'indice calculé à l'aide de TBP et de Sellmeier à 532 et 633 nm**

Comme les franges de la figure d'interférence présentent un excellent contraste, l'erreur dans le processus de comptage est très faible. Cependant, nous estimons, en considérant l'erreur statistique de répétabilité, que le niveau maximum d'erreur de comptage durant tout le processus expérimental est égal à 10 franges sur un total d'environ 1500 franges passant devant la photodiode. En conséquence de quoi, les incertitudes expérimentales induisent un changement dans l'indice de réfraction respectivement égal à  $6,7 \cdot 10^{-5}$  et  $7,9 \cdot 10^{-5}$  pour 532 nm et 633 nm. L'erreur maximale sur la valeur mesurée à l'aide de notre configuration interférométrique est donc inférieure à 0,006 %.

La modélisation du comportement de l'indice de réfraction dérivée des modèles de TBP (Eq.5) et de Sellmeier (Eq.7) induit de nouvelles erreurs. Ces erreurs peuvent être estimées par la détermination de l'écart entre les courbes expérimentales et modélisées. Cette erreur maximale par rapport à l'indice mesuré est de 0,02 % pour TBP et 0,04 % pour Sellmeier. Cette dernière formulation est moins précise du fait de la somme qui a été arrêtée au troisième ordre de la suite arithmétique (Equation 6). Ainsi, l'incertitude sur la mesure pratique est dix fois moins importante que l'erreur induite par la corrélation. Par ce biais, l'incertitude totale

dans la détermination de l'indice de réfraction de l'eau égale 0,046 % avec la formule Sellmeier et 0,026 % avec la formule de TBP.

Les deux modèles sont donc bien adaptés pour la description de l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression, dans le domaine visible et à température ambiante. Il serait bien évidemment très intéressant d'un point de vue scientifique de comparer ces deux modèles en dehors du spectre de lumière visible. En effet, tous les travaux antérieurs basés sur l'indice de réfraction des mesures de l'eau montrent que les erreurs des modèles augmentent à mesure que l'on s'éloigne du visible.

Néanmoins, d'un point de vue applicatif, l'indice de réfraction de l'eau dans l'UV ou l'IR lointain peut être considéré comme hors de l'objectif de nos expériences, que ce soit dans le but de guider un laser par jet d'eau ou dans l'utilisation de ces données pour la mise en œuvre de capteurs (en particulier pour la mesure de la pression et/ou de la densité d'un liquide). Ces capteurs optiques permettraient des mesures rapides, indirectes, non intrusives, non destructives et précises du comportement physique du fluide. Par ailleurs, il est important de rappeler que le spectre d'absorption de l'eau ne permet pas d'utiliser toutes les longueurs d'onde pour étudier par des méthodes optiques ses propriétés physiques à cause de bandes d'absorption importantes dans l'ultra-violet et dans l'infrarouge.

### **5) Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression par l'approche de Lorentz-Lorenz**

Basées sur des approches thermodynamiques et physiques simples, les formules précédentes utilisées pour modéliser nos mesures donnent directement le lien entre l'indice de réfraction, la densité, la pression et la longueur d'onde. Une troisième approche introduit des grandeurs telles que la polarisabilité du matériau ou sa masse molaire. Il s'agit de l'équation de Lorentz-Lorenz, plus communément abrégée en LL. Elle découle des travaux de Ludvig Lorenz en 1869 et de Hendrik Antoon Lorentz en 1878. Sa formulation la plus connue est celle présentée dans l'équation 8 :

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi d N_A}{3M} \alpha \quad \text{Eq.III-8}$$

Avec  $d$  la masse volumique (d'après les Handbook of Chemistry and Physics [19, 20], les travaux de Floriano [7] et de Tanaka [21]),  $N_A$  la constante d'Avogadro ( $6,0221415 \times 10^{23}$

$\text{mol}^{-1}$ ),  $M$  la masse molaire ( $18,0153 \pm 0,0004 \text{ g.mol}^{-1}$ ) et  $\alpha$  la polarisabilité. Cette formule est généralement utilisée pour calculer facilement la polarisabilité d'un matériau. Ce qui est très intéressant pour nous car il n'existe à l'heure actuelle aucune table de la polarisabilité de l'eau en fonction de la pression. La polarisabilité joue pourtant un rôle primordial dans le calcul de certains effets physiques tels que la diffusion Raman ou Rayleigh [21]. Nos mesures d'indice de réfraction peuvent donc permettre de fournir les valeurs de polarisabilité dont peuvent avoir besoin les physiciens. Nous avons appliqué cette formule en considérant les valeurs de l'indice de réfraction de l'eau que nous avons mesurées expérimentalement en fonction de la pression pour les diverses longueurs d'onde dans le visible. Les résultats de la polarisabilité en fonction de la pression sont reportés dans la figure 9 ci-après :

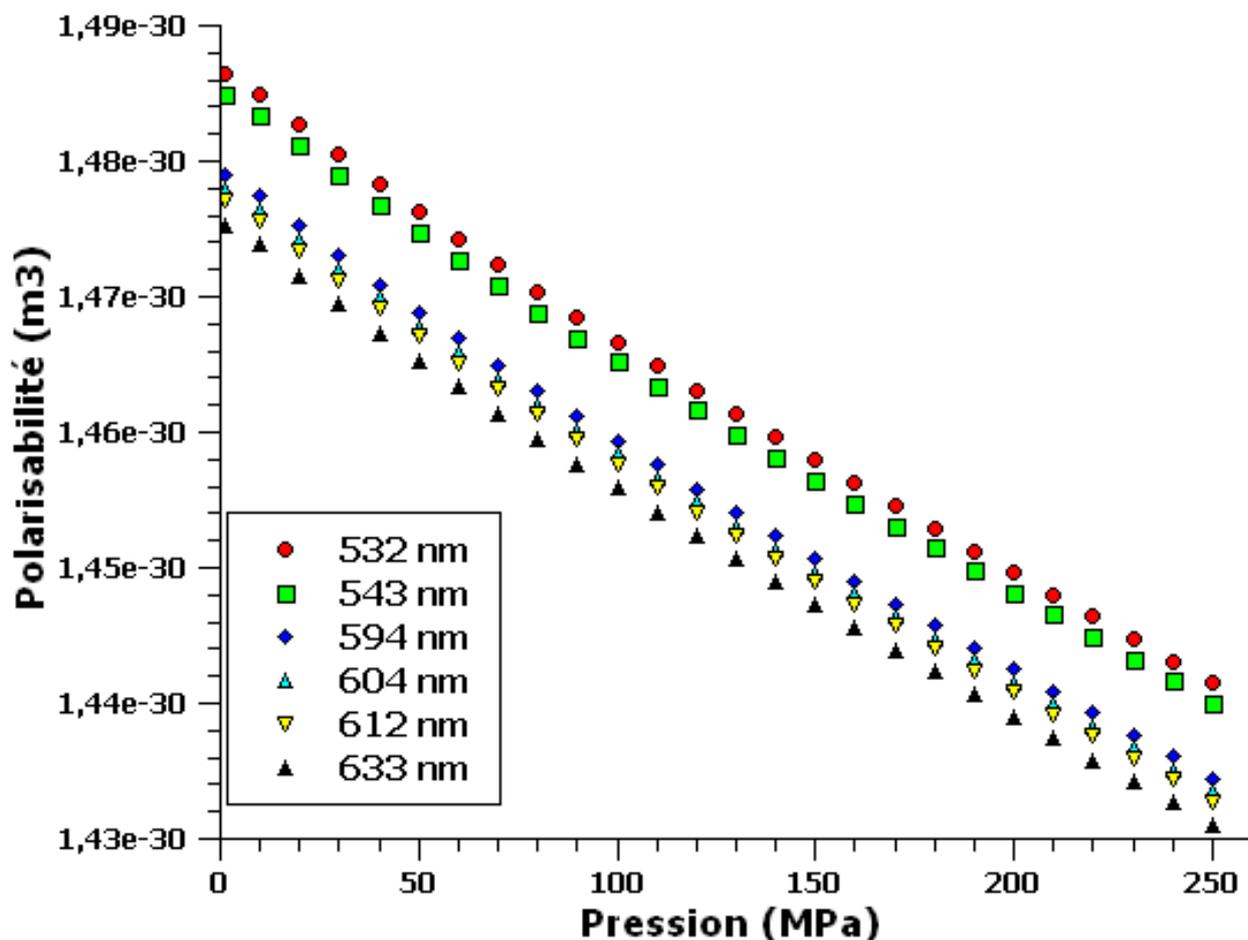


Fig III-9 : Polarisation en fonction de la pression pour différentes longueurs d'onde

Ces courbes permettent d'obtenir des valeurs de polarisabilité de l'eau de la pression atmosphérique jusqu'à 250 MPa dont certaines valeurs numériques sont données dans la table 3.

Densité [19]	Pression (Mpa)	Polarisabilité ( $\cdot 10^{-30} \text{m}^3$ )					
		532 nm	543 nm	594 nm	604 nm	612 nm	633 nm
0.9975	1	1.4864	1.4849	1.4789	1.4779	1.4772	1.4753
1.0014	10	1.4849	1.4834	1.4774	1.4764	1.4757	1.4738
1.0058	20	1.4827	1.4811	1.4752	1.4742	1.4734	1.4716
1.0100	30	1.4805	1.4790	1.4730	1.4720	1.4713	1.4694
1.0142	40	1.4783	1.4768	1.4709	1.4699	1.4692	1.4673
1.0183	50	1.4763	1.4748	1.4689	1.4679	1.4671	1.4653
1.0223	60	1.4743	1.4728	1.4669	1.4659	1.4651	1.4633
1.0263	70	1.4723	1.4708	1.4649	1.4640	1.4632	1.4614
1.0302	80	1.4704	1.4689	1.4630	1.4621	1.4613	1.4595
1.0340	90	1.4685	1.4670	1.4612	1.4602	1.4595	1.4577
1.0377	100	1.4667	1.4652	1.4594	1.4584	1.4577	1.4559
1.0414	110	1.4649	1.4634	1.4576	1.4566	1.4559	1.4541
1.0450	120	1.4631	1.4616	1.4558	1.4549	1.4541	1.4523
1.0486	130	1.4613	1.4599	1.4541	1.4531	1.4524	1.4506
1.0521	140	1.4596	1.4581	1.4524	1.4514	1.4507	1.4489
1.0555	150	1.4579	1.4564	1.4507	1.4497	1.4490	1.4472
1.0589	160	1.4562	1.4548	1.4490	1.4481	1.4473	1.4456
1.0622	170	1.4546	1.4531	1.4474	1.4464	1.4457	1.4439
1.0655	180	1.4529	1.4514	1.4457	1.4448	1.4441	1.4423
1.0687	190	1.4513	1.4498	1.4441	1.4432	1.4424	1.4407
1.0719	200	1.4496	1.4482	1.4425	1.4415	1.4408	1.4391
1.0751	210	1.4480	1.4465	1.4409	1.4399	1.4392	1.4374
1.0782	220	1.4464	1.4449	1.4392	1.4383	1.4376	1.4358
1.0812	230	1.4447	1.4433	1.4376	1.4367	1.4360	1.4342
1.0842	240	1.4431	1.4417	1.4360	1.4351	1.4344	1.4326
1.0872	250	1.4415	1.4401	1.4344	1.4335	1.4328	1.4310

**Tableau III-3 : Polarisabilité en fonction de la densité et/ou de la pression pour diverses longueurs d'onde à 23°C**

La formule LL est valable en particulier pour les liquides organiques purs [22]. Pour améliorer la formule de LL, Looyenga (LO) suggère une équation alternative [23] basée sur une autre écriture de l'expression de  $n$  :

$$n^{2/3} - 1 = \frac{4\pi d N_A}{3M} \alpha \quad \text{Eq.III-9}$$

La différence entre les formules LL et LO n'apparaît qu'à partir du troisième terme du développement limité du membre de gauche des Eqs. 8 et 9 [24]. Dans notre cas, la polarisabilité se trouve entre 2,7 et 3 % plus élevée avec LO qu'avec LL. Ceci peut s'expliquer par le fait que la formule de LO est plus précise lorsqu'il s'agit de mélanges et non de corps purs comme c'est le cas ici avec l'eau. C'est pourquoi nous avons gardé pour les tables les valeurs obtenues par l'équation de Lorentz-Lorenz.

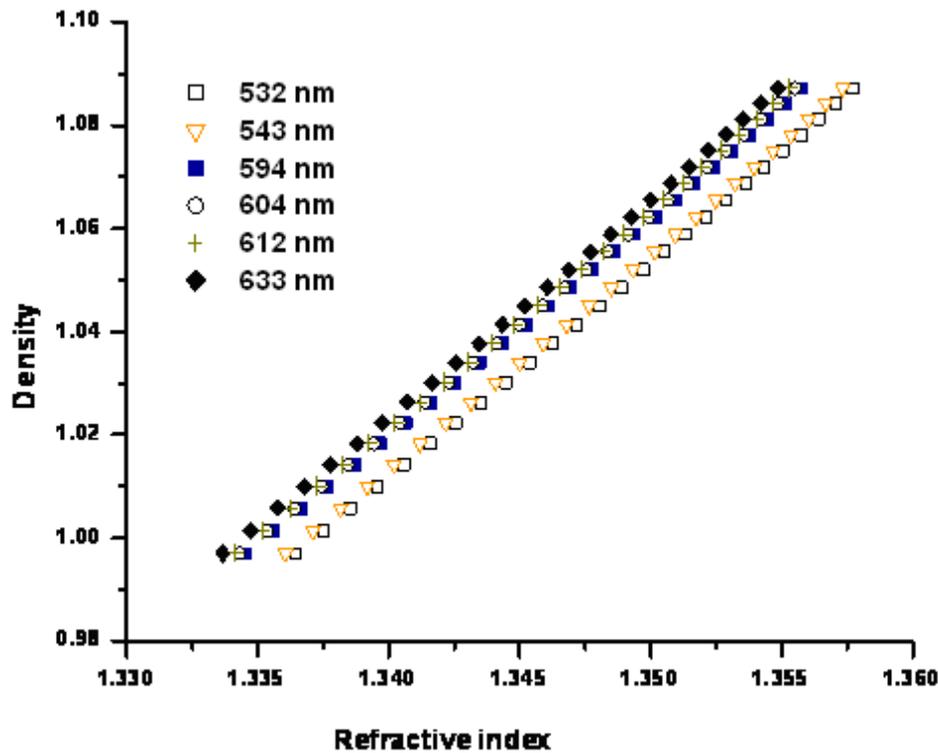
### **6) Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la densité**

Comme nous l'avons vu ci-dessus, la formule de LL permet de lier l'indice de réfraction à la densité du fluide mais à condition de connaître un certain nombre de caractéristiques physiques du fluide (polarisabilité, masse molaire,...). Il est alors intéressant d'étudier la possibilité de corrélérer directement la densité et l'indice optique sans l'aide d'autres grandeurs physiques intermédiaires.

Pour connaître la densité, l'équation de Tait inversée permet d'obtenir une bonne corrélation entre la pression  $P$  et la densité  $\rho$  mais uniquement jusqu'à 15 MPa [13]. Pour des mesures à pressions élevées, il est préférable d'utiliser l'équation de Tait modifiée telle qu'elle est présentée par Floriano [7] :

$$\rho = \rho_{(P=P_{ini})} + a_0 \ln\left(\frac{a_1 + P}{a_2}\right) \quad \text{Eq.III-10}$$

Floriano a déterminé avec précision les valeurs des coefficients  $a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$  avec  $a_2 = a_1 + P_{ini}$  de l'équation précédente. La densité calculée à l'aide de la méthode proposée correspond à celle donnée dans les tables des standards [20, 25]. L'équation 8, en utilisant le lien entre l'indice de réfraction et la pression grâce à TBP et Sellmeier (respectivement Eq. 5 et Eq. 7), montre que la densité d'un liquide statique ou dynamique peut être déterminée grâce à l'utilisation d'une source monochromatique de type laser et d'un banc interférométrique. Ainsi, par exemple, en fusionnant les deux équations 5 et 9, il est possible de calculer la densité en fonction de l'indice de réfraction de l'eau (et vice versa) pour différentes longueurs d'onde. Le tracé des courbes est présenté sur le graphe de la figure 10 ci-après.



**Fig III-10 : Densité de l'eau en fonction de la pression et de la longueur d'onde à 25°C**

La première constatation est que pour une densité donnée, l'indice de réfraction diminue avec la longueur d'onde du faisceau laser. Le corollaire lié à cette observation est que, à partir de ces courbes originales, en mesurant l'indice de réfraction à l'aide de la méthode interférométrique présentée ci-dessus, il est possible, connaissant la longueur d'onde, de déterminer la densité du fluide. Dans cette optique, la méthode expérimentale interférométrique constitue une technique non-intrusive et non-destructive pour un capteur à la fois de pression et de densité.

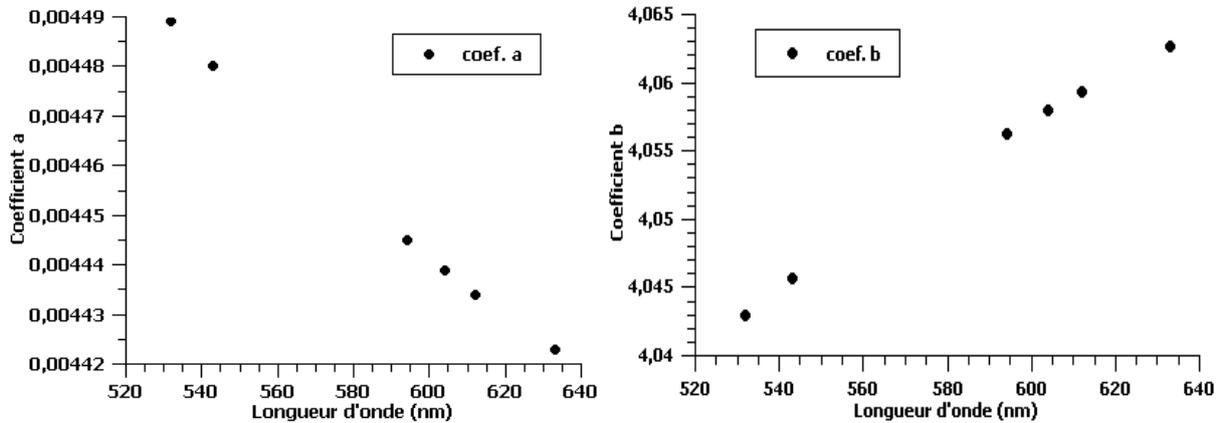
Nous avons ajusté les courbes  $d = f(n)$  de la figure 10 avec une fonction exponentielle:

$$d = ae^{bn} \quad \text{Eq.III-11}$$

Le coefficient de détermination obtenu est de 0,999966 ce qui dénote une excellente adéquation entre les mesures et le modèle.

Avec a et b des coefficients définis pour chaque longueur d'onde  $\lambda$ . L'évolution de ces coefficients déterminés lors de la phase d'ajustement des courbes nous a permis de tracer leur

dépendance en fonction de  $\lambda$  que nous avons rapportée dans les deux graphes de la figure suivante pour a et b :



**Fig III-11 : Coefficients a et b en fonction de la longueur d'onde**

Cette figure montre une évolution non linéaire des coefficients qui peut être modélisée par une équation polynomiale du second degré. En conséquence, la généralisation de l'équation 11 dans la gamme de longueur d'onde du spectre visible pour le faisceau test utilisé dans l'étude donne l'équation générale :

$$d = (a_2 \lambda^2 + a_1 \lambda + a_0) e^{(b_2 \lambda^2 + b_1 \lambda + b_0) n} \quad \text{Eq.III-12}$$

Les valeurs numériques des coefficients  $a_0$ ,  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $b_0$ ,  $b_1$  et  $b_2$  sont données dans le tableau 4 :

$a_2$ ( $m^{-2}$ )	$a_1$ ( $m^{-1}$ )	$a_0$
$1.45781289 \cdot 10^{-9}$	$- 2.35046033 \cdot 10^{-6}$	$5.32669029 \cdot 10^{-3}$
$b_2$ ( $m^{-2}$ )	$b_1$ ( $m^{-1}$ )	$b_0$
$- 4.85379246 \cdot 10^{-7}$	$7.59564314 \cdot 10^{-4}$	3.77629295

**Tableau III-4 : Coefficients de la formule de densité dans le spectre visible à 23°C**

Avec ces coefficients, l'écart maximal existant entre notre modèle défini par l'équation 12 et les valeurs de la densité obtenue expérimentalement dans la littérature et compilés dans la

littérature ou dans les livres de normes et de références (par exemple le livre Handbook of Chemistry and Physics [19, 20]) est égal à 0,19 %.

Ainsi, grâce aux différents coefficients de la table 3, il devient aisé de déterminer la densité de l'eau statique ou dynamique en utilisant des mesures d'interférométrie.

La méthode que nous avons développée pour ces mesures et cette étude présente de nombreux avantages pour la détermination, soit de la pression, soit de la densité de l'eau dans un dispositif statique ou dynamique. En particulier, nous pouvons citer le fait que la densité de l'eau peut être obtenue sans la connaissance de la pression de l'eau, contrairement à ce qui est généralement le cas dans les procédés industriels actuels, basés justement sur des capteurs de pression, des tubes en U oscillants ou la vitesse du son pour les plus précis (répétabilité à  $10^{-5}$  Source Anton Paar<sup>®</sup>) mais aucun à l'heure actuelle ne permet des mesures directes sur les fluides très haute pression.

La grande précision dans la détermination de la densité est également un avantage certain de la méthode que nous proposons. En effet, le déplacement d'une frange sur la figure d'interférence, mesurée par la photodiode, est directement corrélé à la densité. Selon l'une des caractéristiques intrinsèques de notre dispositif interférométrique expérimental, la différence entre deux franges lumineuses (ou deux franges sombres) correspond à un changement de la valeur de densité  $\Delta d$  égal à  $6 \cdot 10^{-5}$ , soit deux ordres de grandeur inférieurs à l'erreur introduite par les ajustements mathématiques des courbes expérimentales (de l'ordre de  $10^{-3}$ ), et trois ordres de grandeur inférieurs aux erreurs habituellement obtenues avec les méthodes traditionnelles.

Par ailleurs, la procédure peut être surveillée et contrôlée en temps réel, apportant une plus grande souplesse dans le processus de mesure.

Enfin, le procédé que nous avons développé est de plus une méthode non intrusive qui peut être généralisée pour la mesure de la densité (ou de la pression) pour tout liquide, non photochimique, transparent à la longueur d'onde du faisceau monochromatique choisi pour effectuer les mesures. Cette méthode proposée peut donc être appliquée pour la réalisation de capteur optique permettant la détermination *in situ* de la pression et de la densité des liquides statiques ou en écoulement, dans divers secteurs tels que la pétrochimie, la chimie et autres.

## IV - CONCLUSION

L'utilisation d'un té spécial au sein d'un interféromètre de Michelson a permis de développer un dispositif simple et original d'une méthode de mesure in-situ des propriétés physiques des liquides statiques ou dynamiques sous haute pression. L'application de ce procédé a permis la détermination de l'indice de réfraction et de la densité de l'eau pure de la pression atmosphérique jusqu'à 250 MPa (2500 bar) à température ambiante. Dans ce travail, la dispersion en longueur d'onde de l'indice de réfraction de l'eau dans le domaine visible a été déterminée, toujours jusqu'à 250 MPa.

Le lien entre longueur d'onde, pression et indice est ainsi déduit par l'une des équations modifiées de Tait-Bradley-Pitzer ou de Sellmeier. Ces deux équations donnent de très bonnes résolutions entre la mesure et la théorie dans cette gamme de pression à température ambiante. A partir de l'équation modifiée de Tait reliant la densité à la pression a été établie une relation simple entre la densité et l'indice de réfraction basée sur une loi exponentielle de premier ordre. Afin de proposer une méthode globale pour le spectre visible, les coefficients de corrélation ont été donnés en fonction de la longueur d'onde.

A l'aide de l'équation de Lorentz-Lorenz et des résultats expérimentaux, nous avons déterminé la polarisabilité de l'eau à température ambiante et à une pression montant jusqu'à 250 MPa. En comparant l'ensemble de ces résultats, nous avons montré que les trois formules, de Tait-Bradley-Pitzer, Sellmeier et Lorentz-Lorenz peuvent être considérées comme des formules équivalentes pour la détermination de l'indice de réfraction de l'eau dans la plage de pression considérée. De plus, il a été démontré que seules la pression et la longueur d'onde sont nécessaires pour obtenir l'indice de réfraction avec les équations Tait-Bradley-Pitzer ou de Sellmeier avec la même précision et sans le besoin de connaître d'autres paramètres physiques tels que la polarisabilité ou la densité qui sont nécessaires dans l'équation Lorentz-Lorenz. Enfin, la méthode interférométrique associée à la configuration spécifique d'une chambre de mesures proposée dans ce chapitre peut être considérée comme transposable dans un capteur optique de pression (et/ou de densité) précis, non-intrusif et non perturbateur pour des mesures statiques ou dynamiques des fluides.

## V - BIBLIOGRAPHIE

- [1] M. Born and E. Wolf, *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light*, Cambridge University Press (1999)
- [2] K.Vedam and Pichet Limsuwan, *Piezo-optic behavior of water and carbon tetrachloride under high pressure*, Physical Review Letters, vol.35, n°15, p.1014-1016 (1975)
- [32] R.M Waxler and C.E Weir, *Effect of pressure and temperature on the refractive indices of benzene, carbon tetrachloride, and water*, Journal of Research of the National Bureau of Standards A, vol.67A, n°2, p.163-171 (1963)
- [4] A.H Harvey, J.S Gallagher and J.M.H Levelt Sengers, *Revised formulation for the refractive index of water and steam as a function of wavelength, temperature and density*, Journal of Physical and Chemical Reference Data, vol.27, n°4, p.761-774 (1998)
- [5] D.K. Lynch and W. Livingston, *Colour and light in nature*, see Table 4.3, Cambridge University Press, 1995 (1st ed.) and 2001 (2nd ed.), ISBN 0 521 77504 3
- [6] D. Segelstein : *The Complex Refractive Index of Water*, M.S.Thesis, University of Missouri--Kansas City (1981) (data can be downloaded as "Segelstein.txt" when downloading the MiePlot program)
- [7] International Association for the Properties of Water and Steam: *Release on refractive index of ordinary water substance as a function of wavelength, temperature and pressure* (1997)
- [8] W.B Floriano and M.A.C Nascimento, *Dielectric constant and density of water as a function of pressure at constant temperature*, Brazilian Journal of Physics, vol.34, n°1, p.38-41 (2004)
- [9] P.W Bridgman, *The pressure-volume-temperature relations of the liquid, and phase diagram of heavy water*, Journal of Chemical Physics, vol.3, n°10, p.597-605 (1935)
- [10] H. Eisenberg, *Equation for the refractive index of water*, Journal of Chemical Physics, vol.43, n°11, p.3887-3892 (1965)
- [11] P. Schiebener and al, *Refractive index of water and steam as function of wavelength temperature and density*, Journal of Physical and Chemical Reference Data, vol.19, n°3, p.677-717 (1990)
- [12] M. Daimon and A. Masumura, *Measurement of the refractive index of distilled water from the near-infrared region to the ultraviolet region*, Applied Optics, vol.46, n°18, p.3811-3820 (2007)

- [13] D.J Bradley and K.S Pitzer, *Thermodynamics of electrolytes. Dielectric properties of water and Debye-Hückel parameters to 350 °C and 1 kbar*, Journal of Physical Chemistry, 83, 12 (1979)
- [14] J.C Chervin, G. Syfosse and J.M Besson, *Mechanical strength of sapphire windows under pressure*, Review of Scientific Instruments, vol.65, n°8, p.2719-2725 (1994)
- [15] J.H Dymond and R. Malhotra, *The Tait equation: 100 years on*, International journal of thermophysics, vol.9, n°6, p.941-951 (1988)
- [16] G.A Neece and D.R Squire, *On the Tait and relate empirical equation of state*, The Journal of Physical Chemistry, vol.78, n°1, p.128-136 (1968)
- [17] P.G Tait, *Physics and Chemistry of the Voyage of H.M.S. Challenger*, vol.2, n°4 (1888)
- [18] J.D Tilley, *Understanding solids: the science of materials*, p.446 (2004)
- [19] *Handbook of Chemistry and Physics*, 47th ed, Chemical Rubber Publishing co., Cleveland, Ohio, F9 (1966)
- [20] *Handbook of Chemistry and Physics*, 79th ed, chap.6 (1999)
- [21] D.A. Long, *Raman Spectroscopy*, McGraw Hill Higher Education Edition, ISBN-13: 978-0070386754 (1977)
- [22] F. Croccolo et al, *Concentration dependent refractive index of a binary mixture at high pressure*, Journal of Chemical Physics, 135, 034901 (2011)
- [23] H.Looyenga, *Dielectric constants of homogeneous mixture*, Molecular Physics, 9, 501 (1965)
- [24] W.B Li et al, *Determination of the temperature and concentration dependence of the refractive index of a liquid mixture*, Journal of Chemical Physics, 101, p 5058 (1994)
- [25] M. Tanaka and al, *Recommended table for the density of water between 0°C and 40°C based on recent experimental reports*, Metrologia, vol.38, p.301-309 (2001)





## ***CHAPITRE IV***

# ***CONCEPTION DU SYSTEME HYBRIDE***



## I - INTRODUCTION

Ce chapitre présente les différentes étapes de la conception de la chambre hybride dont l'objectif est de réaliser le couplage d'un laser et d'un jet sous pression. En particulier, nous mettons en évidence dans ce chapitre deux points critiques liés à la conception de la chambre : elle doit résister aux très hautes pressions et doit permettre le couplage du faisceau laser dans le jet d'eau de découpe.

La démarche de conception s'appuie tout d'abord sur des simulations hydrodynamiques. Ces simulations ont permis de définir les formes de chambre qui minimisent les turbulences en amont de la buse ; nous avons donc utilisé le logiciel FLUENT<sup>®</sup> en partenariat avec l'Ecole Supérieure des Sciences et Technologie de l'Ingénieur de Nancy. Ensuite, il a fallu vérifier que les formes optimisées, obtenues à partir des simulations hydrodynamiques et principalement la longueur de la chambre, étaient en adéquation avec l'absorption de la lumière par le fluide. Enfin, grâce aux valeurs de l'indice de réfraction de l'eau sous pression que nous avons mesurées et présentées dans le chapitre précédent, nous avons pu concevoir les différents éléments de la chambre après nous être assurés que la position et le diamètre du col du faisceau laser ainsi que la variation de hauteur de la tâche focale ne varient pas de manière démesurée suite au changement de pression du fluide.

Différentes chambres de couplage ont été fabriquées et testées. Les essais ont fait apparaître de bons résultats de couplage. Ces tests ont également montré des propriétés fonctionnelles de la chambre qui ne peuvent être prises en compte dans les simulations, telles que la qualité du jet ou la présence de bulles d'air invasives présentant des limitations au bon fonctionnement d'un tel dispositif. Ces aspects théoriques, de simulations et expérimentaux, seront détaillés dans ce chapitre.

## II - SIMULATION HYDRODYNAMIQUE

### 1) Présentation générale de l'étude

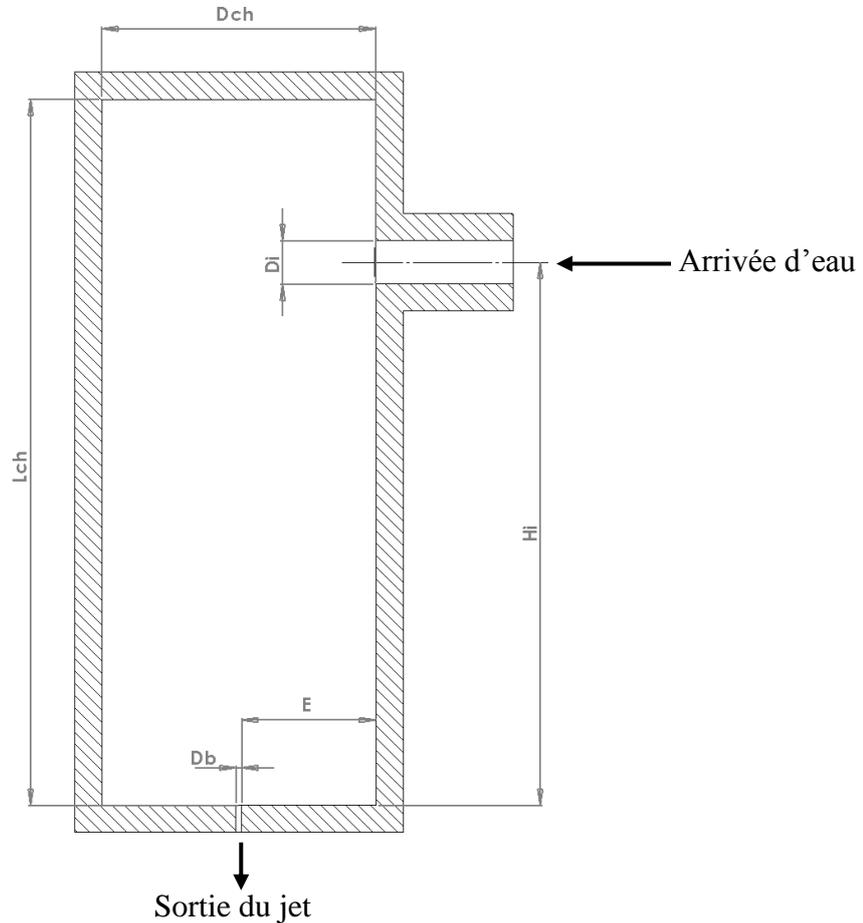
Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, un jet d'eau est une fibre optique naturelle du fait que l'indice de réfraction du jet possède un profil radial de type gaussien. Rappelons que ce profil est lié à la variation radiale également gaussienne de la pression dans le jet.

La première partie de l'étude a pour objectif la compréhension de la dynamique de l'eau sous haute pression dans le but de concevoir une chambre qui limite la turbulence du fluide. En effet, la longueur de cohérence du jet dépend fortement des turbulences en amont de la buse. Le fluide est ici caractérisé par sa très haute pression, dans une conduite à sections variables, située à l'amont de la buse de collimation. Les résultats attendus de la simulation doivent permettre de s'assurer de la bonne focalisation du laser et de la cohérence du jet en sortie de buse. En effet, plus le jet sera cohérent, plus longue sera la distance de guidage ; la densité d'énergie lumineuse sera plus grande et les performances mécaniques du jet hybride en seront augmentées.

Par ailleurs, cette étude hydrodynamique présente un caractère assez général pour les applications jet d'eau car les résultats ne sont pas cantonnés à la seule conception du jet hybride mais peuvent être exploités dans toutes les applications de découpe et de décapage par jet d'eau sous très haute pression.

Le travail théorique consiste à étudier par simulation numérique à l'aide du logiciel FLUENT® le comportement d'un écoulement sous différentes pressions pour six configurations géométriques préalablement choisies. Ces géométries ont été définies pour contrôler les éventuels effets de bord dus au désaxement de l'entrée d'eau et de la buse ainsi que l'effet sur la turbulence de la géométrie de la chambre et de ses éléments. L'analyse des caractéristiques de l'écoulement pour chaque configuration géométrique en termes de turbulence, de lignes de courant et de vitesse d'écoulement, permettra de déterminer les géométries optimales de génération d'un jet cohérent. De plus, le profil du faisceau laser risque d'être distordu du fait des turbulences c'est pourquoi nous devons privilégier la configuration présentant le minimum de turbulences.

Les différents modèles géométriques ainsi que les paramètres variables proposés pour la chambre de collimation sont présentés sur la figure 1 et le tableau 1 ci-après.



**Fig IV-1 : Schéma de la chambre pour simulations d'hydrodynamique**

Symbole	Designation	Configuration et valeurs en mm					
		A1	A2	B1	B2	C1	C2
Db	Diamètre de la buse	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
Dch	Diamètre de la chambre	50	50	20	20	20	20
Lch	Longueur de la chambre	20	20	50	50	50	50
Di	Diamètre d'arrivée d'eau	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
Hi	Excentricité d'arrivée d'eau	10	10	25	25	40	40
E	Excentricité de la buse	25	45	10	15	10	15

**Tableau IV-1 : Valeur numérique des différents paramètres**

Comme le montre le tableau 1, il y a deux types de géométrie notés A1 et A2 pour lesquels le diamètre est très grand par rapport à la hauteur.

- A1 : l'arrivée d'eau est horizontalement centrée sur la chambre et la buse est coaxiale à la chambre
- A2 : l'arrivée d'eau est horizontalement centrée sur la chambre et la buse est désaxée par rapport à la chambre

Inversement, toujours comme l'indique le tableau 1, il y a quatre types de géométrie notés B1, B2, B3 et B4 pour lesquels le diamètre est très petit par rapport à la hauteur.

- B1 : l'arrivée d'eau est horizontalement centrée sur la chambre et la buse est coaxiale à la chambre
- B2 : l'arrivée d'eau est horizontalement centrée sur la chambre et la buse est désaxée par rapport à la chambre
- C1 : l'arrivée d'eau est décentrée sur la chambre et la buse est coaxiale à la chambre
- C2 : l'arrivée d'eau est décentrée sur la chambre et la buse est désaxée

Toutes ces configurations seront visibles sur la figure 4 qui donne les résultats des simulations hydrodynamiques d'écoulement des fluides.

Afin de limiter les essais, deux des paramètres ont été fixés arbitrairement en fonction de ce qui se rencontre habituellement dans la découpe haute pression :

- Buse :  $D_b = 0,2 \text{ mm}$
- Arrivée d'eau :  $D_i = 3,2 \text{ mm}$  ce qui correspond à une arrivée 3/8''

Les pressions étudiées vont de 500 à 3000 bars par paliers de 500 bars soit 6 valeurs différentes.

## 2) Paramètres de la simulation

### a) Vitesse du fluide

Dans un fluide, la loi de vitesse de Bernoulli stipule que :

$$v = \xi \sqrt{\frac{2P}{\rho}} \quad \text{Eq. IV-1}$$

Avec  $v$  la vitesse en  $\text{m.s}^{-1}$ ,  $P$  la pression en Pa,  $\rho$  la masse volumique en  $\text{kg.m}^{-3}$  et  $\xi$  coefficient de Bernoulli égal à 0,9.

### b) Débit volumique

Le débit volumique d'un fluide dans une conduite de section S en m<sup>2</sup> vaut :

$$q_v = v.S \quad \text{Eq.IV-2}$$

Dans le cas d'une conduite circulaire de diamètre D en m, en combinant les équations 1 et 2, le débit volumique s'écrit :

$$q_v = \frac{\pi}{4} \xi D^2 \sqrt{\frac{2P}{\rho}} = \eta D^2 \sqrt{P} \quad \text{Eq.IV-3}$$

Avec le coefficient  $\eta$  exprimé en m.s<sup>-1</sup>.Pa<sup>-1/2</sup> égal à :

$$\eta = \frac{\pi}{4} \xi \sqrt{\frac{2}{\rho}} \quad \text{Eq.IV-4}$$

Pour des raisons pratiques, le débit est souvent donné en L.min<sup>-1</sup>, la pression en bar et le diamètre en mm. Dans ce cas, le coefficient  $\eta = 0,6 \text{ L. min}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot \text{bar}^{-1/2}$ .

### c) Pression dynamique et pression totale

La pression dynamique d'un fluide notée q résulte de l'énergie du fluide en mouvement. Cette pression s'ajoute à la pression statique pour donner la pression totale.

$$P_T = P_S + q = P_S + \frac{1}{2} \rho \cdot v_e^2 \quad \text{Eq.IV-5}$$

Avec  $P_T$  pression totale en Pa,  $P_S$  pression statique (= pression d'entrée) en Pa,  $\rho$  masse volumique en kg.m<sup>-3</sup>,  $v_e$  vitesse d'entrée en m.s<sup>-1</sup>.

### d) Valeurs limites des variables de la simulation

La table 2 ci-après récapitule les valeurs limites pour chaque essai.

<b>Ps</b>	<b>qv</b>	<b>Ve</b>	<b>Vs</b>	<b>q</b>
(MPa)	(m <sup>3</sup> /s)	(m/s)	(m/s)	(Pa)
50	8.94E-06	1.11	284.6	616
100	1.26E-05	1.57	402.49	1248
150	1.55E-05	1.93	492.95	1875
200	1.79E-05	2.22	569.21	2501
250	2.00E-05	2.49	636.4	3126
300	2.19E-05	2.72	697.14	3751

**Tableau IV-2 : Valeur numérique des variables pour chaque pression**

Dans l'ensemble des simulations, la pression de sortie est toujours égale à 0,1 MPa (pression atmosphérique), le diamètre d'entrée est de 3,2 mm et le diamètre de sortie est égal à 0,2 mm.

### **3) Conception de la géométrie et de la zone de calcul**

#### **a) Présentation du logiciel GAMBIT**

GAMBIT est un préprocesseur qui permet à l'utilisateur de construire la géométrie du domaine de calcul et de subdiviser ce dernier en volumes unitaires de contrôle appelés cellules de calcul.

L'ensemble de ces volumes élémentaires constitue le maillage. Le logiciel permet d'intégrer les conditions aux limites (voir tableau 2 ci-dessus) au niveau des cellules qui coïncident ou touchent la frontière du domaine de calcul. Il permet en outre, après avoir spécifié les caractéristiques du fluide, d'optimiser le type de maillage en fonction de la géométrie et de spécifier le type de matériau (fluide ou solide).

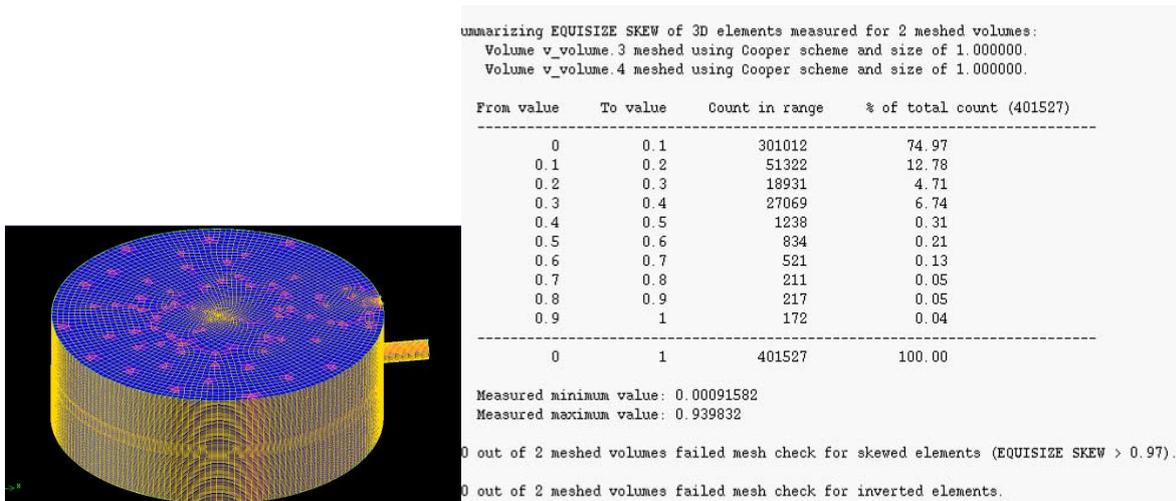
#### **b) Démarche de conception du modèle**

Dans un premier temps, les six géométries présentées dans les paragraphes précédents ont été dessinées en respectant les différentes dimensions. Pour s'affranchir des limites de calculs internes au logiciel, la buse en sortie a été modélisée par un tuyau de diamètre 0,2 mm et de longueur 1 mm.

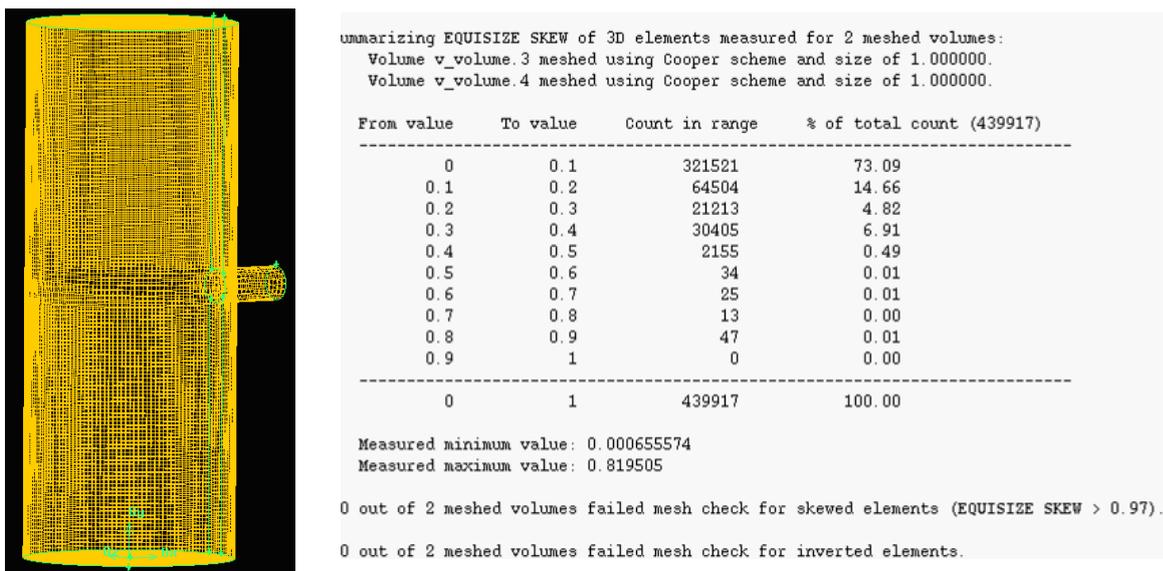
L'étape suivante est le maillage du volume pour permettre les essais de simulation grâce au logiciel FLUENT. Un des défis de cette étude est de trouver une méthode de maillage unique pour les six géométries afin que les conditions de simulations soient les mêmes pour une

comparaison « équitable » des résultats. Plusieurs essais ont été nécessaires pour réussir un maillage optimal.

Le principe de la méthode que nous avons retenue est de considérer un découpage de la chambre en plusieurs parties puis de les mailler séparément. Comme la simulation demande une bonne qualité de maillage, nous avons choisi de mailler d'abord les faces puis tout le volume en utilisant la méthode cooper dans le menu de GAMBIT. Cette méthode donne une qualité assez bonne comme le montrent les figures 2 et 3 ci-après. En effet, le tableau de droite montre que 74,97 % et 73 % des mailles ont la même taille à 0,1  $\mu\text{m}$  près.



**Fig IV-2 : Maillage et répartition des cellules unitaires de la chambre en configuration A1**



**Fig IV-3 : Maillage final et répartition des cellules unitaires de la chambre en configuration B1**

Le maillage optimal pour une parfaite simulation sous Fluent a été obtenu par itération successive de la surface des mailles jusqu'à ce que toutes tendent vers une même valeur.

### **c) Modèle final**

Les simulations étant réalisées à l'aide de la version étudiante du logiciel de simulation FLUENT, le nombre de mailles est limité à 500 000. Il a donc fallu augmenter la qualité tout en veillant à ne pas dépasser ce nombre. La qualité maximale du maillage est atteinte lorsque la différence de taille entre deux mailles voisines tend vers zéro. La figure 3 donne un exemple du maillage final pour la chambre allongée où les mailles sont visuellement homogènes.

## **4) Simulation des écoulements**

### **a) Présentation générale du logiciel FLUENT**

FLUENT est le logiciel leader dans la simulation des écoulements de fluides, des transferts thermiques et des phénomènes associés tels que les écoulements turbulents, réactifs ou bien encore multiphasiques.

Ce logiciel permet de définir numériquement les conditions opératoires (gravité, pression...) dans lesquelles est effectuée la simulation, ainsi que la spécification des conditions aux limites. Il permet de choisir le processus itératif en proposant plusieurs schémas numériques pour la discrétisation spatiale et temporelle ainsi que pour le couplage de vitesse et de pression. Pour des fluides incompressibles, les calculs se font en pression relative. La méthode utilisée est la méthode des volumes finis qui est une méthode conservatrice, c'est à dire que tout le flux sortant d'un volume de contrôle entre dans les volumes voisins. Les étapes de calcul sont les suivantes :

- Intégration des équations continues de Navier-Stokes sur chaque volume de contrôle. Le théorème d'Ostrogradski est utilisé pour transformer certaines intégrales de volume en intégrales de surface
- Discrétisation en espace et en temps (pour les écoulements non permanents) des équations : substitution des dérivées partielles par des approximations en différences finies ; transformation du système d'équations en système algébrique
- Résolution du système algébrique par un processus itératif; utilisation d'un algorithme pour corriger la pression et les composantes de la vitesse afin d'assurer la conservation de la masse

Ainsi, FLUENT permet de visualiser la géométrie et le maillage du domaine mais surtout il permet de visualiser les champs (pression, vitesse, température...) ainsi que toutes les grandeurs calculées.

### **b) Choix d'un modèle de turbulence pour notre étude**

Le logiciel dispose de différents modèles de turbulence. Dans notre cas, le modèle *k-ε realizable* a été choisi. Nous avons choisi ce modèle car il est le plus adapté dans le cas de gradient de pression élevée, d'écoulement avec forte courbure et d'écoulement tourbillonnaire. Dans ce modèle,  $k$  désigne l'énergie cinétique de turbulence et  $\varepsilon$  le taux de dissipation de l'énergie cinétique. Pour la réalisation de la chambre hybride,  $k$  doit être le plus petit possible. Ce modèle, dit « réalisable », part du principe que  $k$  et  $\varepsilon$  doivent toujours être positifs.

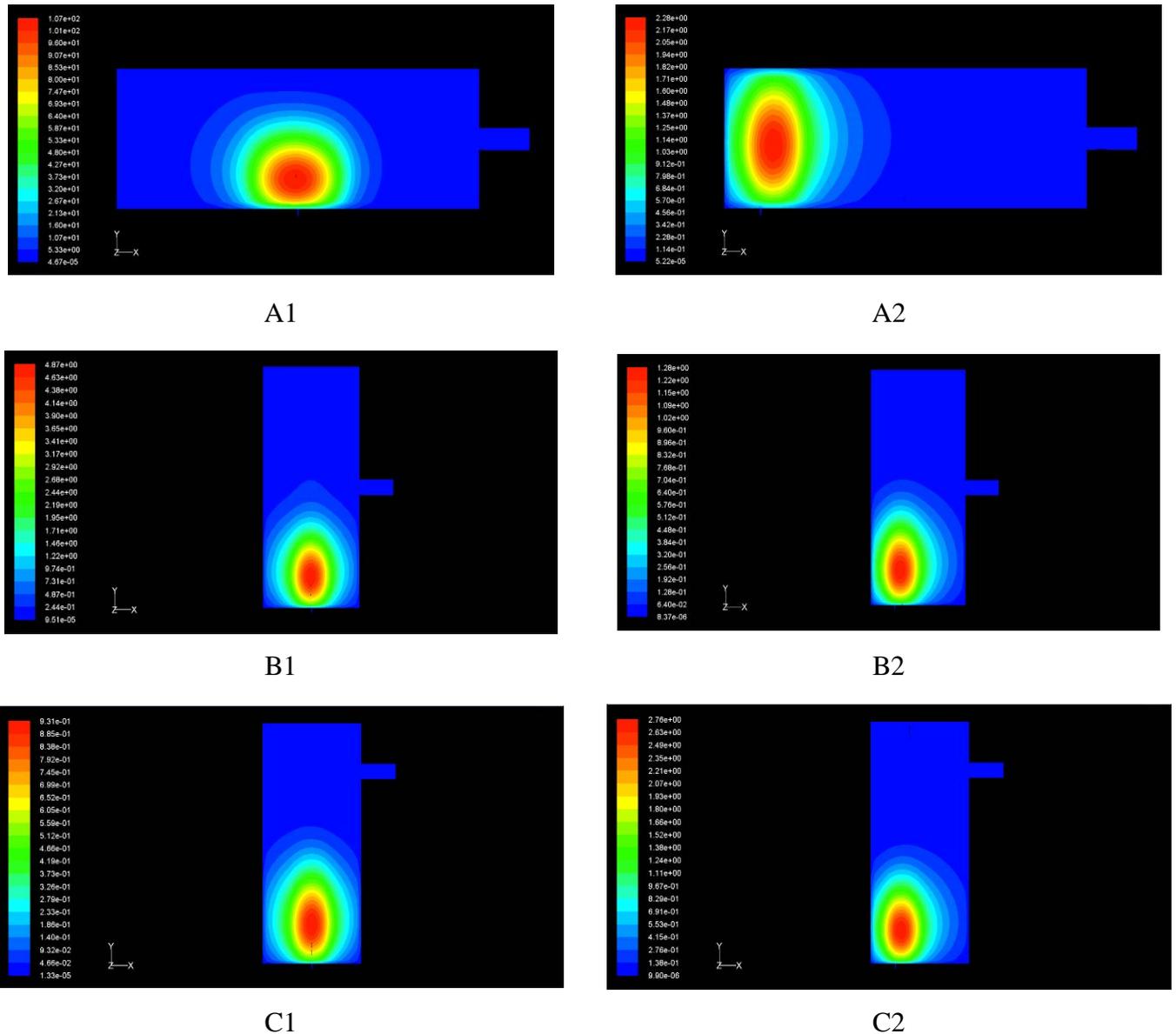
### **c) Couplage vitesse-pression**

De même que pour la turbulence, le logiciel possède plusieurs méthodes de couplage vitesse pression. La solution que nous avons choisie est la méthode SIMPLEC (Semi-Implicit Method for a Pressure Linked Equations Consistent). Celle-ci se différencie des autres du fait qu'elle utilise un facteur de relaxation de la pression qui accélère la convergence mais peut parfois conduire à des instabilités de la solution. Fort heureusement, après essais, il s'avère que notre modèle ne génère pas ces instabilités.

## **5) Résultats obtenus lors de la simulation de la chambre**

La plupart des cas ont donné de bons résultats. Seules les géométries A2 et C1 n'ont pas pu donner de résultats au-delà de 1500 bars. Ceci pourrait s'expliquer par des discontinuités dans le maillage ce qui entraînerait des discontinuités de convergence des équations pour les hautes pressions. En dépit de cela, les mêmes conditions de simulation ont été utilisées pour toutes les configurations de chambre. L'un des objectifs de ce projet de thèse étant d'étudier un jet hybride à très haute pression, nous avons retenu les géométries A1, B1, B2 et C2 pour être comparées afin de définir au mieux la géométrie optimale de la chambre.

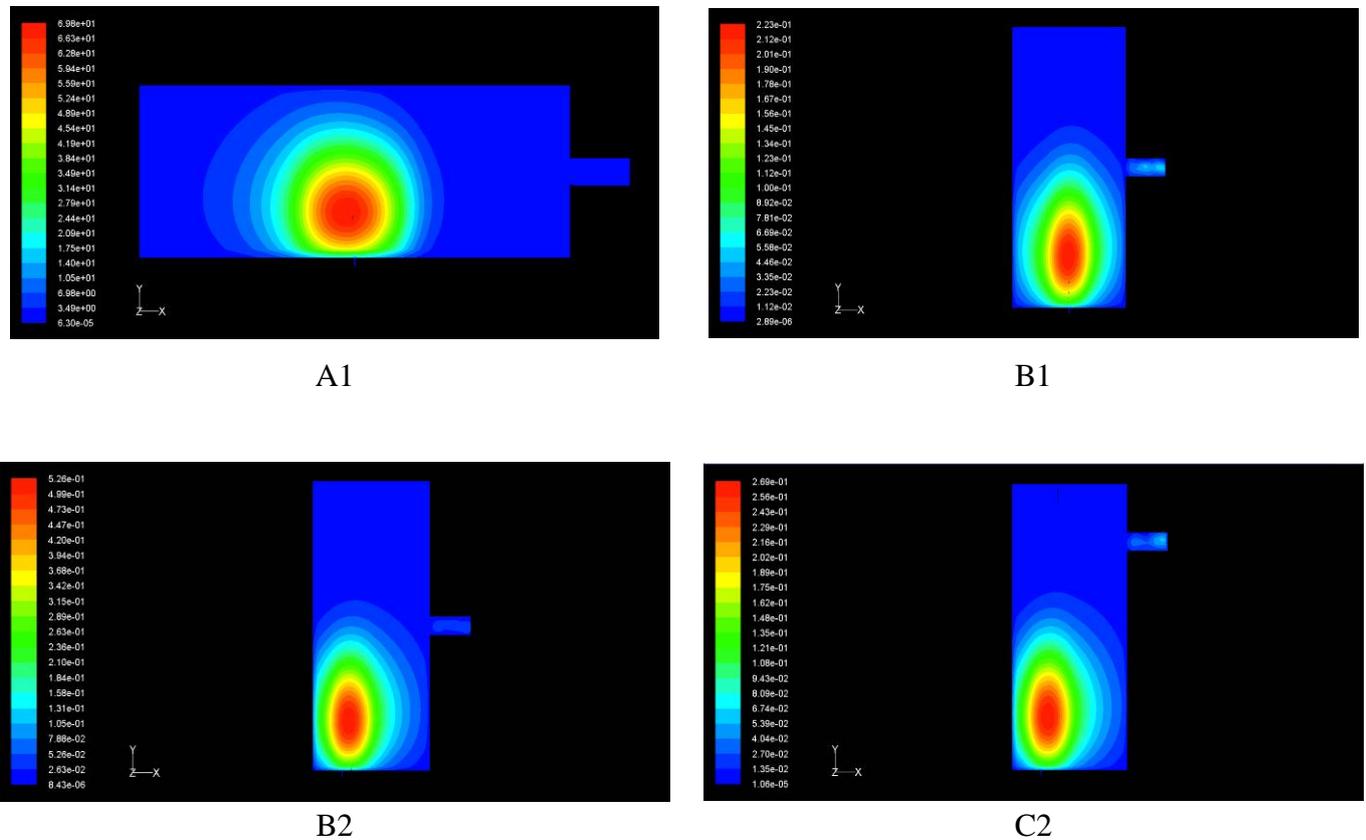
La figure 4 ci-dessous présente la turbulence k pour les six configurations à 100 MPa.



**Fig IV-4 : Résultats des simulations : évolution du paramètre de turbulence k pour les différents modèles à 100 MPa**

La configuration A1 présente de fortes turbulences dans une large zone sphérique dues au grand diamètre de la chambre. Cette même zone se retrouve en A2 avec en plus des effets de bord qui tendent à l'ovaliser. Le fait d'avoir la longueur de la chambre  $L_{ch}$  plus grande que le diamètre permet de limiter l'étendue de la zone de turbulence. Dans tous les cas, le décentrage de la sortie entraîne des effets de bord turbulents (A2, B2 et C2). Seules B1 et C1 présentent une certaine stabilité en basse pression avec une préférence pour B2 qui possède la zone de turbulence la moins étendue. Pour les valeurs de pression considérées dans notre projet de

recherche visant un couplage en haute pression, nous avons refait les simulations à 300 MPa. Les résultats sont reportés en figure 5 pour les quatre géométries qu'il a été possible de simuler sous Fluent.



**Fig IV-5 : Résultats des simulations de turbulence k pour les différents modèles à 300 MPa**

De même qu'en basse pression, les géométries à buse décentrée présentent un fort effet de bord et la forme A1 présente une grande zone de turbulence présentant une échelle cent fois plus importante que les autres configurations. De même, une arrivée d'eau décentrée entraîne un encombrement gênant pour l'installation du prototype. Seule la configuration de chambre B1 offre une turbulence acceptable pour assurer au mieux le couplage jet d'eau/laser.

## 6) Conclusion des simulations hydrodynamiques

Dans le cadre du couplage jet d'eau/laser, la turbulence du fluide dans la chambre doit être minimisée pour assurer au mieux la focalisation du laser au niveau de la buse. Les simulations préconisent une géométrie de type B1 où l'entrée et la sortie sont centrées et où la longueur de la chambre doit être bien supérieure au diamètre. Cela permet de limiter les effets de bord ainsi que le volume de la zone turbulente.

### III - ABSORPTION DE LA LUMIERE DANS L'EAU

#### 1) Aspect théorique et valeurs du coefficient d'absorption

Comme tout matériau, l'eau absorbe une partie de l'énergie électromagnétique qui la traverse. Cette absorption est exprimée par le coefficient d'absorption  $\alpha$  défini par la loi de Beer-Lambert-Bouguer [1-3] tel que :

$$I = I_0 e^{-\alpha x} \quad \text{Eq.IV-6}$$

Avec  $I_0$  et  $I$  les intensités (puissances) incidentes sur le matériau et sortantes, respectivement, exprimées en  $W$ ,  $\alpha$  le coefficient d'absorption en  $m^{-1}$  et  $x$  la distance parcourue dans ce matériau en mètre. Le coefficient d'absorption dépendant de la longueur d'onde du faisceau qui le traverse, l'intensité en sortie du matériau en dépendra également.

Dans le cas de l'eau, le coefficient d'absorption a été précisément mesuré dans une large gamme du spectre électromagnétique depuis près d'un siècle [4-9]. La figure 6 donne la courbe des valeurs du coefficient d'absorption pour des longueurs d'onde allant de l'ultraviolet profond jusqu'aux ondes millimétriques, et de ce fait, en passant par les longueurs d'onde du visible et de l'infrarouge :

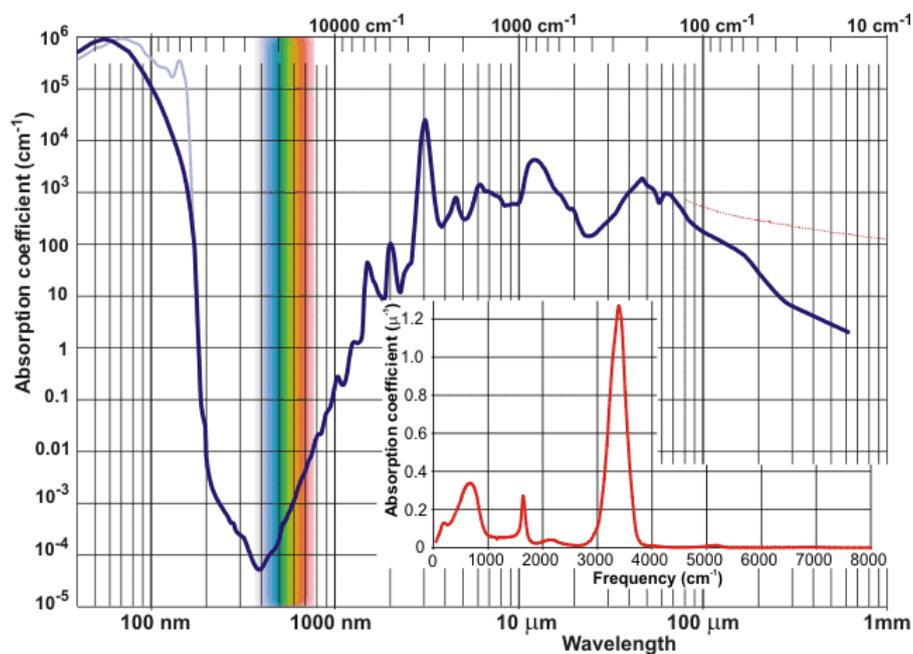
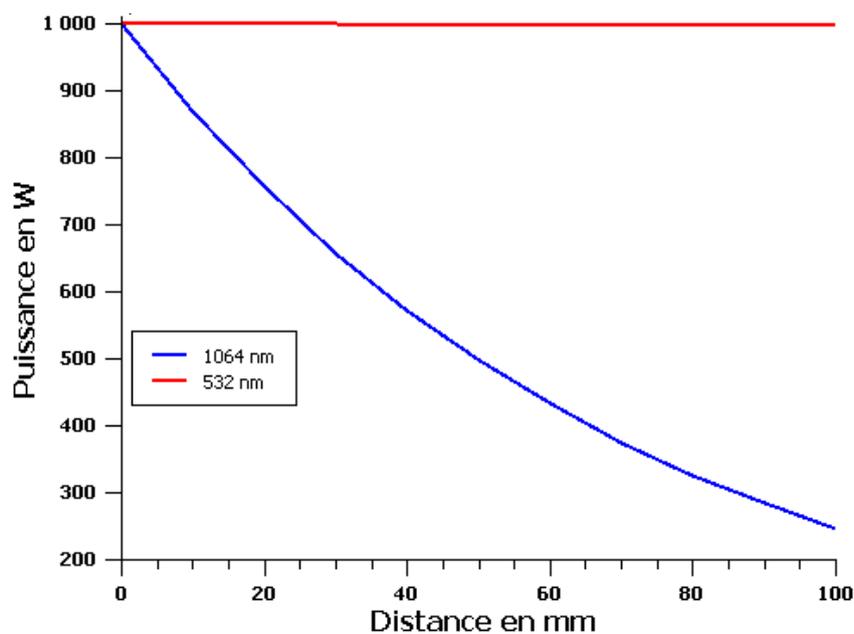


Fig IV-6 : Coefficient d'absorption de l'eau en fonction de la longueur d'onde (Source : <http://www.lsbu.ac.uk>)

Nous constatons que l'absorption atteint un minimum dans le proche UV au voisinage de 400 nm et augmente très rapidement en s'éloignant de part et d'autre de cette zone, vers les courtes longueurs d'onde comme vers l'infrarouge. Actuellement les lasers de découpe de puissance sont généralement des lasers Nd-YAG émettant à 1,06 micromètre de longueur d'onde. Avec ces lasers, l'optimum pour espérer obtenir un jet hybride de puissance en sortie de la chambre de couplage serait donc de pouvoir utiliser un laser YAG doublé en fréquence et donc d'avoir un faisceau à 532 nm.

Pour comparaison, en considérant les valeurs du coefficient d'absorption à 532 nm et à 1064 nm, soit respectivement  $\alpha_{532 \text{ nm}} = - 0.0447 \text{ m}^{-1}$  [8] et  $\alpha_{1064 \text{ nm}} = - 14,2 \text{ m}^{-1}$  [9], la puissance transmise en fonction de la distance parcourue dans le fluide est représentée dans le graphe de la figure suivante :



**Fig IV-7 : Puissance transmise en fonction de la distance parcourue dans l'eau pour une puissance initiale de 1000 W**

Contrairement au visible, l'infrarouge est rapidement absorbé par l'eau. Pour exemple, à une longueur de 70 mm, pour un faisceau ayant une puissance 1 kW à une longueur d'onde de 1064 nm, la puissance n'est plus que de  $I_0/e^1$  soit 397 W. Malheureusement il n'existe pas de laser Nd-YAG doublé possédant une énergie de plusieurs kW comme prévu dans notre étude. Les meilleurs lasers émettant dans le domaine du visible ne dépassent pas les 50 W à l'heure actuelle (information prise auprès des fabricants de laser de découpe tel que Trumf®).

Les limitations sont dues aux cristaux doubleurs qui ne résistent pas à de grandes puissances en continu. Il existe des lasers pulsés jusqu'à 300 W qui peuvent être utilisés dans les applications hybrides actuelles mais les impulsions successives ont tendance à former des ondes de turbulence dans le jet lors du passage des pulses [10].

Afin d'éviter ce phénomène et atteindre les très hautes puissances laser, il n'est d'autre choix que d'utiliser un laser Nd-YAG continu à 1064 nm et une chambre ayant une longueur minimale pour limiter l'absorption de la puissance lumineuse.

## **2) Conséquences sur la forme de la chambre**

Le problème de l'absorption d'une lumière à une longueur d'onde de 1064 nm entraîne le fait que la chambre doit avoir une hauteur la plus faible possible. En effet, comme le montre la figure 7, 20 % de la puissance est dissipée après seulement 20 mm. Cela va à l'encontre des résultats des simulations hydrodynamiques qui stipulent que la hauteur de la chambre doit être maximale pour minimiser les turbulences. Un compromis prenant en compte ces deux aspects du problème de dimensionnement de la chambre devra être trouvé dans sa conception finale et sa fabrication.

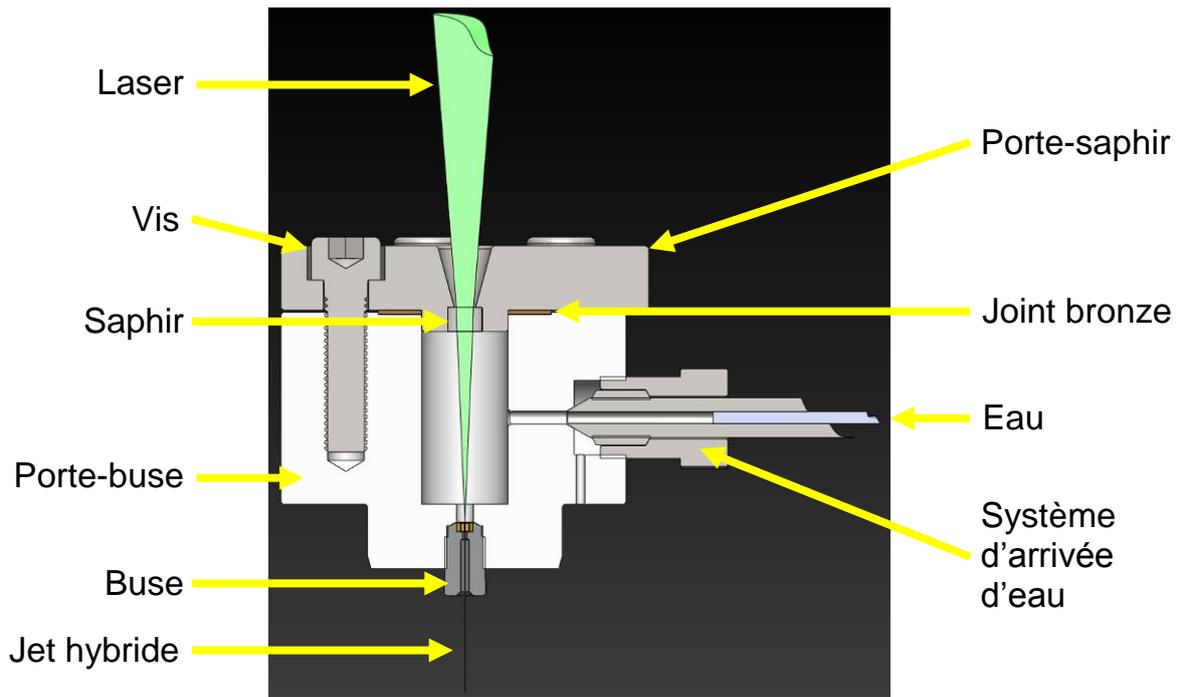
Dans un premier temps, deux formes de chambres ont donc été conçues : l'une minimisant la turbulence, l'autre minimisant l'absorption.

# **IV - CONCEPTION DU SYSTEME HYBRIDE**

## **1) Eléments constitutifs de la chambre**

Après avoir défini le comportement de l'indice de réfraction en fonction de la pression, les paramètres géométriques par des simulations hydrodynamiques et pris en compte le phénomène d'absorption, nous avons pu concevoir diverses formes de chambre de collimation.

Le principe d'assemblage de la tête hybride que nous avons conçue est donné dans la figure 8 ci-après :



**Fig IV-8 : Schéma de principe de la chambre hybride**

La chambre de collimation, présentée dans la figure 8, est constituée des éléments suivants :

- Une arrivée d'eau qui amène l'eau de la pompe jusqu'à la chambre
- Une partie supérieure de la chambre contenant le hublot permettant de laisser entrer le laser tout en résistant à la pression du fluide
- Une partie inférieure que nous appellerons porte-buse qui reçoit à la fois l'arrivée d'eau et la buse de sortie
- Un système de jointure entre le hublot et le porte-buse
- Une buse en saphir spécialement conçue pour la chambre de collimation

Différents joints d'étanchéité sont également intégrés dans la chambre ou dans son couplage avec l'alimentation.

Nous allons détailler dans les paragraphes suivants les choix technologiques de ces différents éléments constitutifs d'une chambre que nous avons effectués pour notre étude.

#### **a) Arrivée d'eau**

Pour les essais réalisés pendant ce travail de thèse, nous avons utilisé une pompe pneumatique munie de filtres qui permet de pressuriser l'eau jusqu'à 1200 bars. Ce type de pompe est préconisé dans notre étude car les multiplicateurs à air comprimé pressurisent l'eau de manière régulière, quasiment sans à-coup, contrairement aux pompes hydrauliques de forte

capacité. La pression est ainsi maîtrisée et constante dans une chambre pressurisée uniformément et le guidage du jet reste inchangé dans le temps.

L'arrivée d'eau est composée d'un tuyau 1/4'' qui amène le fluide de la pompe jusqu'à une vanne de sécurité. De là, un raccord droit 1/4''- 1/4'' permettant de limiter les turbulences guide le fluide jusqu'à l'intérieur de la chambre, perpendiculairement à celle-ci. Afin de limiter les coûts, ces pièces sont choisies dans les catalogues standards de pièces haute pression. L'arrivée d'eau est centrée sur la hauteur de la chambre respectant en cela les résultats obtenus lors de la phase de simulations hydrodynamiques.

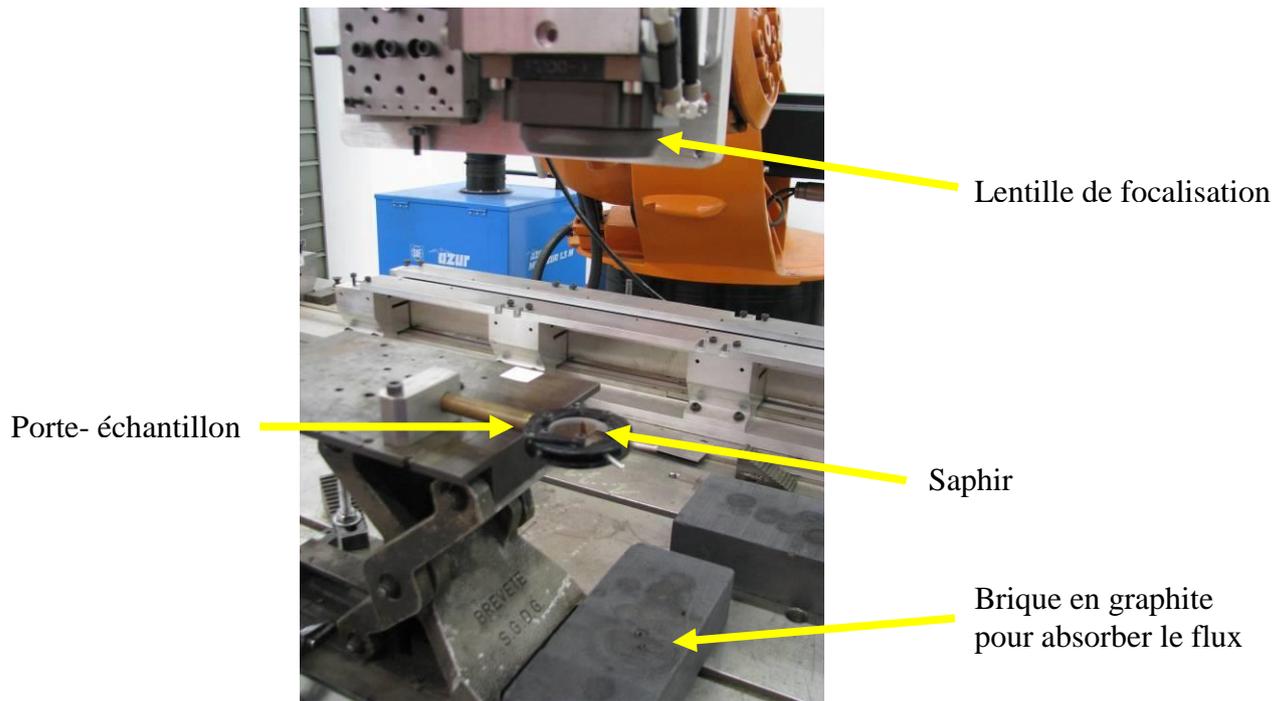
### b) Hublot

Le hublot est en saphir, comme pour les mesures d'indice présentées précédemment dans le chapitre III, et est fabriqué par la méthode de Verneuil. Les propriétés de ce saphir sont données dans le tableau ci-dessous.

Propriété	Valeur
Domaine de transmission	0,17 à 5,5 $\mu\text{m}$
Indice de réfraction	1,75449 [11]
Coefficient d'absorption à 1064 nm	$0.3 \times 10^{-3} \text{ cm}^{-1}$ [12]
Point de fusion	2040°C
Dureté Knoop	1800 // c et 2200 $\perp$ c
Module de Young	335 Gpa
Limite élastique	300 MPa

**Tableau IV-3 : Propriétés optiques et physiques du saphir**

Le saphir est ensuite usiné aux dimensions requises à l'aide d'outils diamant puis poli par substrat de diamant en suspension. Il est traité antireflet pour éviter une réflexion parasite réinjectant une partie de la puissance laser dans la fibre optique du laser ce qui pourrait entraîner un endommagement de celle-ci, voire du laser lui-même. Le saphir est serti-collé dans le chambrage prévu à cet effet. Les saphirs ont été testés pour vérifier leur tenue au flux à 1064 nm à l'aide du montage présenté sur la figure 9.



**Fig IV-9 : Banc d'essai pour la tenue au flux des saphirs**

Lors de ces tests, les saphirs sont soumis à des faisceaux continus de 200 à 10000 W pour des durées d'expositions variant de 5 secondes à 10 minutes. Aucun impact n'a été détecté sur les saphirs ce qui valide leur utilisation comme fenêtre optique pour la chambre de couplage. Bien que les saphirs résistent mécaniquement à de très fortes pressions de compression, ils sont extrêmement fragiles en présence d'une pression radiale. Cet aspect limite l'utilisation d'une jonction étanche cône-cône au niveau du saphir, jonction qui est pourtant la plus sûre dans l'utilisation des fluides sous haute pression. La chambre étant scindée en deux, sa conception nécessite de créer une jointure. Comme nous venons de le mentionner, le saphir ne permettant pas l'utilisation d'une jonction conique, le plus simple est alors d'utiliser un joint plat en bronze. Le serrage du joint se fait à l'aide de vis passant à travers la partie supérieure de la chambre et venant se visser sur la partie inférieure. L'effort de serrage écrase le joint qui se déforme et assure ainsi l'étanchéité.

### **c) Buse et porte-buse**

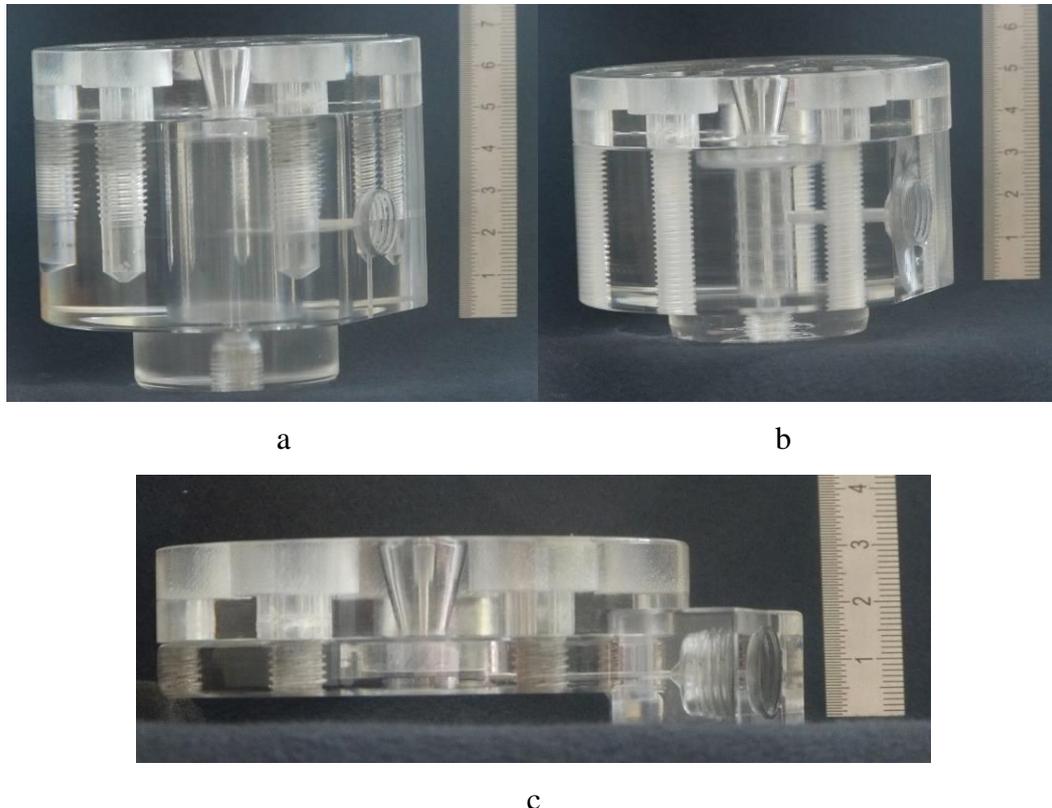
La partie inférieure de la chambre, appelée porte-buse, contient la jonction d'arrivée d'eau et la buse de sortie. Le porte-buse doit être dimensionné de manière optimale car ce sont ses dimensions qui définiront la longueur du trajet optique dans l'eau pour aller du saphir à la buse. Cette pièce constitue la majeure partie de la chambre de couplage avant que le fluide ne

forme le jet. De la forme du porte-buse dépend la qualité des lignes de courant en amont de la buse. Classiquement, dans les têtes de découpe jet d'eau, le diamètre de buse varie de 0,15 à 0,25 mm. Dans cette technologie de découpe jet d'eau, deux types d'assemblages de la buse sur la tête sont possibles :

- Buse démontable contenant un saphir percé comme sur la figure 8 où il est serti sur une vis. Cela permet un changement rapide de buse mais crée une perte de puissance à cause de l'absorption due au trajet entre la chambre et la sortie de la buse.
- Saphir serti directement à l'intérieur du porte-buse dans un chambrage prévu à cet effet. Cela minimise l'absorption mais rend plus complexe le changement d'outil pour passer d'un diamètre de jet à un autre.

Nous avons considéré ces différentes options technologiques, diamètre et type de montage, dans notre étude pour la buse et son porte buse associés à notre chambre de couplage.

Au final, trois chambres différentes ont été fabriquées présentant des hauteurs  $L_{ch}$  différentes. Ces diverses configurations sont visibles sur la figure 10a, b et c. Ces chambres ont d'abord été fabriquées en PMMA afin d'avoir un aperçu de l'encombrement du système avant d'être usinées en acier 316S.



**Fig IV-10 : Vue de 3 formes de chambres testées avec a)  $L_{ch}=40\text{mm}$ , b)  $L_{ch}=30\text{mm}$  et c)  $L_{ch}=3\text{mm}$**

Les chambres a et b sont équipées d'une buse démontable de telle sorte que la distance entre l'interface saphir/eau et la sortie à l'air libre du jet hybride soit respectivement de 55 et 45 mm. Cette distance est ramenée à 4,5 mm dans la chambre c car elle possède une buse directement sertie.

## 2) Distance de focalisation et diamètre du faisceau

L'un des points critiques de la réussite du couplage est le passage du laser dans la buse de sortie. Il s'agit de faire rentrer le faisceau dans le jet d'eau qui assurera le guidage. La coïncidence spatiale, longitudinalement et radialement, de l'un par rapport à l'autre est primordiale pour garantir la qualité du guidage. Deux éléments optogéométriques du faisceau doivent être considérés, à savoir la longueur et le diamètre de la focalisation du faisceau.

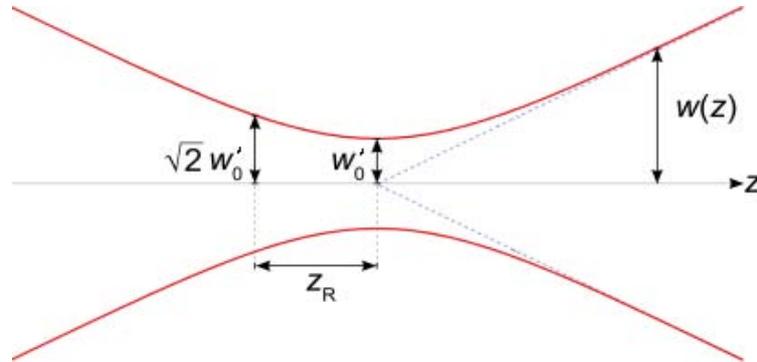
Pour une hauteur de chambre donnée, la lentille doit être réglée de telle sorte que son point focal coïncide avec l'entrée de la buse. Le calcul de la longueur de focalisation doit tenir compte des valeurs des indices de réfraction du saphir et de l'eau (comme nous l'avons étudié et présenté dans le chapitre précédent) permettant de tenir compte de la déviation subie par le faisceau traversant le saphir puis l'eau.

En considérant la longueur d'onde  $\lambda_0$  dans le vide, la longueur d'onde effective  $\lambda$  traversant un matériau d'indice  $n$  est égale à :

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{n} \quad \text{Eq.IV-7}$$

Un point primordial est le fait que le faisceau passe à travers le trou percé dans la buse de sortie. Pour sélectionner la gamme de buse adéquate, il faut au préalable calculer les caractéristiques du diamètre du faisceau au point focal (égal donc à deux fois le rayon communément appelé, en optique, le « waist » en ce point).

La figure 11 représente le profil longitudinal d'un faisceau gaussien avec les grandeurs caractéristiques.



**Fig IV-11 : Schéma du waist d'un faisceau gaussien**

Connaissant la longueur d'onde effective  $\lambda$  dans le milieu, la distance focale  $f$  de la lentille et  $W_0$  le rayon du faisceau entrant dans la lentille, il est possible de calculer le rayon minimum  $W_0'$  du waist tel que [13] :

$$W_0' = \frac{\lambda f M^2}{\pi W_0} \quad \text{Eq.IV-8}$$

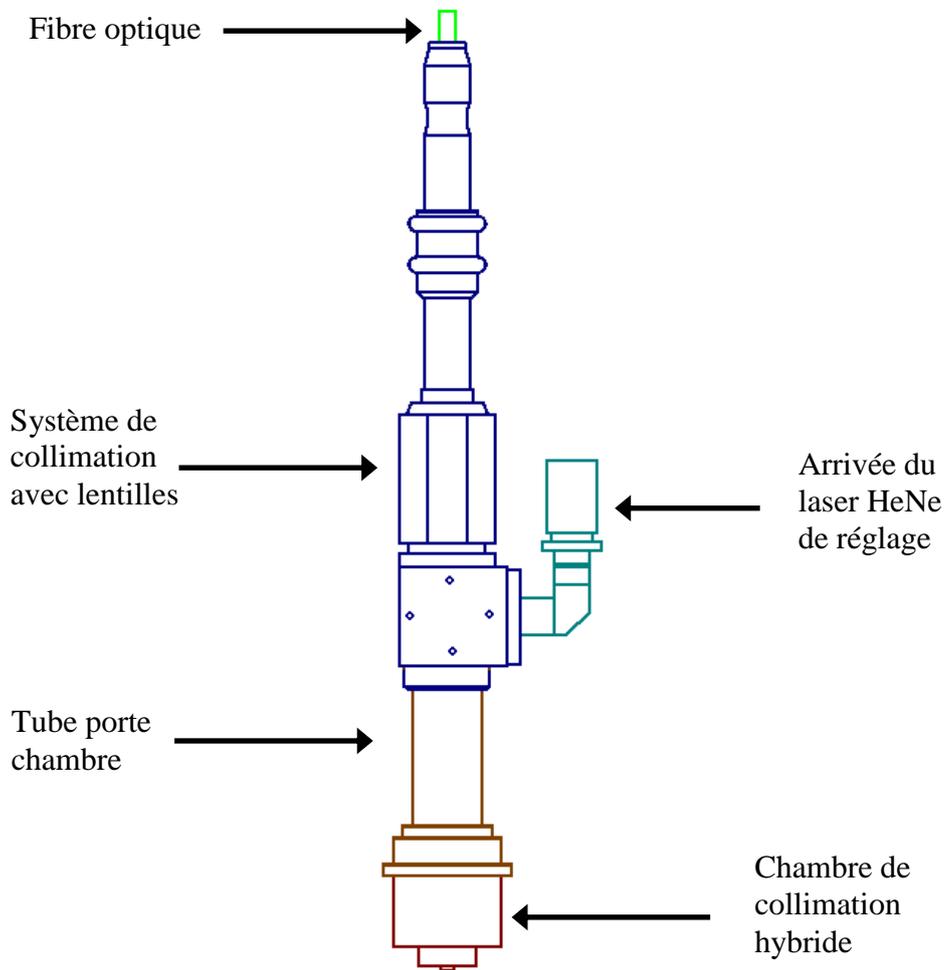
$M^2$  est le coefficient de propagation du faisceau (également appelé coefficient de qualité) fourni par le fabricant. Il prend en compte le fait que le faisceau n'est pas forcément un gaussien pur, les aberrations du laser et des lentilles... Le waist du faisceau est également défini par sa longueur (ou distance) de Rayleigh notée  $z_R$ . Il s'agit de la distance pour laquelle le faisceau a un diamètre inférieur à  $2\sqrt{2}W_0'$ . La distance confocale  $b$  est définie comme égale à  $2z_R$ .

$$b = 2z_R = \frac{2\pi W_0'^2}{\lambda M^2} \quad \text{Eq.IV-9}$$

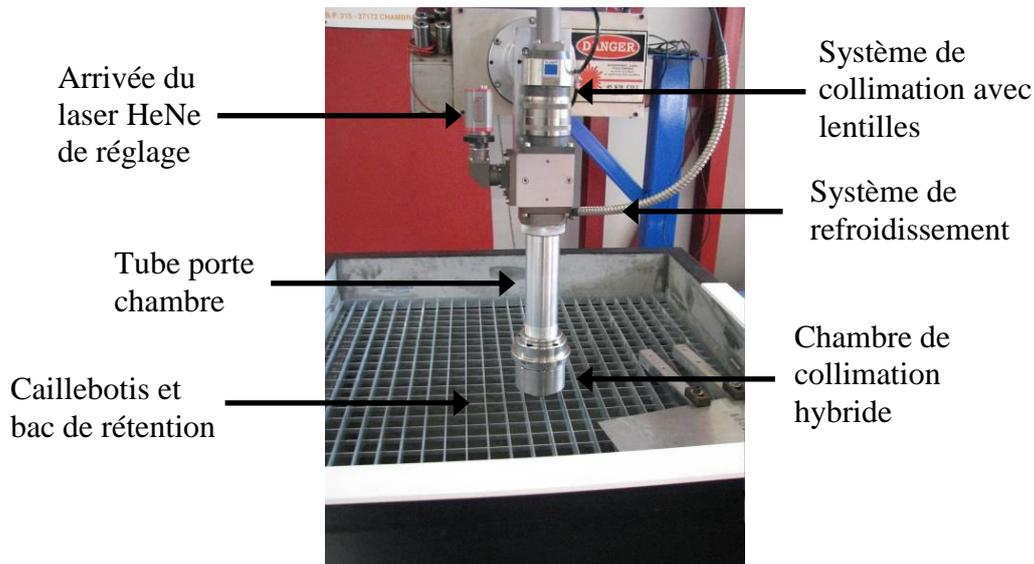
Cette longueur permet de calculer la marge d'erreur dont nous disposons suivant l'axe  $z$  pour garantir le passage du laser au travers de la buse. Pour le réglage de la lentille, plus le waist est long et fin, plus ample est l'intervalle de mouvement possible.

### 3) Descriptions de la solution retenue pour les essais

Le banc complet est constitué d'un laser, d'un système de collimation, d'une pompe THP, d'une chambre hybride et d'un bac de récupération des effluents. Le schéma de principe de la fixation de la chambre sur le système optique est donné sur la figure 12 et la vue générale de la station d'essai assemblée est donnée sur la figure 13.



**Fig IV-12 : Schéma de l'outil hybride**



**Fig IV-13 : Station d'essai**

L'échantillon est maintenu fixé au-dessus du caillebotis à l'aide d'une platine spécialement conçue. La tête de découpe permet des déplacements linéaires suivant les axes x et y ainsi que des rotations autour de ces mêmes axes.

La station dédiée aux essais est équipée d'un laser TRUMPF HL 1001.5D. Il s'agit d'un laser continu Yb:YAG à disques pompés par diodes laser émettant un faisceau à une longueur d'onde de 1030 nm d'une puissance minimum de 50 W et maximum de 1000 W. Le faisceau est transporté par une fibre monomode possédant un coefficient de propagation de 0,05 et un diamètre de cœur de 150  $\mu\text{m}$ . Nous avons étudié différentes longueurs de collimation entre les lentilles d'entrée et la sortie de la chambre de couplage. La lentille de focalisation de la tête a une longueur focale de 200 mm, qu'il est possible de remplacer par des lentilles ayant une focale de 100 ou 150 mm afin de faire varier la distance de travail et la taille du col du faisceau au point focal (le waist).

Le tableau 4 ci-après récapitule les valeurs caractéristiques, que nous avons calculées, du waist créé par ce laser dans l'air et dans l'eau.

	Focale en mm	Diamètre $2W_0$ en mm	Coefficient de propagation $M^2$	Diamètre de la tâche focale en mm	Distance confocale en mm	Divergence en °
<b>Dans l'air</b>	100	31,443	24,9	0,10	0,82	0,36
	150	32,061	22,3	0,14	1,43	0,27
	200	26,13	20	0,20	3,07	0,19
<b>Dans l'eau</b>	100	31,443	24,9	0,08	1,09	0,27
	150	34,804	22,3	0,09	1,61	0,22
	200	26,13	20	0,15	4,09	0,14

**Tableau IV-4 : Caractéristiques du waist à 200W**

L'indice de réfraction de l'eau entraîne une focalisation plus importante du faisceau dans l'eau. Cela permet de diminuer le diamètre de la buse et, par là même, d'augmenter la qualité et la longueur de cohérence du jet.

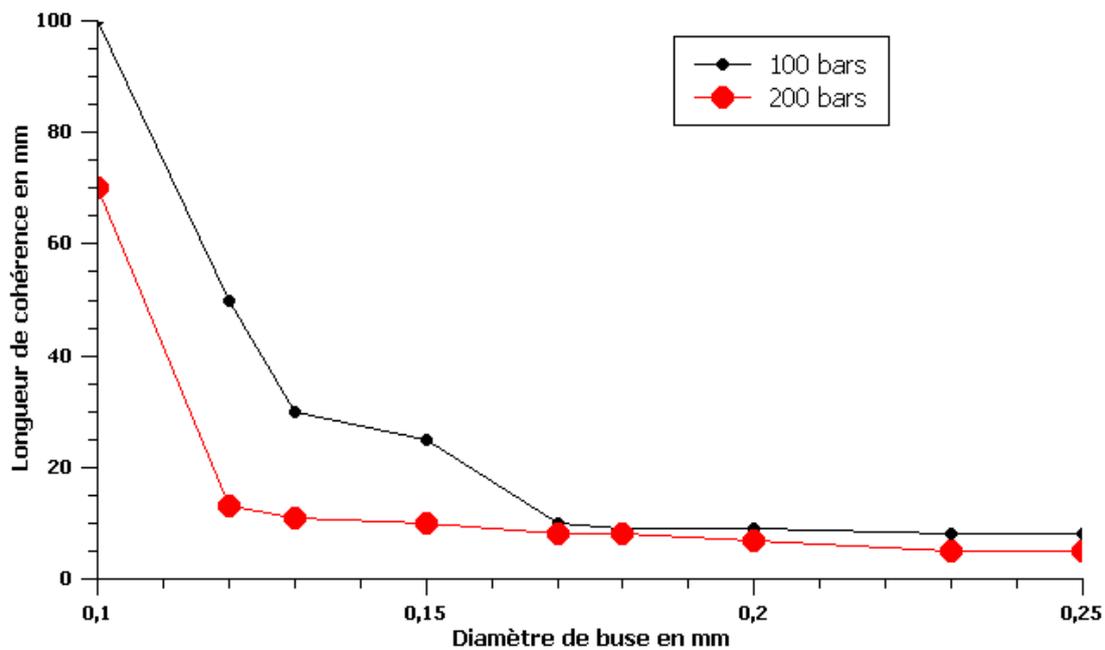
#### 4) Qualité du couplage

Les essais de couplage ont été réalisés avec la focale de 200 mm ce qui implique l'utilisation de buses de gros diamètre  $> 0,2$  mm, comme indiqué dans le tableau 4 ci-dessus.

Il a été impossible de réussir le couplage avec une chambre haute (30 ou 40 mm) à cause de l'absorption et des multiples déformations dues aux turbulences affectant directement la section du faisceau. Néanmoins, ce type de chambre possède une bonne qualité d'écoulement avec une zone laminaire variant de 20 à 30 mm à 500 bars ce qui confirme les simulations d'hydrodynamisme.

Le couplage et la découpe d'acier d'épaisseur 1 mm ont été réussis avec la chambre plate dans laquelle la hauteur d'eau n'excède pas 4 mm. En tenant compte de l'absorption, une énergie de 450 W est transmise sur le point de découpe. L'inconvénient majeur de cette configuration est la qualité dégradée du jet en sortie puisque la zone de cohérence n'atteint que 2-3 mm à 100 bars. A nouveau, ces résultats confirment nos résultats de simulations hydrodynamiques et d'absorption.

Suite à cette campagne d'essais, la chambre haute a été définitivement abandonnée. Des mesures de qualité de jet en fonction de la buse et de la pression ont été entreprises sur la chambre plate (figure 14).



**Fig IV-14 : Longueur de cohérence du jet en fonction du diamètre de buse sur la chambre plate**

Nous pouvons constater d'après ces résultats que pour augmenter la qualité du couplage, il faut diminuer le diamètre de buse. D'après le tableau 4 précédent, le seul moyen d'obtenir un laser ayant un diamètre inférieur à 0,1 mm est d'utiliser une lentille de focale plus courte, par exemple de 100 mm. Avec la chambre plate, le dimensionnement du système hybride permet d'utiliser une telle distance focale par l'ajustement du tube porte chambre. Ce système n'a pas encore pu être testé au moment de la rédaction de ce manuscrit mais devrait être opérationnel prochainement.

## 5) Contraintes expérimentales additionnelles

### a) Bulles d'air

Lors des essais, nous avons constaté la présence de bulles d'air en mouvement, à priori aléatoire, dans la chambre ayant pour effet immédiat la déviation du faisceau laser dans la chambre. Ce phénomène est à l'origine d'une part, d'un mauvais couplage temporaire du faisceau dans le jet interrompant la découpe et, d'autre part, de l'endommagement de la partie interne de la chambre lorsque le laser est dévié sur celle-ci. Ces bulles avaient de plus tendance à se loger dans les coins où la vitesse du fluide est la plus basse voire nulle (cf. les simulations hydrodynamiques) et finalement à n'en plus partir. Le risque majeur est qu'une

bulle vienne glisser sur la surface du saphir ce qui, en croisant le faisceau, risque une destruction de celui-ci.

Pour remédier à ce problème, une nouvelle forme de chambre a été conçue en forme de tore de 4 mm de hauteur dans laquelle nous avons supprimé tous les angles vifs. Ainsi, les bulles ne peuvent plus rester fixes et devraient être attirées d'elles-mêmes vers la buse de sortie en même temps que le fluide. Le revers de cette solution est la possibilité de créer un vortex dans la chambre. Des essais sont prévus dès lors que la chambre montée avec la focale de 100 mm aura été installée.

### **b) Reflets sur les tôles**

Il est arrivé également lors de différents essais, qu'il y ait un retour de type impulsif du faisceau vers la chambre. La modélisation de ce phénomène est prévue comme perspectives à ce travail. Néanmoins, nous avons établi plusieurs hypothèses pour expliquer l'origine de ce phénomène. Ce phénomène pourrait venir directement d'une réflexion sur la surface du matériau. Ayant constaté que ce phénomène n'existe que lors de la découpe hybride mais pas lors de la découpe laser seul du matériau, nous avons émis d'autres hypothèses qu'il s'agira de confirmer. Ce phénomène pourrait provenir de micro-vibrations de la tôle résultant de l'action du jet malgré une fixation performante des échantillons par brides sur le caillebotis. Ce phénomène pourrait également provenir des réflexions sur des micro-vagues provoquées par l'évacuation de l'eau sur la tôle ou par l'eau sublimée par l'action du laser. Ce phénomène reste donc à l'heure actuelle à modéliser.

## **V - CONCLUSION**

Les simulations d'hydrodynamisme réalisées à l'aide du logiciel Fluent montrent que la géométrie limitant les perturbations et augmentant par là même la qualité du jet est celle présentant une hauteur très grande par rapport au diamètre. A l'opposé, les calculs théoriques d'absorption stipulent que la géométrie doit présenter une hauteur la plus faible possible pour assurer le passage du faisceau laser de puissance avec le minimum d'absorption. Deux possibilités optogéométriques de chambre, chambre longue et chambre courte, ont été testées et les résultats plaident en faveur de la seconde solution. En effet, bien que les essais confirment nos résultats de simulations hydrodynamiques, il a été impossible d'obtenir en

sortie de la chambre de couplage la puissance optique nécessaire à la découpe lorsque la colonne d'eau au-dessus de la buse dépasse une épaisseur de 5 mm.

Grâce à ce système, des percages et des découpes ont pu être réalisés sur des tôles en acier en utilisant un jet hybride possédant une haute énergie optique de 500 W et une basse pression hydraulique de 20 bars. Comme nous l'analysons dans le chapitre suivant, nos résultats expérimentaux apportent une première réponse à la problématique initiale posée pour ce travail de thèse.

Nous avons pu établir que pour atteindre des hautes pressions et pouvoir faire de longues campagnes d'essais, voire de découpe, il faut diminuer au maximum le diamètre des buses et donc, changer la lentille de collimation par une lentille ayant une focale plus courte. Enfin, pour éliminer les bulles d'air qui se logent dans les angles de la chambre car le fluide y est stagnant, il faut une chambre de couplage sans angles intérieurs vifs. Une nouvelle chambre est en cours de fabrication actuellement. Néanmoins, sachant que cette phase de fabrication demande plusieurs mois, nous avons décidé de mettre à profit ce temps pour le consacrer à l'étude des réactions chimiques et transformations de phases dans l'acier et le titane à l'interface de l'interaction laser/eau/matière. Lors des premiers essais hybrides, nous avons remarqué une zone oxydée en bord de coupe. Le chapitre suivant sera consacré à ces surprenants résultats obtenus avec un laser et un jet d'eau non couplés mais focalisés au même point à la surface de la tôle.

## VI - BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. Bouguer, *Essai d'Optique sur la Gradation de la Lumière*, Claude Jombert, Paris, 1729
- [2] J.H. Lambert, *Photometria, sive de mensura et gradibus luminis, colorum et umbrae*, Sumptibus Viduae Eberhardi Klett, (1760)
- [3] A. Beer, *Bestimmung der Absorption des rothen Lichts in farbigen Flüssigkeiten*, Annalen der Physik und Chemie, Vol. 86, p. 78-88 (1852)
- [4] J.R. Collins, *The effect of certain dissolved substance on the infrared absorption of water*, Physical Review, Vol.20, p.486-498 (1922)
- [5] M.R. Query, P.G. Cary et R.C. Waring, *Split-pulse laser method for measuring attenuation coefficient of transparent liquids: application to deionized filtered water in the visible region*. Applied Optics, Vol.17, p.3587-3592 (1978)

- [6] M.R. Querry, D.M. Wieliczka et D.J. Segelstein, *Handbook of optical constants of solids*. Palik, E.D. (ed.), Academic Press, New York, pp. 1059-1077 (1991)
- [7] J.E. Bertie et Z.D. Lan, *The intensity of the OH stretching band of liquid water revisited, and the best current values of the optical constants of H<sub>2</sub>O(l) at 25°C between 15,000 and 1 cm<sup>-1</sup>*, Applied Spectroscopy, Vol.50, p.1047-1057 (1996)
- [8] R.M. Pope et E.S. Fry, *Absorption spectrum (380–700 nm) of pure water. II. Integrating cavity measurements*, Applied Optics, Vol. 36, No. 33, p.8710-8723 (1997)
- [9] E.J.G. Peterman, F. Gittes et C.F. Schmidt, *Laser-Induced Heating in Optical Traps*, Biophysical Journal, Vol.84, p.1308–1316 (2003)
- [10] P. Couty et al, *Laser-induced break-up of water jet waveguide*, Experiments in Fluids, Vol. 36, p.919-927 (2004)
- [11] E.D. Palik, *Handbook of optical constants of solids*, Academic PR Edition (1997)
- [12] J.A. Harrington et al, *Infrared absorption in chemical laser window materials*, Applied Optics, Vol.15, p.1953-1959 (1976)
- [13] B.E.A Saleh et M.C. Teich, *Fundamentals of photonics*, J.W. Goodman Editor (2007)



## ***CHAPITRE V***

# ***EFFETS D'UN JET D'EAU ET D'UN LASER FOCALISES A LA SURFACE D'UN MATERIAU***



## **I - INTRODUCTION**

### **1) Interaction eau/laser/matériau**

La description et la compréhension des interactions entre fluide, lumière et matière à leur point d'interaction aident à comprendre les transformations et modifications de surface liées à ces phénomènes.

Depuis une quinzaine d'années, plusieurs auteurs se proposent d'étudier ces interactions à l'aide de divers procédés. Toutes ces expériences peuvent être classées en trois groupes principaux. Le premier comprend toutes les expériences dans lesquelles l'échantillon est complètement immergé avec un laser qui frappe la surface du matériau [1-3]. La seconde comprend des configurations où l'échantillon est immergé dans une atmosphère gazeuse avec un laser frappant la surface du matériau tandis que le jet d'eau ou de vapeur est envoyé à proximité de la zone dans le but de la refroidir ou d'interagir chimiquement [4-5]. Le dernier groupe est formé par les interactions exotiques telles que les fibres optiques hybrides, les cascades sur la surface du matériau, des mélanges liquide/air [6-9] ...Toutes ces expériences ont été répertoriées et explicitées par Kruusing [10-11]. La plupart de ces recherches visent à étudier les phénomènes physiques associés à ces interactions telles que l'apparition de fissures, la formation de bulles de vapeur, l'activation de surface, la formation de colloïdes...Pour ces raisons, les matériaux étudiés sont principalement des polymères ou des céramiques. Peu d'études concernent la coupe de métaux et, parmi elles, à notre connaissance, aucune ne traite des transformations de phase et des formations d'oxydes en surface lors d'un couplage jet d'eau/laser.

### **2) De l'intérêt d'étudier les transformations du matériau**

Nous proposons d'étudier ici, pour la première fois, les réactions d'oxydation et les transformations structurelles que subissent des matériaux métalliques lors de la découpe à l'aide d'un jet d'eau et d'un laser convergent à la surface des échantillons. Nous avons choisi pour ces études, deux types de matériaux considérés comme des matériaux de référence que sont l'acier inoxydable et l'alliage de titane TA6V. Ces derniers, sous forme de tôles laminées, seront décrits plus en détail plus loin dans ce chapitre.

La zone d'interaction sur laquelle porte notre étude est constituée de la zone du matériau sur laquelle arrivent une énergie lumineuse et un composé fluide : l'eau. Cette zone est

thermodynamiquement réactive et est très difficile à modéliser. Le métal étant chauffé par le laser, il transfère subséquemment une partie de cette énergie thermique aux molécules d'eau. L'agitation thermique régnant alors dans la zone permet à l'eau de réagir chimiquement avec le métal pour former des composés (notamment des oxydes) que nous décrirons.

Ces transformations changent les propriétés surfaciques du bord de coupe, c'est pourquoi il est nécessaire de les caractériser. De même, la structure interne du matériau, au voisinage du bord de coupe, peut être modifiée par des transformations de phase qu'il est bon de définir afin de maîtriser le processus de coupe et de garantir de bonnes propriétés d'usage du matériau.

En parallèle de la conception de la chambre hybride présentée dans le chapitre 4, nous nous proposons de mettre en œuvre une autre technique qui s'en rapproche par ses effets. On y retrouve la même conformation jet d'eau/lumière/matière à ceci près que l'eau et le laser sont envoyés en un même point à la surface de l'échantillon.

C'est pour ces raisons que nous avons étudié dans les matériaux découpés par jet hybride les effets de la température. De même l'influence de la position du jet d'eau relative au faisceau laser qui est toujours fixé perpendiculairement à la surface à découper a été explorée. Nos caractérisations n'ont pas porté uniquement sur l'analyse des matériaux découpés mais également sur la morphologie et la composition des résidus de coupe.

L'ensemble de ces réactions et transformations seront caractérisées sur les deux matériaux étudiés, par diverses techniques décrites en annexe telles que la Diffraction des Rayons X (XRD), la Spectroscopie Raman (RS), la Microscopie Optique (OM) et la Microscopie Electronique à Balayage (SEM) couplée à de l'analyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) et à de l'analyse d'orientation cristallographique (EBSD).

## **II - DESCRIPTION DU BANC D'ESSAI**

Dans cette expérience, l'échantillon, sous forme d'une tôle, est fixé sur une table motorisée. Cette dernière autorise des mouvements suivant les axes x et y. Le jet d'eau et la source laser sont fixés à un système de collimation/focalisation qui peut se déplacer perpendiculairement au plan de l'échantillon (le long de l'axe z). La source de lumière est un laser Yb: YAG à disque avec une longueur d'onde de 1030nm émettant un faisceau continu. La lentille d'une distance focale de 150 mm permet la focalisation du faisceau laser avec un diamètre minimal de 0,113 mm. L'eau, quant à elle, provient d'un adoucisseur avant d'être envoyée à 7 bars à

travers une buse en saphir de 0,25 mm de diamètre à l'aide d'une pompe pneumatique. Le piston de cette pompe a l'avantage de battre régulièrement afin d'éviter les à-coups du jet et de stabiliser la pression de sortie. Toutes les pièces sont normalisées et utilisées dans la technologie classique de découpe au jet d'eau (figure 1 et 2).

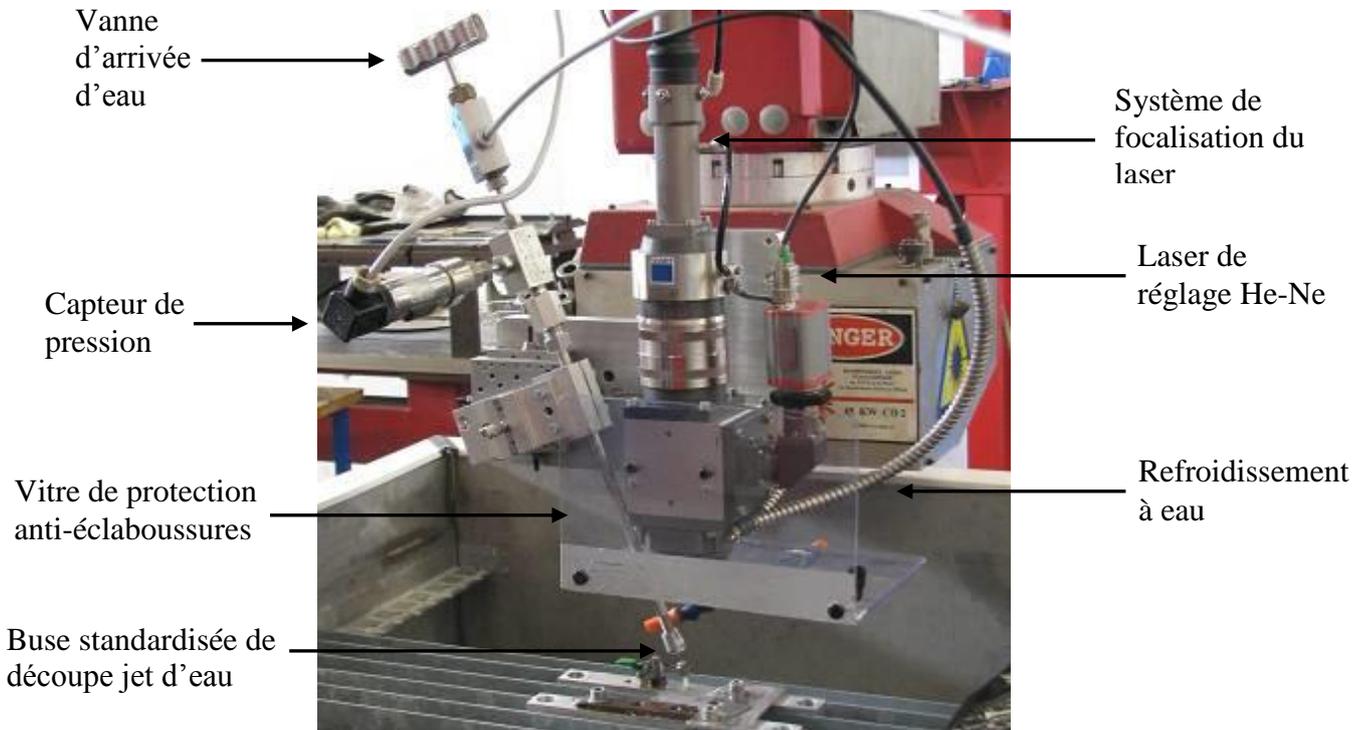


Fig V-1 : Vue d'ensemble du système de découpe hybride découplé

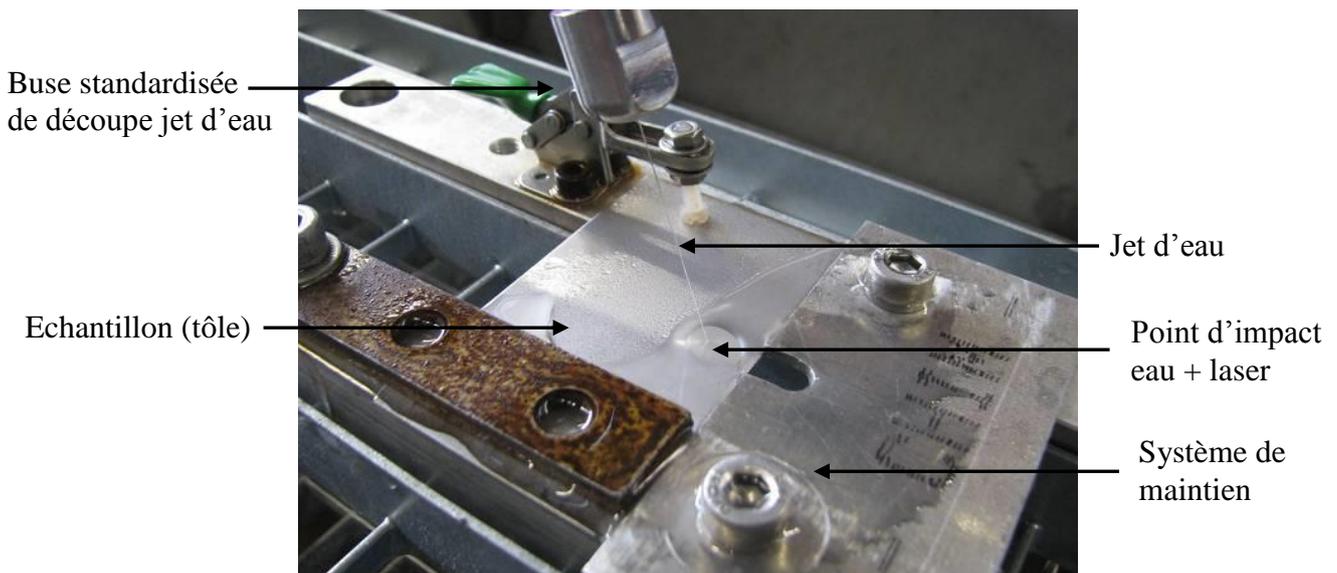
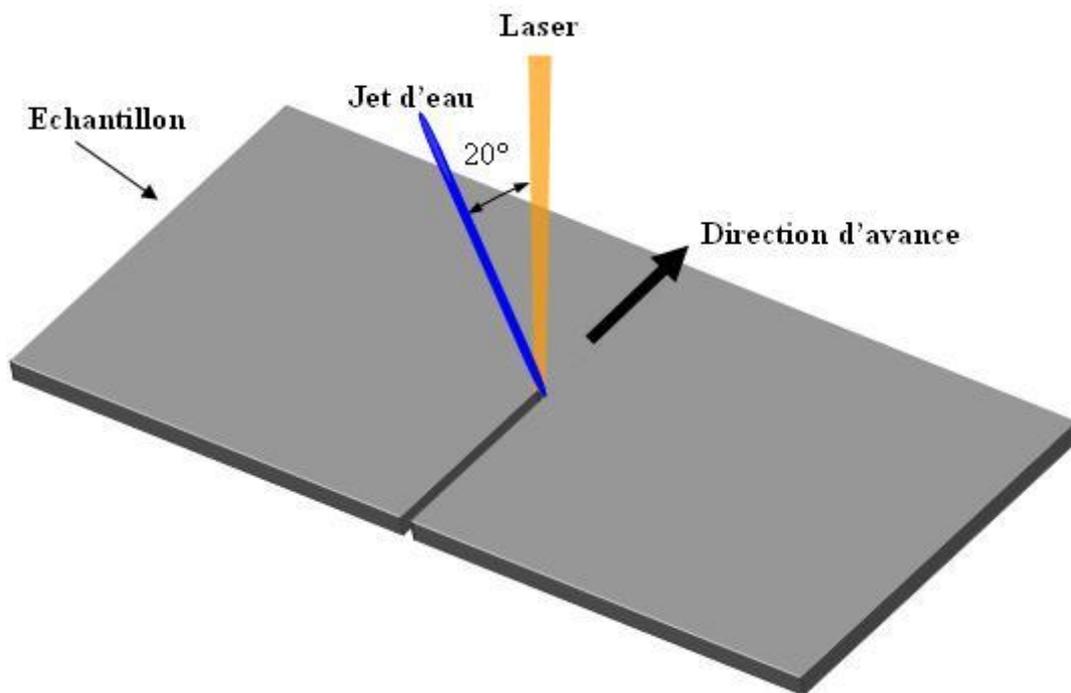


Fig V-2 : Vue rapprochée de la zone de découpe

Comme le montre la figure 3, jet d'eau et laser sont envoyés en un même point sur la surface de l'échantillon. Le faisceau laser arrive perpendiculairement à la plaque et forme un angle de  $20^\circ$  avec le jet d'eau. La direction d'avance est contenue dans le plan formé par le jet d'eau et le faisceau laser. Nous avons fait varier la vitesse de coupe de 0,3 à 1,1 m/min par pas de 0,1 m/min dans l'acier et fait varier la vitesse de 0,5 à 2,2 m/min toujours par pas de 0,1 m/min dans le titane. Un réservoir situé en dessous du dispositif permet la récupération des effluents. Les résidus de coupe sont extraits par filtration puis séchés en étuveuse : ils seront examinés dans notre étude.



**Fig V-3 : Schéma de la découpe avec un jet d'eau et un laser focalisé à la surface de la tôle**

Nous avons pu observer pendant les essais préliminaires que lorsque la coupe démarre au milieu de la tôle, il y a d'abord formation d'un cratère initial accompagné d'une émanation gazeuse et de l'éjection de particules du matériau. Le cratère ainsi formé devient de plus en plus profond jusqu'au perçage de la tôle.

Le perçage par jet hybride non couplé présente un inconvénient majeur lié à la forme initiale du cratère. En effet, à cause des parois du cratère, le jet est réfléchi de manière aléatoire et multidirectionnelle. Des gouttes d'eau risquent alors d'abimer les lentilles du laser, déformant le faisceau laser (par diffraction, modification du front d'onde, absorption,...), diminuant la densité de puissance et ne permettant plus la coupe. Ce problème ne se rencontre pas lorsque

la coupe démarre en partant de l'extérieur de la pièce car aucun cratère ne se forme. C'est donc cette solution qui a été adoptée pour l'ensemble des essais.

Les essais conduits dans ce chapitre concernent deux matériaux aux propriétés différentes : un acier type 301L et un alliage base titane TA6V. Ces matériaux se présentent sous la forme de tôles, toutes deux laminées à froid, de 0,8 mm d'épaisseur.

### III - ETUDE DES EFFETS DE LA DECOUPE HYBRIDE SUR L'ACIER 301L

#### 1) Description de l'acier brut

Les essais ont d'abord eu lieu sur des tôles en acier inoxydable austénitique 301L. La composition atomique de l'alliage est donnée dans le tableau 1.

Elément	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	N
Composition atomique %	0.03	2	1	0.045	0.015	17.5	7	0.14

**Tableau V-1 : Composition atomique de l'acier 301L**

Ce type d'acier est très utilisé pour les applications nécessitant une excellente résistance à la corrosion combinée à de bonnes propriétés mécaniques. Ainsi, les applications concernées se retrouvent dans les domaines de la pétrochimie, de la construction navale, du milieu hospitalier.... Mais il est bien connu que l'acier inoxydable 301L peut subir des transformations de phase en relation avec les traitements thermomécaniques qu'on leur impose. Les aciers inoxydables austénitiques ont une structure cristalline cubique à faces centrées (FCC). L'énergie des défauts d'empilement des aciers inoxydables austénitiques est en général faible et la stabilité de l'austénite est fortement dépendante de la température et de la vitesse de déformation. Par conséquent, l'une des principales caractéristiques de la déformation plastique de ce matériau est la formation de larges défauts d'empilement et la création de bandes de cisaillement. Au cours de la déformation plastique, on peut observer la formation de phases induites de martensite  $\epsilon$  et  $\alpha'$ . La phase martensitique  $\epsilon$  possède une structure cristalline hexagonale compacte (HC) tandis que la phase martensitique  $\alpha'$  présente une structure orthorhombique. Comme l'ont observé Curtze et al [12], la martensite  $\epsilon$  est généralement trouvée dans les bandes de cisaillement tandis que la martensite  $\alpha'$  se forme préférentiellement au niveau des intersections des bandes de cisaillement.

## 2) Description des échantillons pendant et après découpe

Pendant la coupe, le matériau du bord adjacent à la zone de coupe est rapidement chauffé et trempé, ce qui conduit à la formation d'un domaine de température non homogène se propageant dans le matériau. Dans un premier temps, on peut remarquer à l'œil nu et après découpe, la présence d'oxyde sur la surface comme le montre la figure 4, des deux côtés de la découpe.

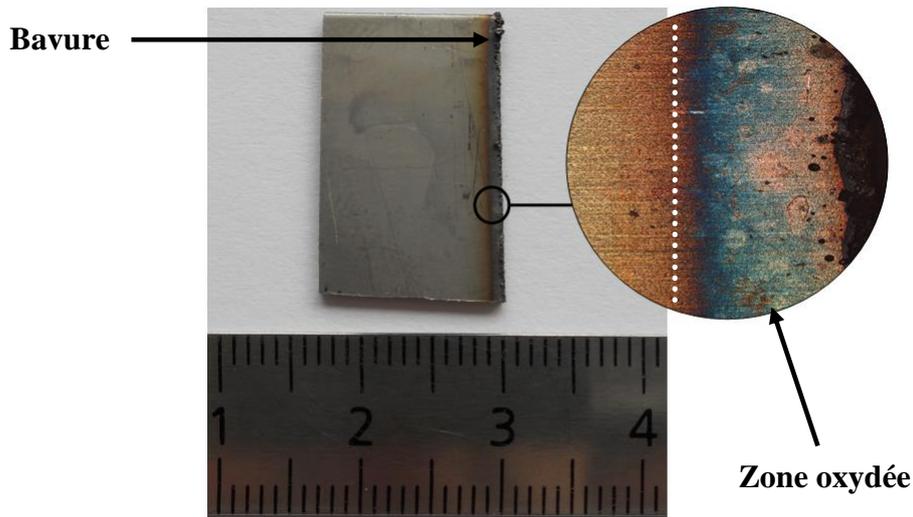


Fig V-4 : Echantillon après découpe avec zoom sur la zone oxydée

## 3) Effet de diffusion thermique

La largeur de la zone oxydée a été mesurée depuis le bord de coupe jusqu'au trait en pointillé représenté sur la figure 4 en fonction de la vitesse de coupe. L'évolution est linéaire comme en témoigne la figure 5.

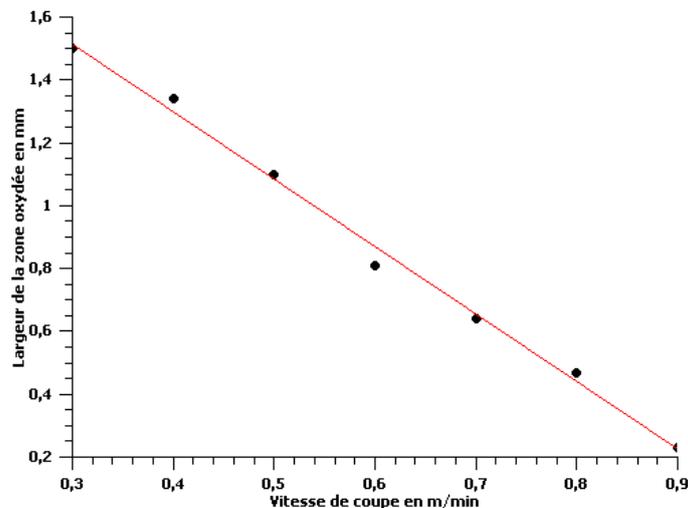


Fig V-5 : Largeur de la zone oxydée en fonction de la vitesse de coupe

La largeur de la zone oxydée varie de 0,2 à 1,5 mm et de façon inversement proportionnelle à la vitesse de coupe variant de 0,3 à 0,9 m/min. Dans cette plage de vitesse, le meilleur ratio entre zone oxydée et bavure (qualité de coupe optimale) est obtenu avec une vitesse de 0,7 m/min. Plus la vitesse est grande, plus la bavure est importante et sa forme proéminente ; plus la vitesse est petite, plus la zone oxydée est étendue.

Cette diminution de la largeur de la zone oxydée avec la vitesse de coupe peut être expliquée par le fait que l'énergie laser est absorbée par le matériau. La majeure partie de cette énergie servant à faire fondre la matière, le reste est absorbé par le matériau conduisant à un flux de chaleur dans la tôle : des réactions d'oxydation s'activent et vont faire croître la couche d'oxyde. Ces réactions seront décrites plus en détail dans la suite de ce chapitre.

La diffusion thermique dépend de l'énergie déposée à la surface. Ce phénomène a été modélisé par Fourier pour une des directions particulières de diffusion [13]. Fournier a exprimé la densité de puissance  $\varphi$  (ou flux) en  $W.m^{-2}$  en fonction de la diffusion thermique par l'équation suivante :

$$\varphi = -\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial x} \quad \text{Eq.V-1}$$

Avec,  $T$  la température en  $K$  et  $x$  la distance en m entre un point donné et la surface chauffée et  $\lambda$  le coefficient de diffusion thermique en  $W.m^{-1}.K^{-1}$  relié à la masse volumique  $\rho$  en  $kg.m^{-3}$  par l'équation :

$$\lambda(T) \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \rho.c \frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{Eq.V-2}$$

Dans cette équation,  $c$  est la chaleur spécifique massique en  $J.kg^{-1}.K^{-1}$ .

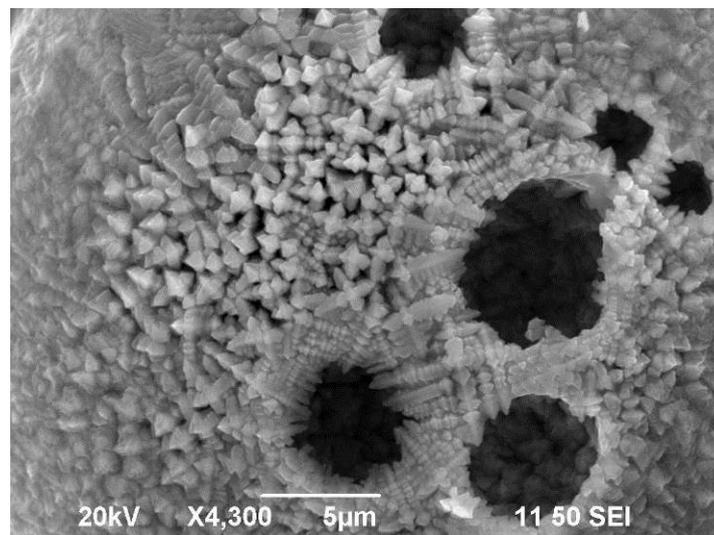
En combinant ces deux équations on obtient l'équation suivante :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = -\varphi \frac{\rho.c}{\lambda^2(T)} \frac{\partial x}{\partial t} \quad \text{Eq.V-3}$$

Cette équation est importante pour notre étude car elle montre que la distance impactée en fonction du temps ( $dx/dt$ ) ainsi que l'écart de température entre un point donné et la moyenne des températures au voisinage de ce point ( $d^2T/dx^2$ ) dépendent proportionnellement du flux laser  $\varphi$ . Ainsi, plus la vitesse est faible, plus l'énergie laser déposée et la diffusion thermique à

l'intérieur du matériau sont importantes ; la zone chaude réactive d'oxydation n'en est que plus importante.

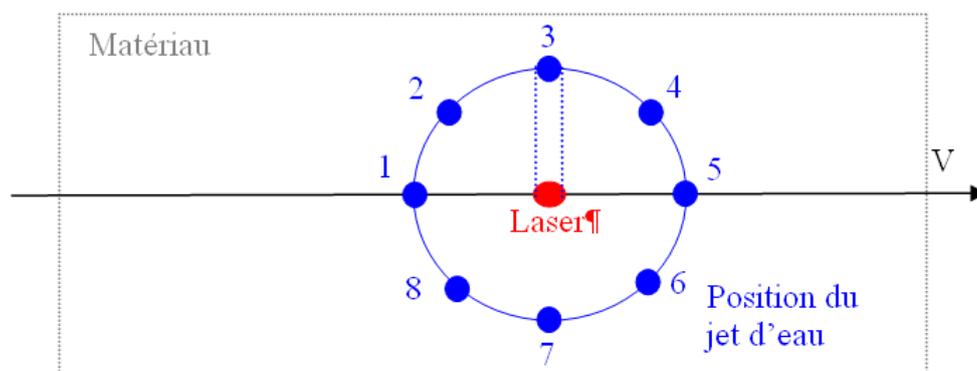
Lors de nos essais, nous avons également observé dans la zone oxydée, que la magnétite prend toujours une forme chaotique : les cristaux y sont mélangés de façon aléatoire. Par ailleurs, si la vitesse est trop élevée, la tôle n'est pas complètement coupée (rainure en pointillés pour une vitesse de 1,1 m/min). A ce moment, autour des trous, se forment des cristaux de magnétite idiomorphe comme le montre la figure 6. Ces cristaux ne sont pas éjectés et continuent à croître lentement jusqu'à atteindre une taille de quelques centaines de nanomètres.



**Fig V-6 : Cristaux idiomorphes de magnétite (V=1,1 m/min)**

#### 4) Influence de la position du jet d'eau

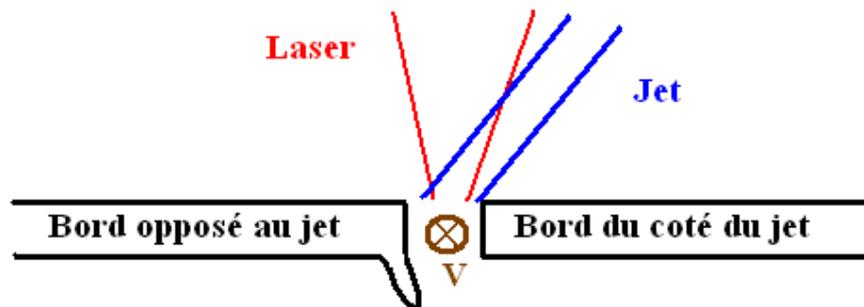
L'influence de l'angle entre le plan jet d'eau/laser et le vecteur « vitesse d'avance » a été observée en notant la qualité de coupe. Le laser reste perpendiculaire à la surface de la tôle. Les huit différentes positions angulaires sont indiquées sur la figure 7.



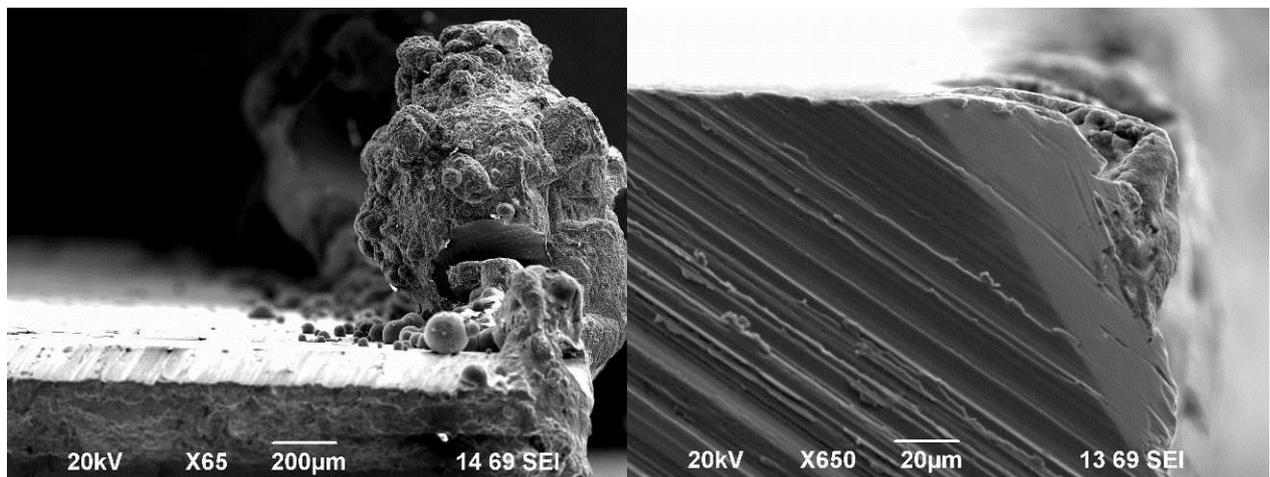
**Fig V-7 : Différentes positions du jet par rapport au vecteur d'avance vue du dessus**

La position 1, qui offre une qualité de découpe présentant le minimum de bavure, avait été choisie pour l'ensemble des essais de vitesse présentés précédemment.

Durant cette campagne, la vitesse a été fixée à 0,7 m/min qui, rappelons-le, est la vitesse permettant le meilleur ratio entre qualité de coupe et dimension de la zone oxydée. De cet essai, nous avons pu constater l'évolution de la bavure lors de la révolution du jet autour du laser. Dès lors que le jet, le laser et le vecteur « vitesse d'avance » ne sont plus dans le même plan (positions 1 et 5), aucune bavure n'est observée sur le bord de coupe du côté du jet tandis qu'une bavure très importante apparaît sur le côté opposé au jet. Le schéma de découpe correspondant au résultat observé est présenté dans la figure 8. Les clichés MEB des deux bords de coupes sont présentés dans la figure 9.



**Fig V-8 : Schéma de la coupe transverse pendant l'essai**



**a : côté opposé au jet**

**b : côté du jet**

**Fig V-9 : Cliché MEB transverse du bord de coupe**

La taille de ces bavures a été mesurée et donnée sur la figure 10. Dans la position 1, la bavure est faible et égale de part et d'autre de la saignée. En position 3 et 7, la bavure sur le bord

opposé au jet et est plus faible qu'en position 2, 4, 6 et 8. Néanmoins, ce phénomène est contrebalancé par l'augmentation de la bavure sur le bord du côté du jet. Il est à noter qu'il a été impossible de couper la tôle dans la position 5.

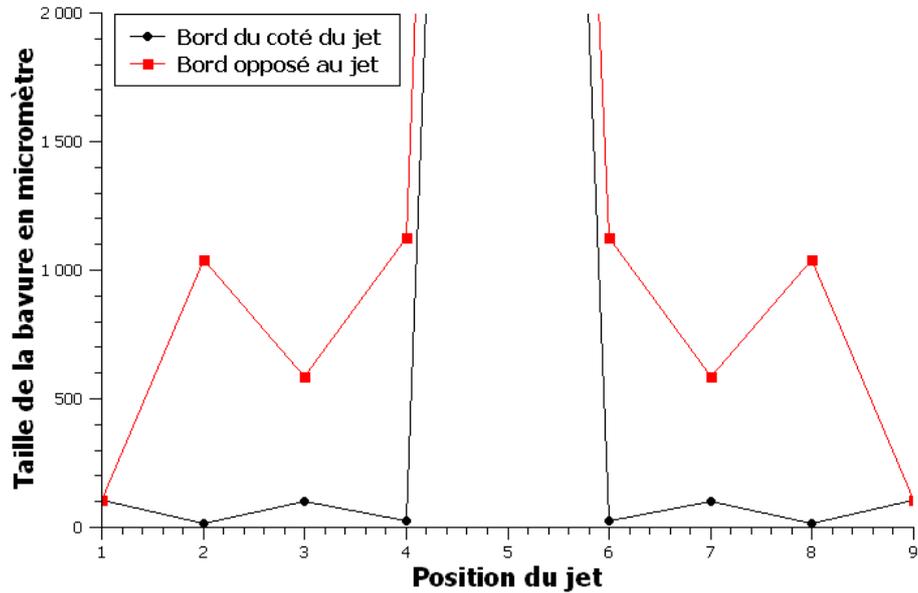
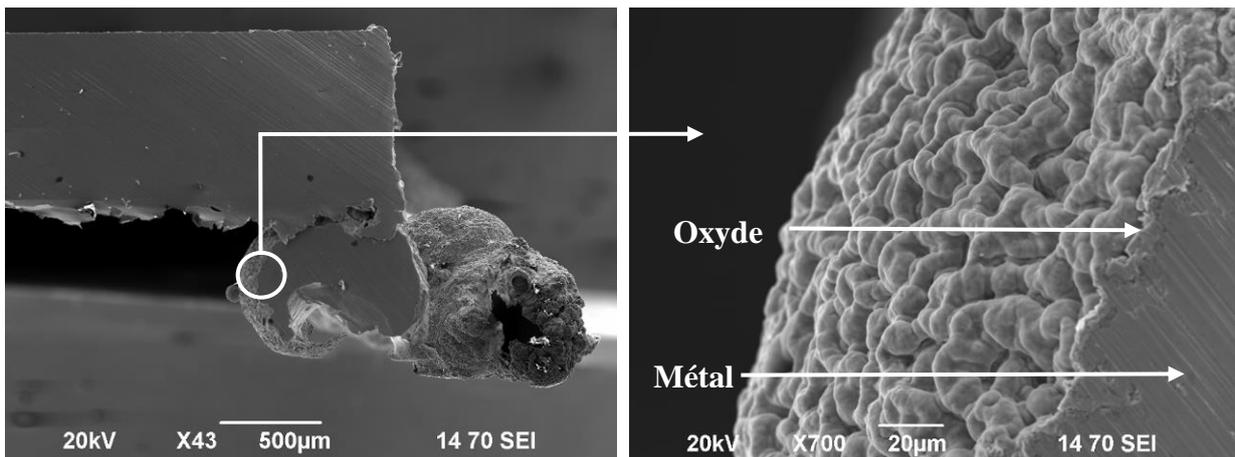


Fig V-10 : Taille de la bavure en fonction de la position du jet

On pourrait se demander si ces bavures sont constituées de métal fondu recouvert d'une d'oxyde ou bien s'il s'agit d'une excroissance d'oxyde. La figure 11 donne la vue en coupe d'une bavure.



a : Vue en coupe de la bavure

B : Zoom sur la bavure

Fig V-11 : Vue en coupe d'une bavure après découpe en position 4

La figure 11a montre qu'il s'agit de métal fondu que le jet a poussé et qui s'est ensuite recouvert d'une couche d'oxyde de 5 µm d'épaisseur (figure 11b).

### 5) Diffraction des Rayons X

Afin d'étudier plus en détail les bords et zones de coupe, notamment la zone oxydée, nous avons procédé en premier lieu à une caractérisation par Diffraction des Rayons X (DRX). L'équipement comprend un diffractomètre D5000 équipé d'un détecteur à position linéaire (PSD) et doté d'une anode en chrome ( $K_{\alpha} = 0,229 \text{ nm}$ ). Les autres caractéristiques sont : un pas de mesure du détecteur de  $0,034^{\circ}$  ( $2\theta^{\circ}$ ), un temps d'acquisition de 2 secondes par point de mesure, une tension de 40 kV, une intensité de 35 mA, un collimateur de 0,8 mm et un monochromateur graphite qui permet de monochromatiser le faisceau.

Par une analyse DRX que nous avons effectuée sur la matière de départ, et dont le diffractogramme est présenté en figure 12, nous vérifions bien que l'acier 301L est un acier austénitique [14]. Nous pouvons observer également un résidu de phase martensitique. Les diagrammes tracés à l'aide des mesures en  $\phi$ - $\Psi$  intégrés, c'est-à-dire prenant en compte l'ensemble des grains quelle que soient leur orientation cristallographique, montrent que les pics d'austénite et de martensite ne varient pas, ce qui signifie que le matériau est isotrope et ne présente, à priori, aucune texture cristallographique particulière.

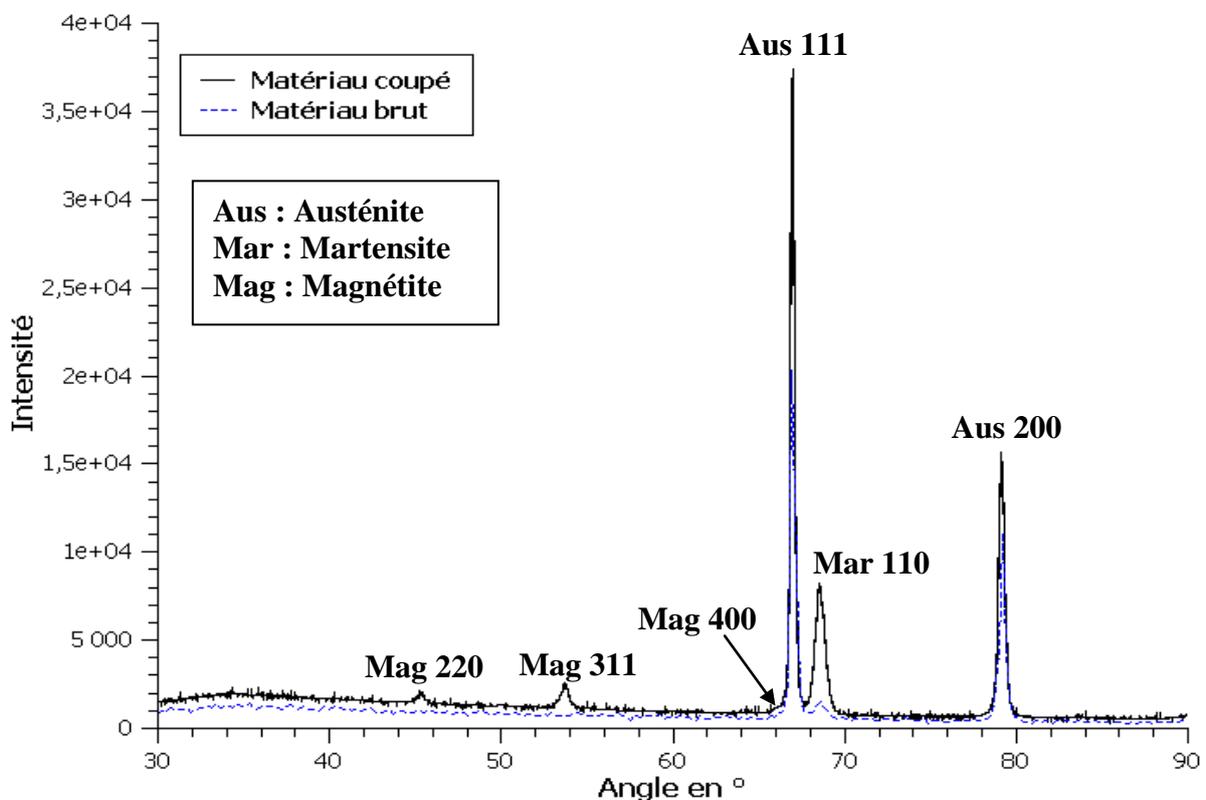


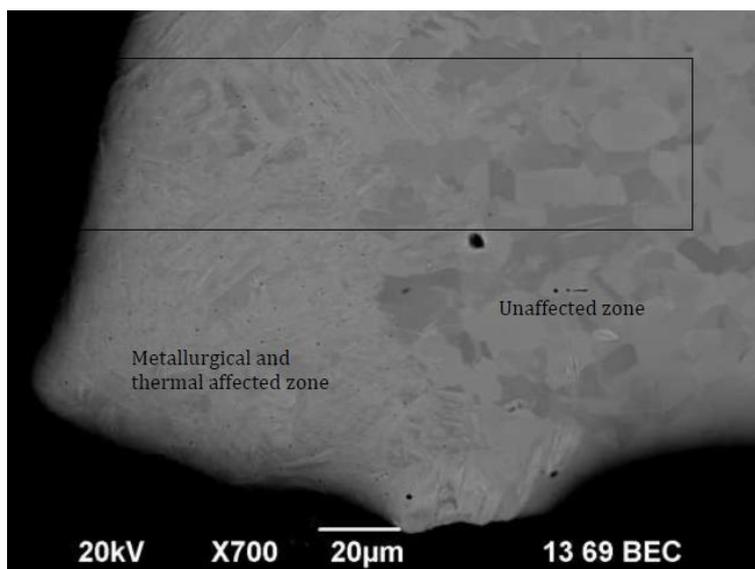
Fig V-12: Spectre de diffraction des rayons X sur le matériau brut et la zone oxydée du matériau coupé

Le diffractogramme, mesuré dans les mêmes conditions, d'une zone proche de la coupe est présenté en superposition sur la figure 12. Nous notons l'apparition de pics caractéristiques de la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) correspondant respectivement, pour les trois premiers, aux plans diffractant (220), (311) et (400) [15-16]. L'intensité du plan (110) de la martensite augmente légèrement après la coupe ce qui signifie une augmentation de la quantité de cette phase. Cette observation sera validée par les clichés de microscopie électronique.

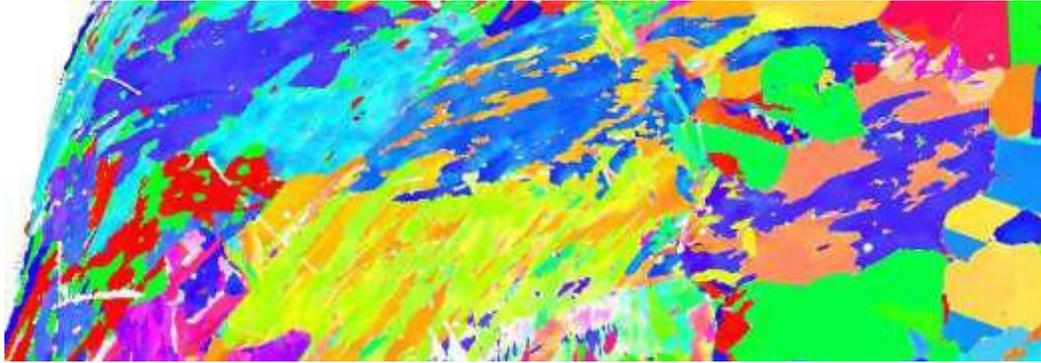
## 6) Microscopie électronique

La zone affectée thermiquement (ZAT) a été analysée (transformation de phase et composition chimique) par microscopie électronique à balayage (MEB) en utilisant un microscope Supra 40TM Carl Zeiss<sup>®</sup>. L'orientation des grains et les phases cristallographiques ont été déterminées par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) en utilisant le système Channel 5 (Oxford Instruments, HKL Technology<sup>®</sup>) pour l'acquisition et l'analyse des données. Les compositions chimiques des différentes phases présentes dans le matériau ont été analysées par spectroscopie à dispersion d'énergie de rayons X (EDS) en utilisant un spectromètre Quantax Bruker<sup>®</sup> et le logiciel Spirit 1,8<sup>®</sup>.

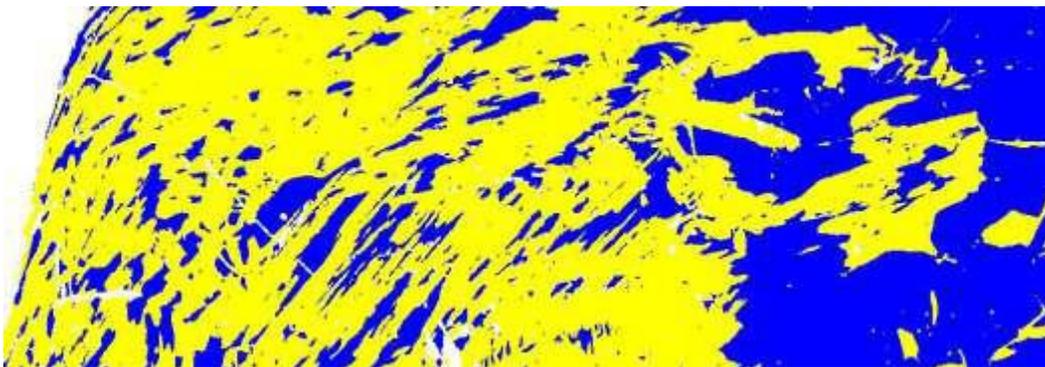
La photo MEB, en figure 13a ainsi que les cartes Inverse Pole Figure (IPF) pour voir les grains et les cartes de phases reportées en figures 13b et 13c de la section transversale à la zone de coupe confirment la présence de martensite en bord de coupe. Ces expérimentations attestent du fait qu'une transformation martensitique se produit près de la zone de coupe conduisant à la formation d'une zone métallurgique affectée et transformée.



**Fig V-13a : Imagerie MEB transversale au bord de coupe. Le rectangle délimite la zone des Fig.13b et 13c**



**Fig V-13b : Cartographie IPF de la zone sélectionnée**



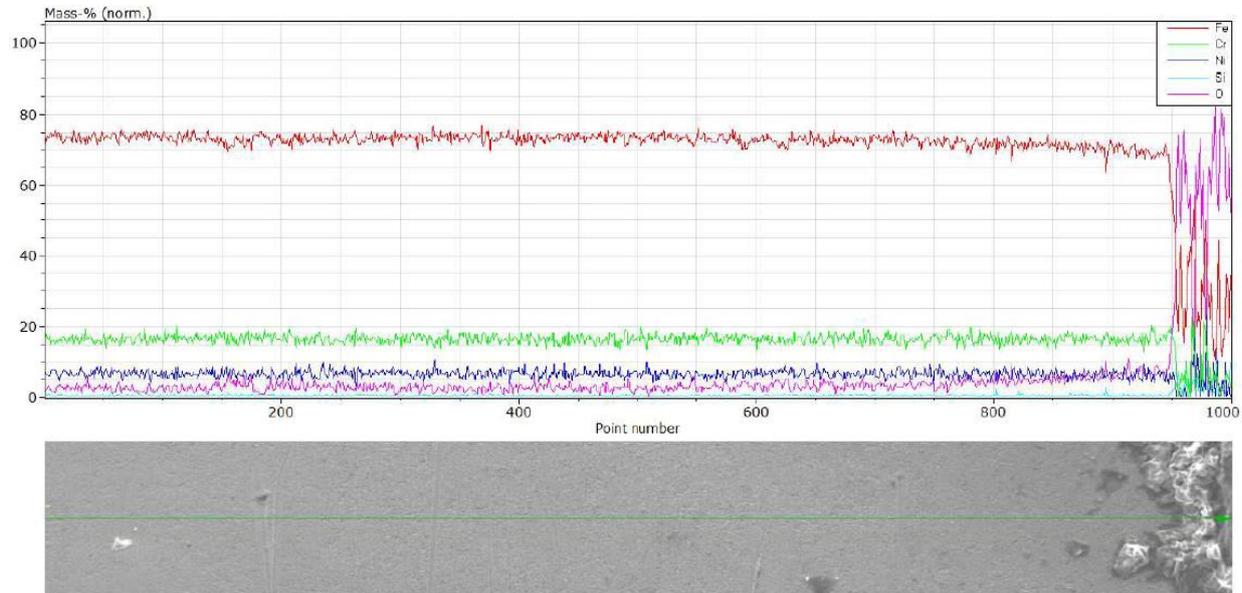
**Fig V-13c : Analyse de phase : en jaune la martensite et en bleu l'austénite**

En ce qui concerne le matériau non coupé, en utilisant les résultats EBSD, nous n'observons pas de texture cristallographique spécifique pour chacune des phases. Il est clair que pendant le processus de coupe, toute la martensite ne revient pas à l'état austénitique. Ceci confirme les résultats de DRX.

Un fait intéressant dans l'analyse des résultats de DRX est l'absence de la signature de l'oxyde de chrome dans les spectres en dépit de 18 % de chrome dans l'acier de départ (tableau V-1). Une analyse EDS a été effectuée pour vérifier la présence du chrome et les résultats sont présentés dans la figure 14 ci-après.

Lors d'une observation depuis le bord de coupe, seule la teneur en oxygène diminue lorsque l'on s'éloigne de la zone de coupe. Le chrome est toujours présent dans la zone oxydée et dans les mêmes proportions que dans le cœur de l'échantillon. La même observation est valable pour les autres éléments métalliques observés lors de cette caractérisation. Afin d'apporter une explication à ce phénomène, nous nous sommes appuyés sur la littérature qui comporte diverses études sur la corrosion de l'acier inoxydable sous atmosphère d'eau à haute température. Ces études ont montré que le chrome forme un oxyde appelé chromite. Sa

formule est  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$  où le nickel peut remplacer un cation de fer ou de chrome [17, 18]. Comme les paramètres cristallins de la chromite sont vraiment proches de ceux de la magnétite, leurs pics DRX sont confondus. De plus, les effets de bords font qu'il est difficile de déterminer les éléments oxydés sur la figure 14.



**Fig V-14: Cartographie chimique linéaire du bord de coupe (à droite sur l'image)**

Néanmoins, pour aller plus loin dans l'étude de cette zone et plus particulièrement dans la qualification de la couche d'oxyde, nous avons procédé à des mesures de spectroscopie Raman. Cette dernière étant une spectroscopie de site, très précise, elle devrait permettre de valider les résultats de DRX et de MEB.

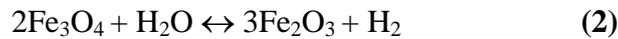
## 7) Spectroscopie Raman

Les résultats de DRX ont montré la présence de magnétite dans la zone oxydée. En effet, l'eau réagit avec le fer dans l'acier selon la réaction d'oxydation (1):



Matthews [19] a décrit la formation de la magnétite sur un acier en présence d'eau. Le laser chauffe la surface de l'acier et une partie de cette chaleur est transférée à l'eau qui est transformée en vapeur. Cette dernière est très réactive avec l'acier et forme une couche de magnétite par oxydation du fer. Mais cette réaction est limitée par une autre. En fait, la

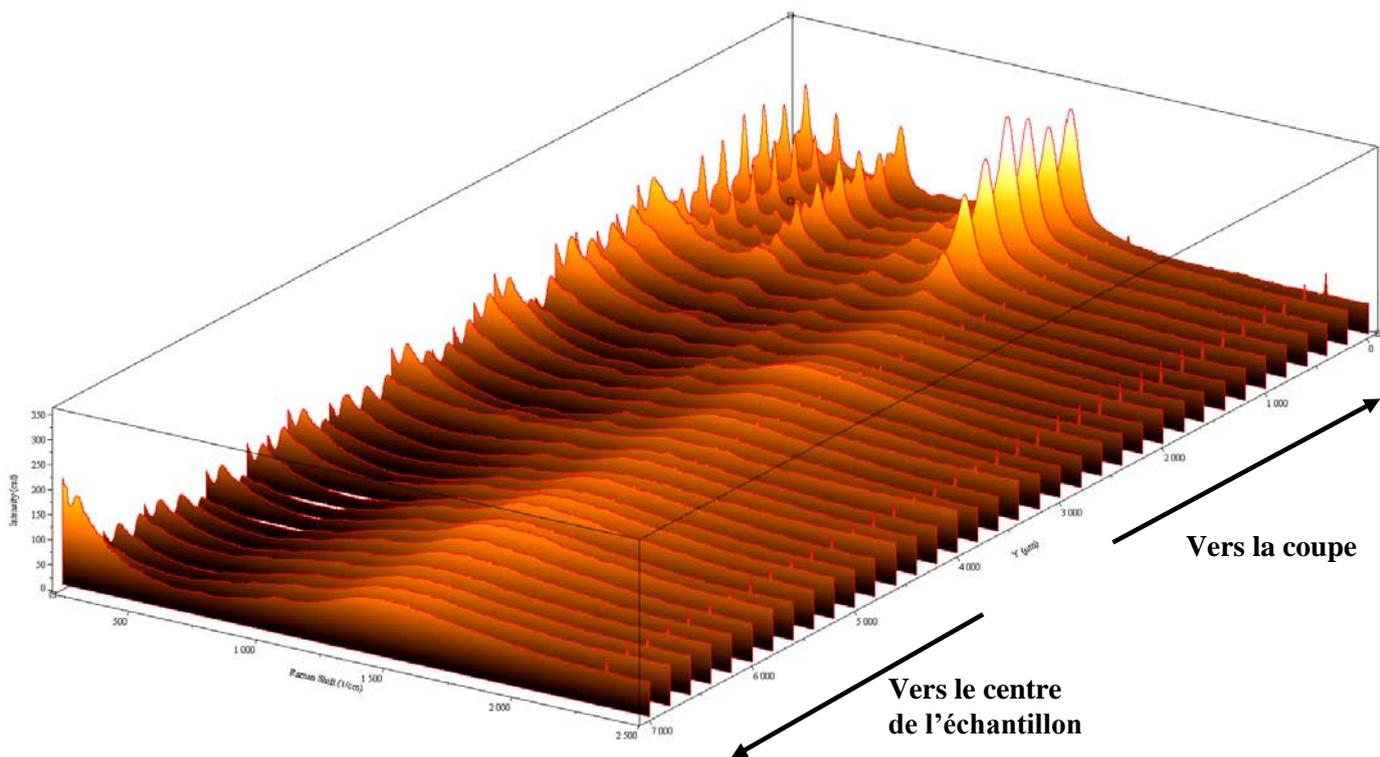
magnétite nouvellement créée peut réagir à son tour avec l'eau pour produire de l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) par oxydation (2):



Mais comme nous l'avons vu sur la figure 12, l'hématite ne figure pas sur les clichés de DRX : c'est pourquoi pour valider cette observation, nous avons utilisé la spectroscopie Raman.

Le spectromètre utilisé est un spectromètre Jobin-Yvon LabRam Aramis<sup>®</sup> doté d'un objectif x20 et d'un laser émettant à 532 nm. Cette longueur d'onde limite l'apparition de la fluorescence qui pourrait masquer des informations importantes en particulier des pics utiles à notre étude. Les résultats sont enregistrés et traités avec le logiciel Labspec.

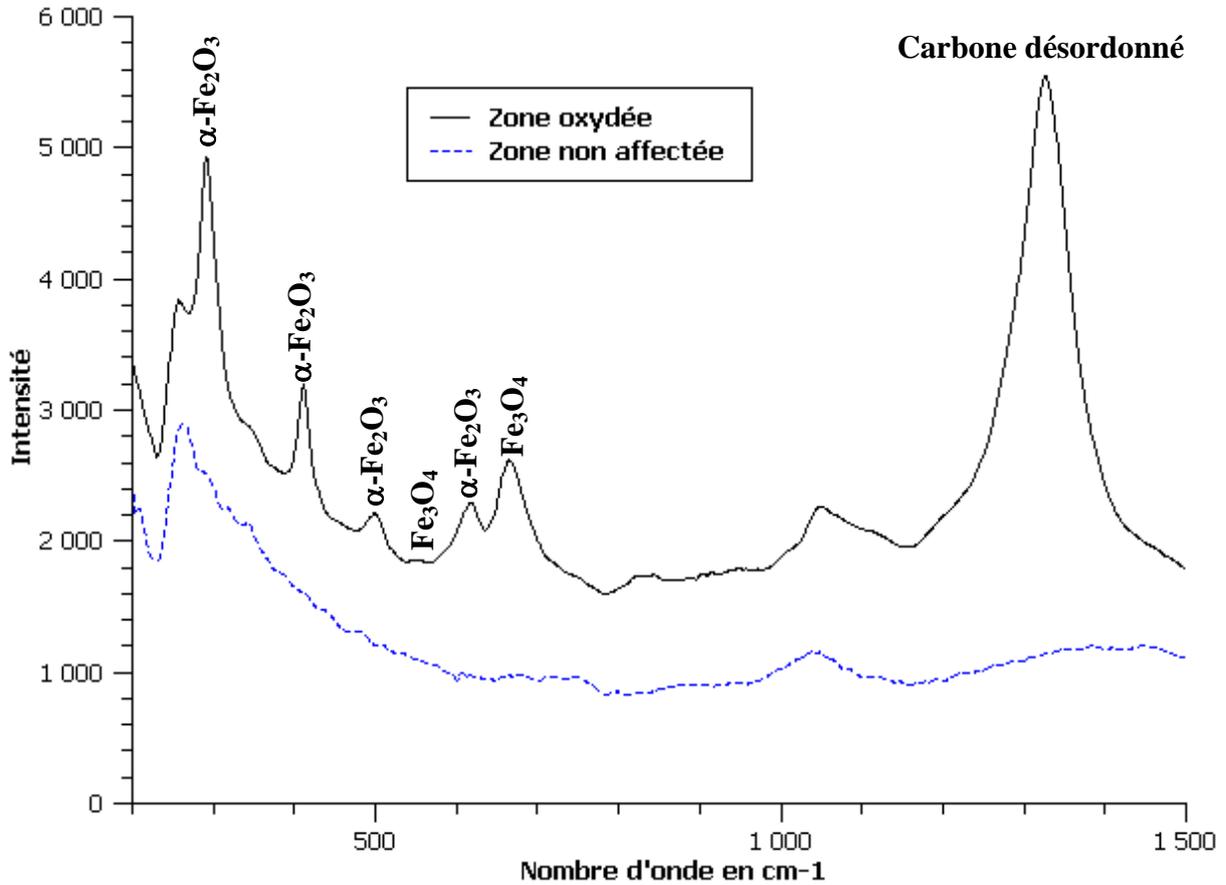
La figure 15 est une cartographie linéaire de la surface de l'échantillon à partir de l'arête de coupe vers le centre de l'échantillon.



**Fig V-15 : Cartographie linéaire de la surface de l'échantillon à partir de l'arête de coupe vers le centre de l'échantillon ( $V=0,3$  m/min)**

Comme nous pouvons le voir, certains pics Raman apparaissent à côté du bord de coupe et disparaissent lentement lorsqu'on s'en éloigne. D'après la figure 15, la largeur de la surface présentant ces pics est de 1,5 mm dans l'échantillon découpé à 0,3 m/min ce qui confirme les

mesures de la figure 5 obtenues par microscopie optique. Si l'on regarde plus précisément un spectre particulier dans la zone oxydée, comme le montre la figure 16, nous constatons les signatures Raman de plusieurs oxydes de fer que l'on retrouve indexés dans la littérature [20-24].



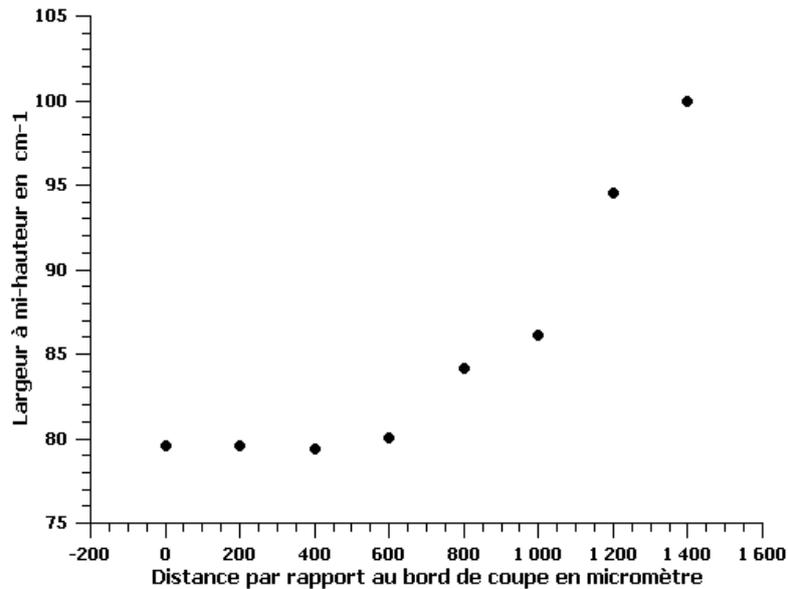
**Fig V-16 : Spectre Raman de la zone brute et de la zone oxydée**

La signature Raman de la magnétite a été détectée ainsi que celle de l'hématite. La magnétite présente deux pics caractéristiques à 538 et 665  $\text{cm}^{-1}$  et pour l'hématite quatre pics principaux respectivement à 291, 411, 499 et 615  $\text{cm}^{-1}$ . Même si l'acier se retrouve durant la coupe en milieu aqueux, il n'y a formation d'aucun hydroxyde. Néanmoins, en plus de ces oxydes, il y a formation de carbone désordonné dont le sommet du pic est situé à 1326  $\text{cm}^{-1}$  [25-27]. Le coefficient de diffusion Raman du carbone étant beaucoup plus grand que pour les oxydes, cela explique la forte intensité du pic bien que la teneur en carbone est très faible (voir tableau V-1).

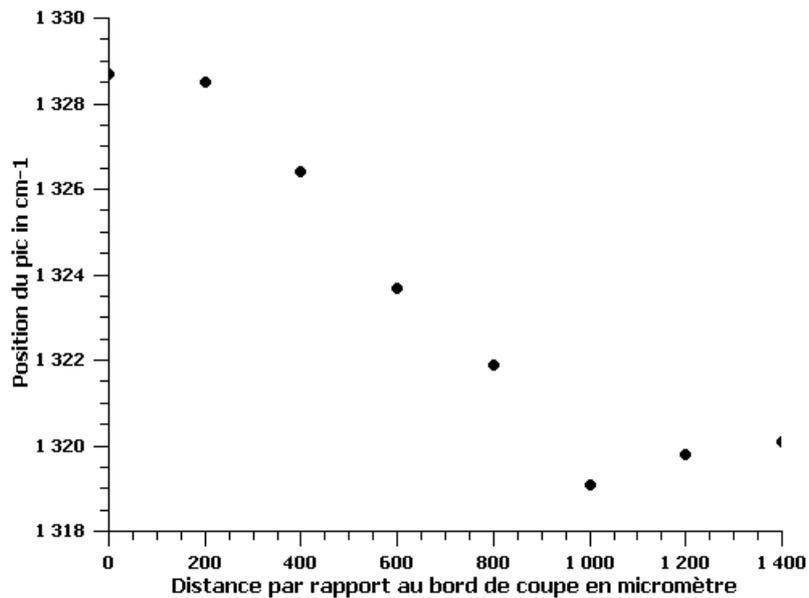
Tout comme nous l'avons conclu par DRX, un fait intéressant est l'absence de la signature de l'oxyde de chrome dans les spectres Raman [17, 18, 28, 29]. L'explication a été donnée par Lister et ses collègues [17] qui ont montré que l'oxyde de chrome ne se trouve pas à la

surface, mais dans une couche interne. Le spectromètre Raman n'analysant la matière que sur une profondeur de quelques nanomètres, cela peut expliquer l'absence de pics de chromite dans les spectres.

Deux autres observations peuvent être faites dans l'analyse cartographique Raman de la figure 15 en fonction de la distance : la première est la largeur à mi-hauteur du maximum du pic et la seconde est le décalage en nombre d'onde du pic, reportés respectivement pour le pic du carbone en Figure 17 en figure 18.



**Fig V-17 : Largeur à mi-hauteur du pic du carbone désordonné en fonction de la distance parcourue à partir du bord de coupe**



**Fig V-18 : Position du pic du carbone désordonné en fonction de la distance parcourue à partir du bord de coupe**

Les courbes présentées dans les figures 17 et 18 sont les mêmes pour les pics du carbone amorphe, de la magnétite et de l'hématite. Lorsqu'on s'éloigne de la zone de coupe, les pics se déplacent vers des fréquences plus élevées, ce qui signifie que les modes de vibrations sont limités. Ainsi, la structure est moins chaotique et plus contrainte (en d'autres termes le cristal présente de moins en moins de défauts quand on s'approche du cœur du matériau). On rappelle ici que l'augmentation de la largeur de pic à mi-hauteur signifie que les composés sont plus uniformément répartis dans la matrice et forment un mélange plus homogène. Ces différentes zones sont bien visibles sur clichés MEB de la figure 13.

En raison de la diffusion thermique, la zone réactive d'oxydation formant une structure désordonnée s'étend le long des surfaces supérieures et inférieures de la tôle (voir figure 4), ce que vient confirmer l'observation des décalages des spectres Raman.

La spectroscopie Raman confirme donc les différents résultats précédents obtenus par les autres techniques d'analyse d'imagerie et spectroscopique.

### 8) Diagramme de phase Fe-O

L'analyse de la magnétite et de l'hématite formées dans l'acier pourrait peut-être permettre de savoir quelle température est atteinte lors de la coupe. Les oxydes de fer présentent un diagramme de phase assez complexe comme en témoigne la figure 19 [45].

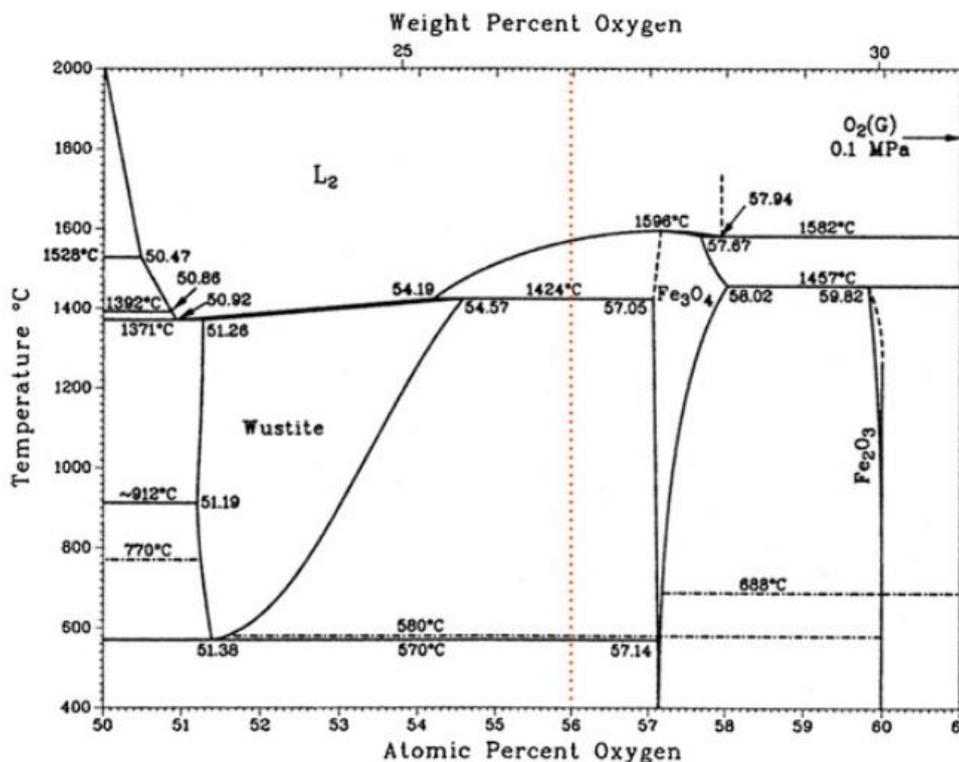


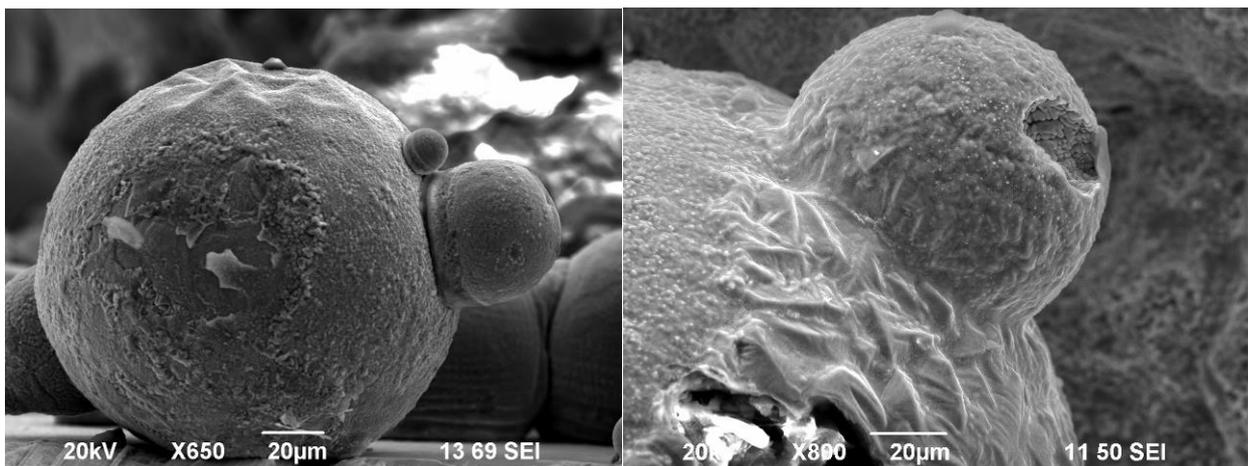
Fig V-19 : Diagramme de phase Fe-O [45]

Entre 57 et 60 % d'oxygène, il existe un domaine où la magnétite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et l'hématite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  cohabitent à température ambiante. Les deux oxydes ont donc pu se former en même temps mais la magnétite se forme prioritairement dans la vapeur d'eau d'après Matthews [19]. Il est possible également que le matériau soit monté très haut en température jusque dans le domaine de la magnétite et qu'ensuite l'hématite se soit formée par refroidissement. Néanmoins, nos caractérisations des matériaux après découpe montrent que ce cheminement ne peut être retenu car il exclut la réaction chimique (2) d'oxydation de la magnétite.

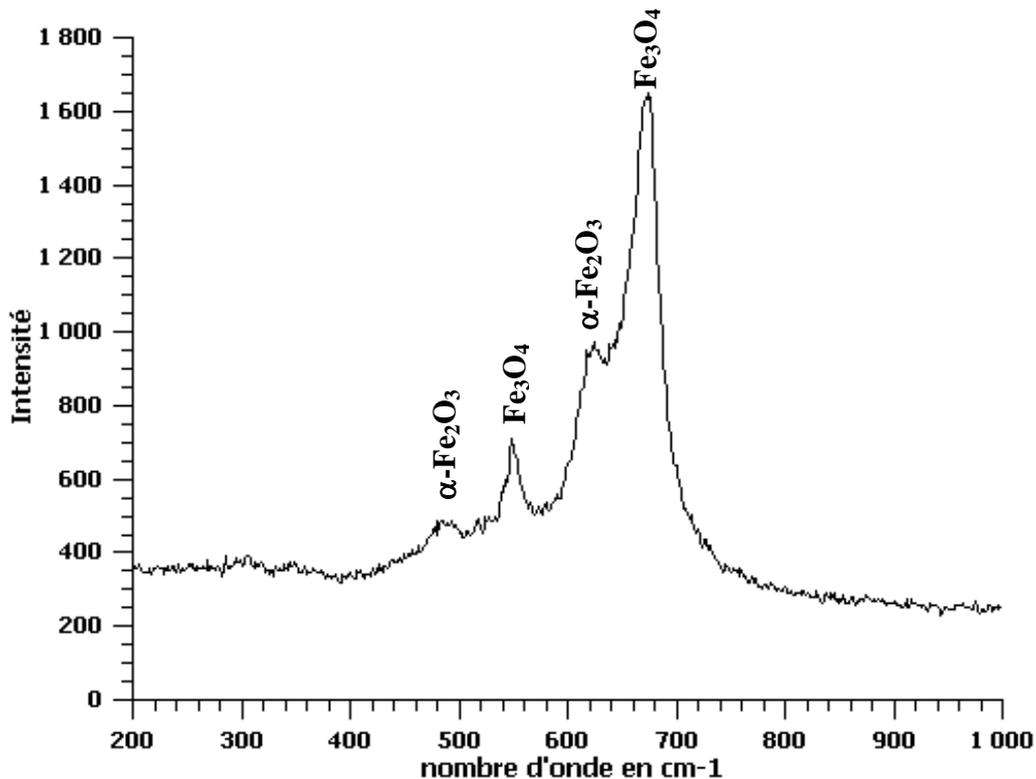
Mais afin d'approfondir et d'identifier les phénomènes physiques intervenant lors de la découpe, nous avons réalisé l'examen approfondi des résidus de coupe.

### 9) Etude des résidus de coupe

Comme le montrent les clichés MEB de la figure 20, la poudre collectée dans le bac se compose de microsphères signifiant que le matériau a été fondu, puis chassé par le jet d'eau. Nous avons analysé cette poudre par spectroscopie Raman pour en étudier la composition et la microstructure. Celle-ci est composée presque entièrement de magnétite et d'une petite quantité d'hématite comme le confirme l'indexation des pics dans les spectres Raman reportés en figure 21.



**Fig V-20 : Cliché MEB des résidus de coupe**



**Fig V-21 : Spectre Raman des résidus de coupe**

Nous pouvons expliquer cette forte proportion de magnétite dans les résidus de coupe par le fait que la réaction de retransformation de la magnétite en hématite ne peut que difficilement avoir lieu car la poudre se retrouve en solution dans le bac d'eau, loin de la zone thermiquement activée. Il est à noter que la structure micro-sphérique n'est pas observée uniquement dans les résidus de coupe récupérés dans le bac de récupération, comme en figure 20, mais également sur le bord de coupe comme observé sur l'échantillon, à côté du bord de coupe, dans les clichés MEB de la figure 9b. Pour cette dernière observation, ces microsphères ont été expulsées par le jet d'eau, mais n'ont pas chuté dans le bac : lors du processus de découpe hybride, ces microsphères sont (re)tombées sur la tôle en se ressoudant instantanément. Ce phénomène avait déjà été observé puis reporté dans la littérature par Jyri et al. [8] lors de la découpe hybride d'échantillons minces d'aluminium.

Dans le paragraphe suivant, ces réactions d'oxydation ultra rapides observées lors de la découpe hybride de l'acier, vont être vérifiées lors de la découpe hybride d'un alliage de titane avec les caractérisations que nous avons utilisées précédemment.

## **IV - ETUDE SUR L'ALLIAGE BASE TITANE TA6V**

### **1) Description de l'alliage base titane TA6V**

L'alliage TA6V est l'alliage de titane le plus étudié [30-33] et dans des domaines très divers (métallurgie, biologie...). L'excellent compromis entre résistance mécanique et ténacité, en plus de sa faible densité et son excellente résistance à la corrosion, en font un matériau de choix dans l'industrie chimique et aérospatiale pour la réalisation d'aubes par exemple. Le TA6V est un alliage de titane aluminium vanadium (6% en poids d'aluminium et 4% en poids de vanadium).

A température ambiante, il est biphasé  $\alpha+\beta$  avec un faible pourcentage (entre 6 et 8 %) de phase  $\beta$  [33]. Les phases  $\alpha$  et  $\beta$  ont deux structures cristallographiques différentes : cubique centrée pour la phase  $\beta$  et hexagonale pseudo compacte pour la phase  $\alpha$ . La morphologie de la phase  $\alpha$  peut être soit globulaire soit lamellaire ou aciculaire. Cette dernière morphologie est majoritaire lorsque l'alliage a été mis en solution en phase  $\beta$  puis refroidi. Au cours du chauffage et dans des conditions d'équilibre, il y a dissolution de la phase  $\alpha$  et le taux de phase  $\beta$  augmente pour être égal à 1 aux températures supérieures à la température de transus  $T_{\beta}$  égal à 980°C [6]. Pour des refroidissements très rapides depuis le domaine  $\beta$ , l'alliage est le siège d'une transformation martensitique  $\beta\rightarrow\alpha'$ . La phase martensitique a la même composition chimique que la phase  $\beta$  et sa structure cristalline est HCP.

### **2) Description des échantillons pendant et après découpe**

A nouveau, et de la même manière que dans l'acier pendant la coupe, le matériau du bord adjacent à la zone de coupe est rapidement chauffé et trempé, ce qui conduit à la formation d'un domaine de température non homogène et à la propagation d'un flux de chaleur dans le matériau. La couche d'oxyde sur la surface est visible sur la figure 22.

L'irisation de la couche de surface en bandes de couleurs différentes est caractéristique du rutile, un oxyde de titane de formule  $TiO_2$ . La couleur du rutile varie du noir au jaune vif en passant par du bleu, du rouge et du orange. D'après la littérature présentant les différentes propriétés des alliages de titane, les couleurs dépendent soit de la concentration des cations de vanadium et d'aluminium qui se placent en substitution du titane dans la matrice d'oxyde

[34], soit de l'épaisseur de la couche [35]. Pour notre étude, il paraît alors intéressant d'analyser l'influence de la vitesse de coupe sur l'aire de cette couche oxydée comme pour l'étude que nous avons menée dans l'acier.

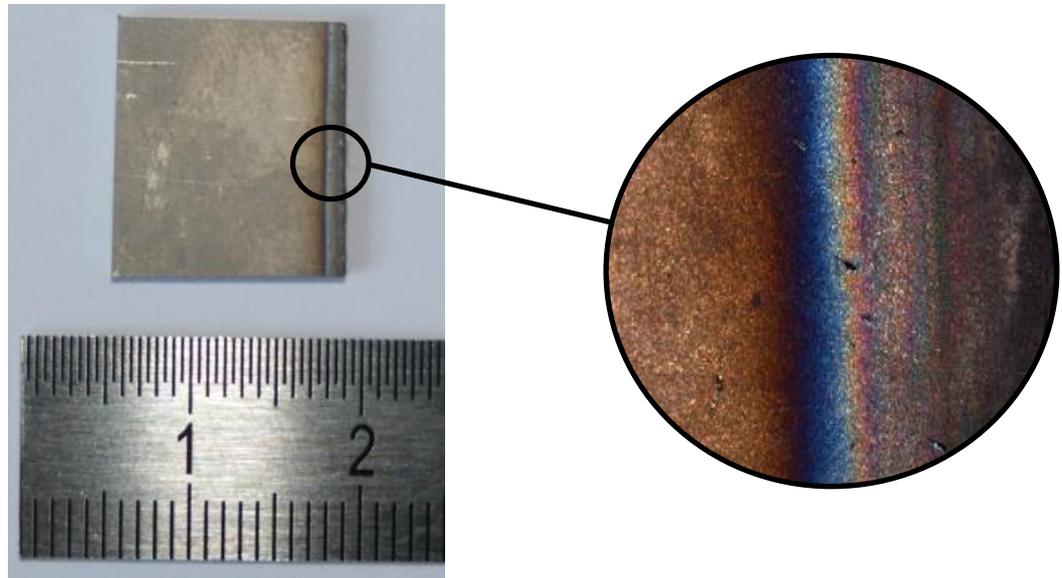


Fig V-22 : Vue macroscopique d'un échantillon de TA6V après coupe

### 3) Effet de diffusion thermique

La largeur de la zone oxydée a été mesurée par microscopie optique en fonction de la vitesse de coupe. L'évolution est linéaire comme en témoigne la figure 23 ci-après.

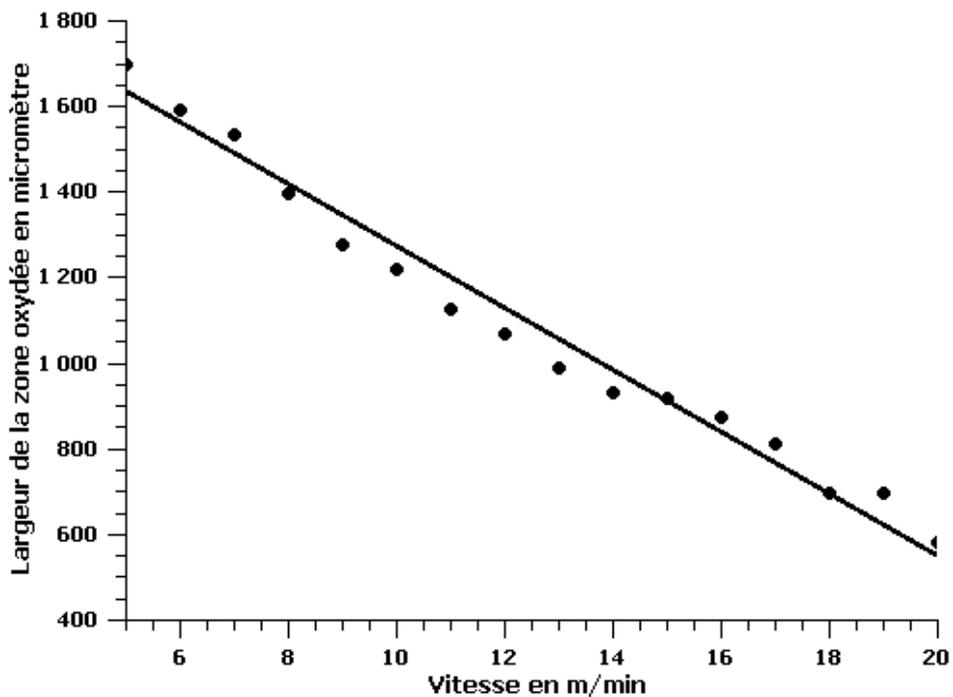


Fig V-23 : Largeur de la zone oxydée en fonction de la vitesse de coupe

A nouveau, comme pour l'acier, l'aire de la zone oxydée est inversement proportionnelle à la vitesse de coupe. A cette première analyse, nous pouvons ajouter une autre remarque : la largeur de la zone oxydée décroît bien plus rapidement dans l'acier (figure 5) que dans le titane (Figure 23). Cette différence d'évolution ne peut pas être corrélée avec l'évolution des coefficients de diffusion thermique  $\lambda$  (voir équations V-1 à V-3) du TA6V (5 à 15  $\text{W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$  entre 25 et 750°C [33]) et de l'acier inoxydable 301L (15 à 23  $\text{W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$  entre 25 et 750°C [36]). N'étant pas causé par la diffusion dans la masse, ce phénomène est peut-être dû à des effets de diffusion en surface dans la couche d'oxyde déjà présente sur le titane.

Une explication que nous allons essayer de confirmer dans la suite serait donc que ce phénomène est lié aux propriétés thermodynamiques et cinétiques de la réaction. Mais pour connaître ces réactions, il est d'abord nécessaire de définir les produits formés.

#### 4) Diffraction des rayons X

Afin d'étudier ces réactions d'oxydation, nous avons procédé en premier lieu à une caractérisation par Diffraction des Rayons X (DRX). L'équipement utilisé est un diffractomètre MFDP équipé d'un détecteur courbe CPS 120 (INEL) et doté d'une anode tournante en cuivre ( $K_{\alpha} = 0,154018 \text{ nm}$ ). Les autres caractéristiques sont des pas du détecteur de  $0,027^{\circ}$ , un temps d'acquisition de 2 secondes, une tension de 40 kV, une intensité de 200 mA et un collimateur de 0,6 mm.

L'analyse DRX du matériau initial confirme la structure biphasée  $\alpha+\beta$  comme le mentionne la littérature [30, 37]. Les diffractogrammes tracés à partir de mesures en  $\phi$ - $\Psi$  intégrés montrent que les pics des différentes phases ne varient pas, ce qui signifie que le matériau est isotrope et ne présente pas de texture cristallographique particulière.

La figure 24 ci-après montre l'apparition des trois pics caractéristiques du rutile ( $\text{TiO}_2$ ) correspondant respectivement aux plans diffractants (110), (101) et (211) [38,39]. Les caractérisations Raman doivent nous permettre de valider, entre autres, ces observations faites en DRX.

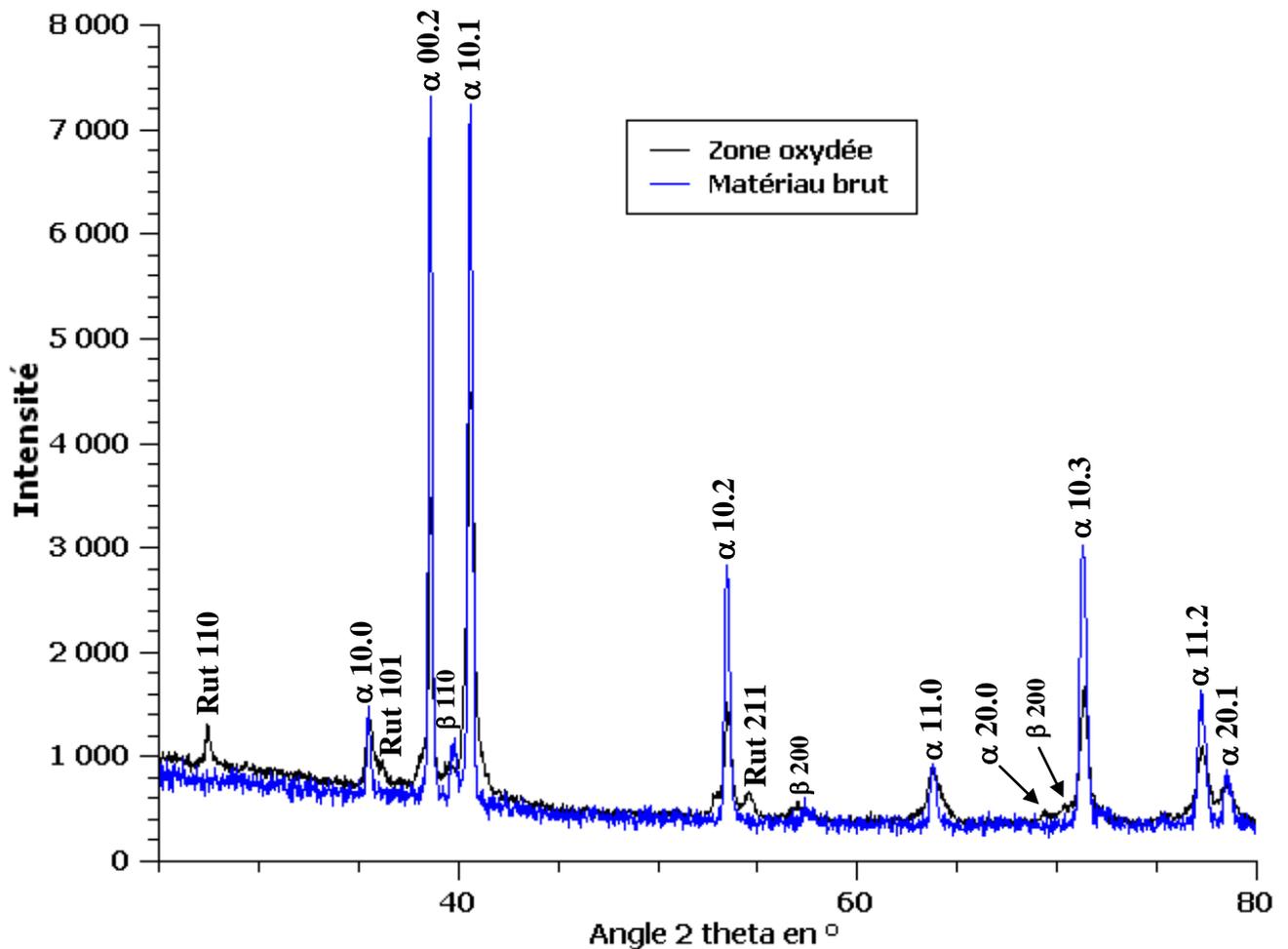
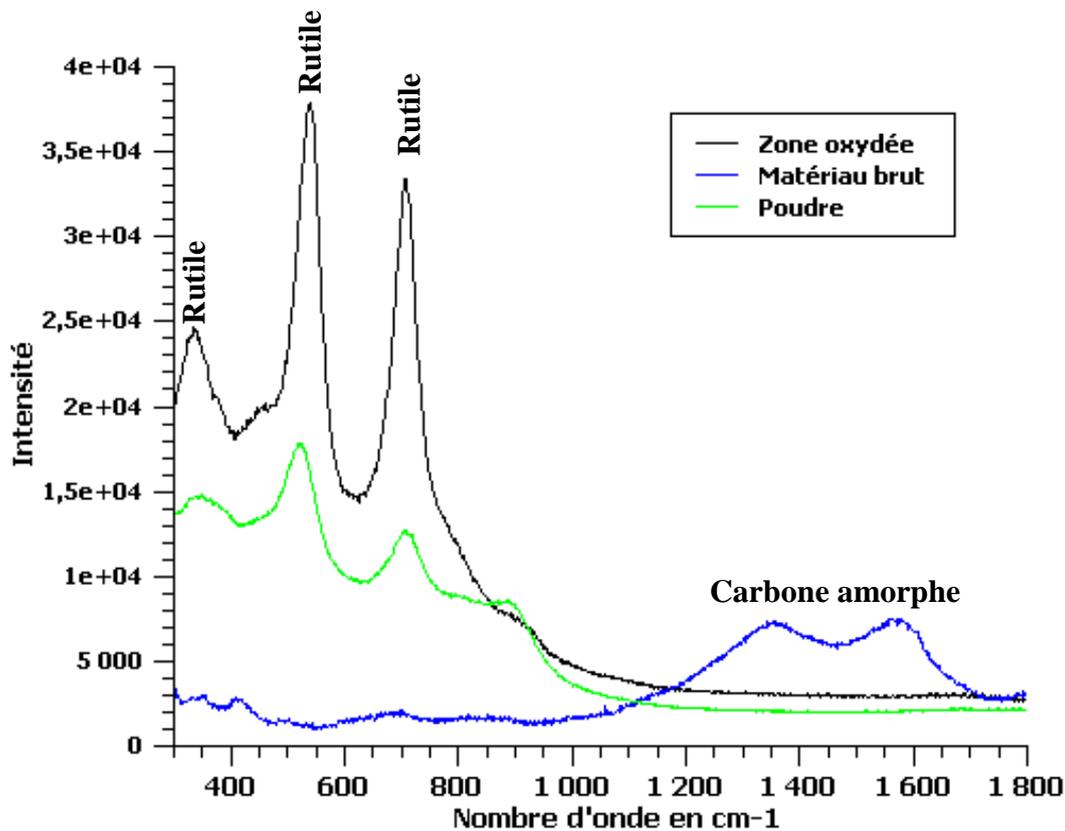


Fig V-24 : Diffractogrammes DRX de la zone oxydée et du matériau brut

### 5) Spectroscopie Raman

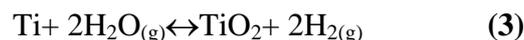
La figure 25, présente les spectres Raman obtenus avec les mêmes paramètres que dans l'acier. La première remarque est la disparition des pics de carbone amorphe après la découpe de l'échantillon (contrairement à la formation de carbone désordonné dans l'acier). Ce carbone représente les divers composés organiques présents à la surface du matériau (dépôt, huile, matière biologique...).

Par ailleurs, les spectres obtenus en spectroscopie Raman confirment les résultats de DRX et montrent la présence de rutile dans la zone oxydée et dans les résidus de coupe avec des pics présents respectivement à 238, 440 et 607  $\text{cm}^{-1}$  correspondant aux positions des pics liés au rutile dans la littérature [40,41]. Nous pouvons donc déduire le fait que le procédé de découpe hybride crée une couche d'oxyde de titane. Cela permet également de confirmer que la coupe résulte du même procédé d'oxydation que dans l'acier.



**Fig V-25 : Spectres Raman du matériau brut, de la zone oxydée et des résidus de coupe**

La coupe est donc due à une réaction d'oxydation telle que proposée par Jaroenworuluck et ses co-auteurs [42] :



La réaction d'oxydation du titane en rutile est beaucoup plus rapide dans l'eau que dans l'air et l'énergie nécessaire à la réaction est plus faible [43]. Les effets de l'eau et du laser sont donc les mêmes (formation d'oxyde) que dans l'acier à ceci près que le rutile étant chimiquement très stable, il ne réagit plus avec l'eau par la suite.

Bien que l'oxydation du titane dans l'air crée également des oxinitures, ces derniers n'ont pas été détectés car ils ne peuvent pas se former du fait que l'échantillon est toujours en milieu aqueux sans contact avec l'air ambiant.

Nous avons donc vu que la thermodynamique de l'interface multiple jet d'eau/laser/matériau lors de découpe hybride dans les conditions expérimentales de notre étude basée sur des contraintes industrielles réelles est très complexe. Des oxydes et des changements de phases sont alors formés dans l'acier et dans le titane. Ces transformations étant liées directement à la

température atteinte par le matériau lors de la découpe, il nous a semblé important d'aborder cet aspect thermodynamique dans notre étude. Pour cela, nous présentons dans les paragraphes suivants les diagrammes de phase de ces matériaux en nous interrogeant sur la possibilité d'en déduire, avec une analyse croisée de nos résultats expérimentaux, des informations sur les phénomènes thermiques intervenant lors de la découpe.

## 6) Diagramme de phase Ti-O

Bien que le rutile soit généralement un oxyde de titane qui se forme à haute température (à 698°C) à partir de l'anatase, il peut aussi être stable à température ambiante lorsque le taux d'oxygène est élevé [44]. Le diagramme de phase ci-dessous est issu des travaux de Murray [44] :

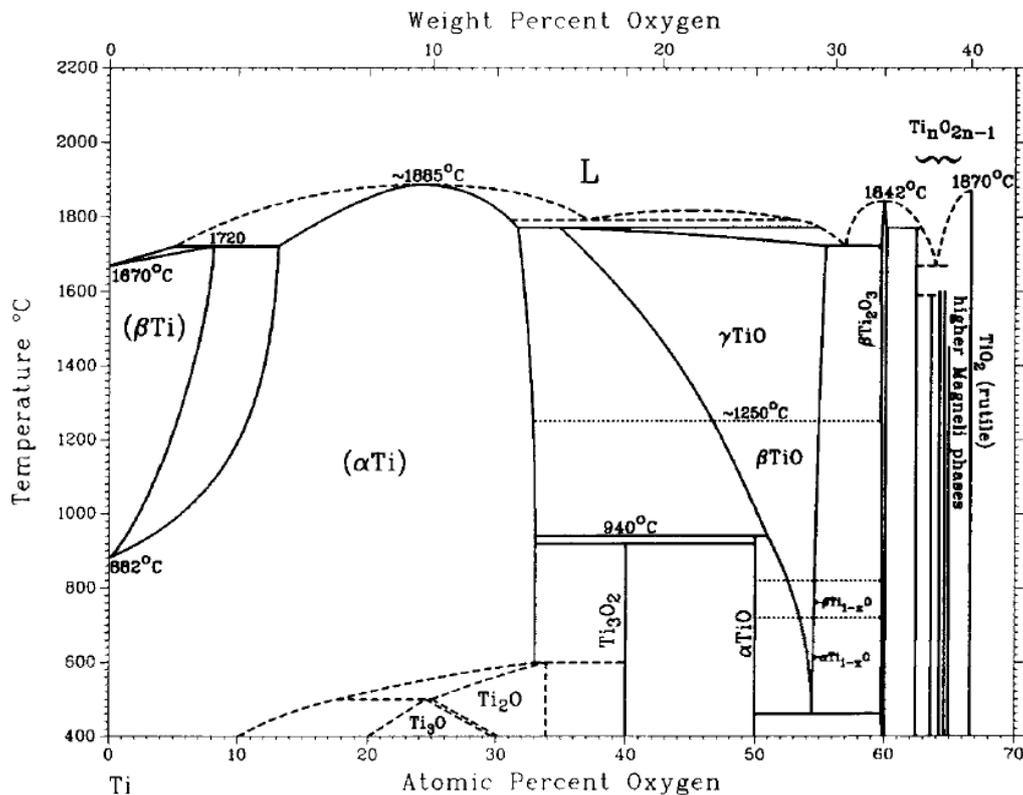


Fig V-26 : Diagramme de phase Ti-O [44]

Le rutile pouvant être stable à température ambiante, il a pu être formé tout de suite ou alors il a d'abord été formé de l'anatase ou de la brookite qui ensuite s'est transformée en rutile à haute température. L'analyse des résultats obtenus sur TA6V ne permet donc pas de définir de manière certaine la température atteinte lors de la découpe hybride et si l'eau joue un rôle de régulateur thermique.

## V - CONCLUSION

Grâce à un système spécial de coupe mixte jet d'eau et laser convergents à la surface des échantillons, nous avons étudié la découpe de matériaux métalliques standards comme l'acier inoxydable 301L et le titane TA6V. Nous avons observé la formation de différents oxydes de fer comme la magnétite, l'hématite et la chromite pour l'acier ainsi que la formation d'un oxyde de titane, le rutile pour l'alliage base titane. En présence d'eau et d'un laser de haute énergie, les produits successifs des réactions d'oxydation et de réduction ont été observés par différentes techniques optiques et spectroscopiques. L'obtention de ces produits sur les bords de coupe et dans les résidus suggère que la découpe hybride est vraisemblablement due à une réaction quasi instantanée d'oxydation du métal ; les oxydes se désolidarisent ensuite de la matrice d'acier par effet mécanique du jet.

L'évolution inversement proportionnelle de la largeur de la bande oxydée, créée par diffusion thermique, en fonction de la vitesse d'avance a été mesurée par microscopie optique et caractérisée par spectroscopie Raman. Cette dernière technique a permis dans l'acier d'étudier qualitativement l'évolution de la contrainte dans la microstructure de la zone oxydée ainsi que l'homogénéité des produits de réaction. En fonction de la vitesse d'avance du jet hybride, de la magnétite est formée soit de manière chaotique, soit de manière idiomorphe euhédrale. Cette dernière observation, non prévue initialement, pourrait trouver avantage dans une utilisation complémentaire de notre système comme processus de traitement de surface pour protéger les pièces, la magnétite et le rutile étant des oxydes passivants.

D'autres tests devraient encore être effectués pour compléter notre étude. Les premiers seraient liés aux paramètres de découpe afin de vérifier l'évolution des différentes réactions en fonction de la pression du jet d'eau et de la puissance laser. Ces dernières permettront de mieux modéliser les effets thermiques intervenant lors de la découpe hybride en menant des campagnes d'essais pour mesurer finement la température à l'interface fluide/solide/lumière afin de déterminer le cheminement du phénomène d'oxydation (et vérifier la présence d'oxyde de manganèse). Des études complémentaires, plus orientées matériaux devront également être menées en remplaçant l'acier par d'autres matériaux (métaux, polymères...) et en utilisant d'autres produits que l'eau (fonctions organiques diverses) afin de diversifier les réactions et les traitements de surface. Enfin, il s'agira de vérifier si effectivement le jet hybride en guide d'onde tel que décrit dans le chapitre 4 apporte les mêmes effets chimiques et de découpe que le système hybride présenté dans ce chapitre.

## VI - BIBLIOGRAPHIE

- [1] T.Sakka et al, *Laser ablation at solid–liquid interfaces: an approach from optical emission spectra*, Journal of Chemical Physics, vol.112, n°19, p.8645-8653 (2000)
- [2] G.A Shafeev and A.V Simakhin, *Spatially confined laser-induced damage of Si under a liquid layer*, Applied Physics A, vol.54, p.311-316 (1992)
- [3] C. Konagai, Y. Sano and N. Aoki, *Underwater direct metal processing by high-power copper vapour laser*, Pulsed metal vapour laser, edited by C.E Little and N.V Sabotinov, p.371–376 (1996)
- [4] M.Geiger et al, *Increase of efficiency for the XeCl excimer laser ablation of ceramics*, Applied Surface Science, vol.96, p.301-315 (1996)
- [5] A. Dupont, P. Caminat and P. Bournot, *Enhancement of material ablation using 248, 308, 532, 1064 nm laser pulse with a water film on the treated surface*, Journal of Applied Physics, vol.78, p.2022–2028 (1995)
- [6] O. Matsumoto, M. Sugihar, K. Miya, *Underwater cutting of reactor core internals by CO laser using local-dry-zone creating nozzle*, Journal of Nuclear Science and Technology, vol.29, issue 11, p.1074–1079 (1992)
- [7] J.P. Alfille, G. Pilot, D. de Prunelle, *New pulsed YAG laser performances in cutting thick metallic materials for nuclear applications*, Proceeding SPIE, p.134–144 (1996)
- [8] A. Jyri et al, *Cutting thin sheet metal with a water jet guided laser using various cutting distances, feed speeds and angles of incidence*, International Journal of Advanced Manufacturing Technology, vol. 33, issue 9-10, p.961-967 (2005)
- [9] Daniel Kray et al, *Study on the edge isolation of industrial silicon solar cells with waterjet-guided laser*, Solar Energy Materials & Solar Cells, vol.91, p.1638–1644 (2007)
- [10] A.Kruusing, *Underwater and water-assisted laser processing: Part 1—general features, steam cleaning and shock processing*, Optics and Lasers in Engineering 41, p.307–327(2004)
- [11] A.Kruusing, *Underwater and water-assisted laser processing: Part 2—Etching, cutting and rarely used methods*, Optics and Lasers in Engineering 41, p.329–352(2004)
- [12] S. Curtze, V.T. Kuokkala, A. Oikari, J. Talonen and H. Hänninen, *Thermodynamic modeling of the stacking fault energy of austenitic steels*, Acta Materialia, Vol.59, Issue 3, p.1068-1076 (2011)

- [13] J. Fourier, *Théorie analytique de la chaleur*, Edition Firmin Didot, père et fils(1822)
- [14] W. Liu, J. He, M. Fan, P. Lu and Li Shao, *Deformation at room and low temperatures and martensite transformation in resistance spot welding duplex  $\gamma$  and  $\alpha(\delta)$  materials of 301L stainless steel*, Journal of Material Science and Technology, Vol.23, n°3, p.319-322 (2007)
- [15] S. Mahadevan, G. Gnanaprakash, J. Philip, B.P.C. Rao, T. Jayakumar, *X-ray diffraction-based characterization of magnetite nanoparticles in presence of goethite and correlation with magnetic properties*, Physica E 39, p.20–25 (2007)
- [16] X. Ren, K. Sridharan and T.R. Allen, *Corrosion of ferritic–martensitic steel HT9 in supercritical water*, Journal of Nuclear Materials, Vol.358, p.227-234 (2006)
- [17] D.H. Lister, R.D. Davidson and E. McAlpine, *The mechanism and kinetics of corrosion product release from stainless steel in lithiated high temperature water*, Corrosion Science, Vol.27, Issue 2, p.113-140 (1987)
- [18] B. Stellwag, *The mechanism of oxide film formation on austenitic stainless steels in high temperature water*, Corrosion Science, Vol.40, Issues 2–3, p.337-370 (1998)
- [19] A. Matthews, *Magnetite formation by the reduction of hematite with iron under hydrothermal conditions*, American Mineralogist, Vol.61, p.927-932 (1976)
- [20] D.L.A. de Faria, S. Venaüncio Silva and M.T. de Oliveira, *Raman microspectroscopy of some iron oxides and oxyhydroxides*, Journal of Raman Spectroscopy, Vol.28, p.873-878 (1997)
- [21] L.J. Oblosky and T.M. Devine, *A surface enhanced Raman spectroscopic study of the passive films formed in borate buffer on iron, nickel, chromium and stainless*, Corrosion Science, Vol.37, n° 1, p.17-41 (1995)
- [22] J. Dünnwald and A.Otto, *An investigation of phase transitions in rust layers using Raman spectroscopy*, Corrosion Science, Vol.29, n°9, p.1167-1176 (1989)
- [23] S. Watanabe, M. Yamanaka, A. Sakai, K. Sawada and T. Iwasa, *Laser Raman spectroscopic study on magnetite formation in magnetotactic bacteria*, Materials Transactions, Vol.49, n°4, p.874-878 (2008)
- [24] Z. Zeng, K. Natesan and V.A. Maroni, *Investigation of metal-dusting mechanism in Fe-base alloys using raman spectroscopy, X-ray diffraction and electron microscopy*, Oxidation of Metals, Vol.58, n°1/2 (2002)
- [25] A.C. Ferrari and J. Robertson, *Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon*, Physical Review B, Vol.61, n°20 (2000)
- [26] A.C. Ferrari and J. Robertson, *Resonant Raman spectroscopy of disordered, amorphous and diamondlike carbon*, Physical Review B, Vol.64, 075414 (2001)

- [27] A.C. Ferrari and J. Robertson, *Raman spectroscopy of amorphous, nanostructured, diamond-like carbon and nanodiamond*, Philosophical Transactions of the Royal Society A, 362, p 2477-2512 (2004)
- [28] J.E. Maslar, W.S. Hurst, W.J. Bowers, J.H. Hendricks, M.I. Aquino and I. Levin, *In-situ Raman spectroscopic investigation of chromium surfaces under hydrothermal conditions*, Applied Surface Science, 180, p 102-118 (2001)
- [29] M. Chen, J. Shu and H-K. Mao, *Xieite a new mineral of high-pressure FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> polymorph*, Chinese Science Bulletin, Vol.58, n°21, p.3341-3345 (2008)
- [30] Y. Robert, *Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécanique associées à ce procédé*, Thèse de l'Ecole des Mines de Paris (2007)
- [31] H. Garbacz and M. Lewandowska, *Microstructural changes during oxidation of titanium alloys*, Materials Chemistry and Physics, Vol.81,p.542–547(2003)
- [32] A. Soveja, E. Cicala, D. Grevey and J.M. Jouvard, *Optimisation of TA6V alloy surface laser texturing using an experimental design approach*, Optics and Lasers in Engineering, Vol.46, p.671–678 (2008)
- [33] M. Boivineau et al, *Thermophysical Properties of Solid and Liquid Ti-6Al-4V (TA6V) Alloy*, International Journal of Thermophysics, Vol.27, n°.2, p.507-529 (2006)
- [34] M. Dondi et al, *The role of counterions (Mo, Nb, Sb, W) in Cr-, Mn-, Ni- and V-doped rutile ceramic pigments Part 2. Colour and technological properties*, Ceramics International, Vol.32, p.393–405 (2006)
- [35] M.V. Diamanti and M.P. Pedferri, *Effect of anodic oxidation parameters on the titanium oxides formation*, Corrosion Science, Vol.49, p.939–948(2007)
- [36] R.S. Graves, T. G. Kollie, D.L. McElroy and K. E. Gilchrist, *The Thermal Conductivity of AISI 304L Stainless Steel*, International Journal of Thermophysics, Vol.12, N° 2, p.409-415(1991)
- [37] R. Siab et al, *Effect of an electrodeposited yttrium containing thin film on the high-temperature oxidation behaviour of TA6V alloy*, Applied Surface Science, Vol.253,p.3425–3431(2007)
- [38] X. Z. Ding, X. H. Liu and Y.Z. He, *Grain size dependence of anatase-to-rutile structural transformation in gel-derived nanocrystalline titania powders*, Journal of Materials Science Letters, Vol.15, p.1789-1791(1996)
- [39] Y. Hu, H.L. Tsai, C.L. Huang, *Effect of brookite phase on the anatase–rutile transition in titania nanoparticles*, Journal of the European Ceramic Society, Vol.23, p.691–696 (2003)

- [40] V. Swamy, *Size-dependent modifications of the first-order Raman spectra of nanostructured rutile TiO<sub>2</sub>*, Physical Review B, Vol.77, 195414, (2008)
- [41] V. Samuel, R. Pasricha, V. Ravi, *Synthesis of nanocrystalline rutile*, Ceramics International, Vol.31, p.555–557 (2005)
- [42] A. Jaroenworarluck et al, *Macro, micro and nanostructure of TiO<sub>2</sub> anodised films prepared in a fluorine-containing electrolyte*, Journal of Material Science, Vol.42, p.6729–6734 (2007)
- [43] Y. Wouters, A. Galerie and J.P. Petit, *Thermal oxidation of titanium by water vapour*, Solid State Ionics, Vol.104 p.89–96 (1997)
- [44] J.L. Murray, H.A. Wriedt, *The O-Ti (Oxygen-Titanium) System*, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Vol. 8, N°2, p.148-155 (1987)
- [45] Mihaela Grigore, *Mineral reactions during coke gasification with carbon dioxide*, International Journal of Coal Geology, Vol.75, p.213–224 (2008)



## ***CONCLUSION ET PERSPECTIVES***



Nous ferons ici un compendieux rappel des résultats relatés dans ce manuscrit. Pour rappel, dans ce travail, nous nous sommes intéressés aux interactions fluide-lumière-matière dans l'objectif du développement et de la modélisation d'un dispositif de découpe par jet hybride. Les contributions de cette thèse relèvent du domaine de l'optique, de la physique, de l'hydrodynamisme, de la métallurgie et des sciences de l'ingénieur. Le sujet traité s'ouvre donc sur un large éventail de disciplines scientifiques offrant de grandes possibilités d'investigations nécessaires à la réalisation de ce travail. Comme annoncé, cette thèse s'inscrit dans le projet Hybrid-Ljet qui a pour but la compréhension et l'amélioration du système de découpe laser guidé par jet d'eau afin de l'amener vers les hautes énergies (haute pression et haute puissance).

Nous avons d'abord, faisant office de prolégomènes, fait un tour d'horizon de la technologie actuelle de découpe jet d'eau et laser en présentant pour chacune d'elles leurs paramètres, leurs avantages et leurs inconvénients. Puis nous avons traité du cas de la découpe hybride par laser guidé par jet d'eau. Ce concept récent a été développé il y a quinze ans de cela par la société suisse Synova mais reste actuellement cantonné à la micro découpe car il n'utilise pas le jet d'eau (quelques MPa) pour découper mais pour focaliser le laser et refroidir la zone découpée. Dans le but d'élargir les champs d'application d'un tel concept et afin de le transformer en un réel procédé de découpe hybride de puissance dans lequel l'eau (quelques centaines de MPa) et le faisceau laser sont les deux vecteurs de coupe, nous avons abordé d'un point de vue scientifique divers sujets.

Tout d'abord nous avons développé un dispositif simple, non intrusif et original de mesure in-situ des propriétés physiques des liquides statiques ou dynamiques sous haute pression basé sur le principe de l'interféromètre de Michelson. L'application de ce procédé a permis la détermination de l'indice de réfraction (et sa dispersion en longueur d'onde) et de la densité de l'eau pure de la pression atmosphérique jusqu'à 250 MPa (2500 bars) à température ambiante. Le lien entre longueur d'onde, pression et indice a été déduit et formulé par l'une des équations modifiées de Tait-Bradley-Pitzer et de Sellmeier. A partir de l'équation modifiée de Tait reliant la densité à la pression, nous avons établi une relation simple entre la densité et l'indice de réfraction, basée sur une loi exponentielle de premier ordre. Par ailleurs, à l'aide de l'équation de Lorentz-Lorenz et des résultats expérimentaux, nous avons déterminé de façon originale la polarisabilité de l'eau à température ambiante et à une pression montant jusqu'à 250 MPa.

En comparant l'ensemble de ces résultats, nous avons montré que les trois formules, de Tait-Bradley-Pitzer, Sellmeier et Lorentz-Lorenz peuvent être considérées comme des formules équivalentes pour la détermination de l'indice de réfraction de l'eau dans la plage de pression considérée. Ces résultats trouvent une application directe dans la création de capteurs optiques de pression (et/ou de densité) précis, non-intrusifs et non perturbateurs pour des mesures des fluides statiques ou en mouvement (application possible pour des mesures sur pipelines par exemple). Ce travail a été publié dans une revue internationale (Journal of Chemical Physics).

Nous avons également conçu et testé plusieurs formes de chambre de couplage eau/faisceau laser. Pour ce faire, nous avons réalisé des simulations d'hydrodynamisme à l'aide du logiciel Fluent qui montrent que la géométrie limitant au mieux les perturbations et augmentant par là même la qualité du jet est celle de forme cylindrique présentant une hauteur très grande par rapport au diamètre. A l'opposé, les calculs théoriques d'absorption stipulent que la géométrie doit présenter une hauteur la plus faible possible pour assurer le passage du faisceau laser de puissance avec le minimum d'absorption. En effet, il est à noter qu'aux longueurs d'onde émises par les lasers de découpe (proche infrarouge et visible), l'absorption de l'eau est importante. Les formes de chambre à faible épaisseur ont donné les résultats les plus probants puisque des perçages et découpes ont pu être réalisés sur des tôles en acier de 0,8 mm en utilisant un jet hybride possédant une haute énergie optique de 500 W et une basse pression hydraulique de 20 bars. Nous avons également mis en évidence des contraintes additionnelles telles que le passage subversif de bulles d'air devant le faisceau ainsi que des reflets sur les tôles dont la cause reste encore partiellement inconnue. Actuellement, la fabrication d'une nouvelle tête hybride permettra sans doute d'obvier ces éléments perturbateurs.

Enfin, nous avons étudié les réactions à l'interface entre le laser, le fluide et la matière grâce à un système spécial de coupe jet d'eau/laser convergents à la surface des échantillons. Pour cela, nous avons effectué des tests de découpe avec un système hybride, sans la chambre de couplage, de deux matériaux choisis comme standard, l'acier inoxydable 301L et l'alliage de titane TA6V. Nous avons ainsi mis en évidence, à l'aide de différentes techniques (Raman, DRX, Microscopie optique et électronique), la formation de différents oxydes de fer comme la magnétite, l'hématite et la chromite ainsi la formation d'un oxyde de titane, le rutile.

L'obtention de ces produits sur les bords de coupe et dans les résidus suggère que la découpe hybride est vraisemblablement due à une réaction quasi instantanée d'oxydation du métal ; oxyde qui se désolidarise ensuite de la matrice d'acier par effet mécanique du jet. De plus, l'oxyde se forme, selon les vitesses d'avance, soit de manière chaotique, soit de manière idiomorphe euhédrale. Un avantage additionnel à sa fonction première de découpe du système que nous avons développé serait de lui permettre d'être utilisé comme outil de traitement de surface pour protéger les pièces, la magnétite et le rutile étant des oxydes passivants. Les résultats obtenus dans cette partie du travail ont été soumis à une revue internationale récemment.

Cette thèse a également ouvert un panel d'axes futurs de recherches. En effet, d'un point de vue optique, il reste encore à caractériser l'évolution du guidage par le fluide le long du jet (qualité de faisceau en fonction de différents paramètres physiques comme la pression par exemple). Il faudra, en conception, intégrer à la tête un système d'étanchéité cône-cône de manière à assurer la tenue à très haute pression ; chose limitée à l'heure actuelle par le hublot en saphir. Dans une partie plus orientée thermodynamique et cinétique de réaction, d'autres tests devront encore être effectués pour vérifier l'évolution des différentes réactions en fonction de la pression du jet d'eau. Il faudra également mener des campagnes d'essais pour mesurer finement la température à l'interface fluide/solide/lumière afin de déterminer le cheminement des phénomènes d'oxydation. Des études complémentaires en science des matériaux et chimie nécessiteront de remplacer l'acier par d'autres matériaux (métaux, polymères...) et d'utiliser d'autres produits que l'eau (fonctions organiques diverses) afin de diversifier les réactions et les traitements de surface.

Comme nous pouvons le constater, le procédé hybride n'en est encore qu'à ces débuts mais nous avons démontré pendant cette thèse la faisabilité et les intérêts de la découpe hybride pour la découpe de matériaux métalliques. Néanmoins, de longues années de recherches sont encore à prévoir pour maîtriser parfaitement le processus de coupe et arriver à un dispositif commercialisable.



# ***INDEX***



# Index des figures

---

Fig I.1 : Schéma d'installation d'une chaîne de découpe jet d'eau (Source CRITT TJFU) ....	30
Fig I.2 : Schéma de principe d'un générateur multiplicateur ..... de pression (Source CRITT TJFU) .....	31
Fig I.3 : (Source CRITT TJFU) : (a) Schéma d'une tête de découpe eau pure..... (b) Schéma d'une tête de découpe abrasive .....	32
Fig I.4 : Retard de coupe (Source CRITT TJFU).....	37
Fig I.5 : Qualité de la tranche en fonction de la vitesse de coupe ..... et vue du retard de coupe (Source CRITT TJFU) .....	38
Fig I.6 : (Source [23]) : (a) flux laminaire en eau pure ..... (b) flux laminaire avec ajout de polymère .....	39
Fig I.7 : Schéma de principe d'un laser (Source INSA-Lyon).....	41
Fig I.8 : Energie de transition dans le laser CO <sub>2</sub> (a) et Nd-YAG (b) .....	43
Fig I.9 : Schéma de fonctionnement d'un laser YAG (Source IREPA Laser).....	43
Fig I.10 : Schéma de fonctionnement d'un laser CO <sub>2</sub> (source IREPA Laser) .....	44
Fig I.11 : Tête de découpe laser (Source A2Laser).....	45
Fig I.12 : Zones affectées thermiquement après passage d'un laser ..... sur une plaque en alliage de titane [40].....	47
Fig II-1 : Fontaine de Colladon [3] .....	56
Fig II-2 : Fontaine jet d'eau/laser (Source CNRS).....	56
Fig II-3 : Tranche de fibre optique à saut d'indice et évolution d'indice de réfraction associé (Source Wikipédia) .....	57
Fig II-4 : Evolution de la pression dans un jet en fonction du déplacement radial (Source CRITT TJFU).....	58
Fig II-5 : Indice de réfraction en fonction de la pression [7] .....	58
Fig II-6 : Schéma de principe d'une tête hybride (source CRITT TJFU).....	59
Fig II-7 : Différence thermique entre la découpe laser et la découpe hybride (source CRITT TJFU) .....	60
Fig III-1 : Evolution de l'indice de réfraction de l'eau pour une longueur d'onde de 589,3 nm à 25°C selon Vedam (écart par rapport à la valeur à 0,1 MPa) [2] .....	71
Fig III-2 : Phénomène de réfraction à l'interface entre deux milieux .....	74
Fig III-3 : Principe de fonctionnement du banc d'essai .....	75
Fig III-4 : Schéma de principe d'un interféromètre de Michelson (Source wikipedia) .....	76
Fig III-5 : Cassure sur un saphir d'épaisseur 3 mm parallèle à l'axe c du cristal. ....	80
Fig III-6 : Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la pression à 23°C.....	82
Fig III-7 : Evolution des coefficients de Sellmeier en fonction de la pression .....	85
Fig III-8 : Comparaison de l'indice de réfraction mesuré et de l'indice calculé à l'aide de TBP et de Sellmeier à 532 et 633 nm .....	87
Fig III-9 : Polarisabilité en fonction de la pression pour différentes longueurs d'onde.....	89
Fig III-10 : Densité de l'eau en fonction de la pression ..... et de la longueur d'onde à 23°C .....	92
Fig III-11 : Coefficients a et b en fonction de la longueur d'onde.....	93
Fig IV-1 : Schéma de la chambre pour simulations d'hydrodynamique.....	104
Fig IV-2 : Maillage et répartition des cellules unitaires de la chambre en configuration A1 .....	108
Fig IV-3 : Maillage final et répartition des cellules unitaires de la chambre en configuration B1 .....	108

Fig IV-4 : Résultats des simulations : évolution du paramètre de turbulence k pour les différents modèles à 100 MPa.....	111
Fig IV-5 : Résultats des simulations de turbulence k pour les différents modèles à 300 MPa .....	112
Fig IV-6 : Coefficient d'absorption de l'eau en fonction de la longueur d'onde .....	113
Fig IV-7 : Puissance transmise en fonction de la distance parcourue dans l'eau pour une puissance initiale de 1000 W .....	114
Fig IV-8 : Schéma de principe de la chambre hybride.....	116
Fig IV-9 : Banc d'essai pour la tenue au flux des saphirs .....	118
Fig IV-10 : Vue de 3 formes de chambres testées avec a) Lch=40mm, b) Lch=30mm et c) Lch=3mm .....	119
Fig IV-11 : Schéma du waist d'un faisceau gaussien .....	121
Fig IV-12 : Schéma de l'outil hybride .....	122
Fig IV-13 : Station d'essai .....	123
Fig IV-14 : Longueur de cohérence du jet en fonction du diamètre de busesur la chambre plate .....	125
Fig V-1 : Vue d'ensemble du système de découpe hybride découplé .....	134
Fig V-2 : Vue rapprochée de la zone de découpe .....	134
Fig V-3 : Schéma de la découpe avec un jet d'eau et un laser focalisé à la surface de la tôle.....	135
Fig V-4 : Echantillon après découpe avec zoom sur la zone oxydée.....	137
Fig V-5 : Largeur de la zone oxydée en fonction de la vitesse de coupe.....	137
Fig V-6 : Cristaux idiomorphes de magnétite (V=1,1 m/min).....	139
Fig V-7 : Différentes positions du jet par rapport au vecteur d'avance vue du dessus.....	139
Fig V-8 : Schéma de la coupe transverse pendant l'essai .....	140
Fig V-9 : Cliché MEB transverse du bord de coupe .....	140
Fig V-10 : Taille de la bavure en fonction de la position du jet.....	141
Fig V-11 : Vue en coupe d'une bavure après découpe en position 4 .....	141
Fig V-12: Spectre de diffraction des rayons X sur le matériau brut et la zone oxydée du matériau coupé .....	142
Fig V-13a : Imagerie MEB transversale au bord de coupe. ....	143
Fig V-13b : Cartographie EBSD de la zone sélectionnée .....	144
Fig V-13c : Indexation des phases : en jaune la martensite et en bleu l'austénite.....	144
Fig V-14 : Cartographie linéaire chimique du bord de coupe (à droite sur l'image) .....	145
Fig V-15 : Cartographie linéaire de la surface de l'échantillon à partir de l'arête de coupe vers le centre de l'échantillon (V=0,3 m/min) .....	146
Fig V-16 : Spectre Raman de la zone brute et de la zone oxydée.....	147
Fig V-17 : Largeur à mi-hauteur du pic du carbone désordonné en fonction de la distance parcourue à partir du bord de coupe .....	148
Fig V-18 : Position du pic du carbone désordonné en fonction de la distance parcourue à partir du bord de coupe .....	148
Fig V-19 : Diagramme de phase Fe-O [45].....	149
Fig V-20 : Cliché MEB des résidus de coupe .....	150
Fig V-21 : Spectre Raman des résidus de coupe .....	151
Fig V-22 : Vue macroscopique d'un échantillon de TA6V après coupe.....	153
Fig V-23 : Largeur de la zone oxydée en fonction de la vitesse de coupe.....	153
Fig V-24 : Diffractogrammes DRX de la zone oxydée et du matériau brut .....	155
Fig V-25 : Spectres Raman du matériau brut, de la zone oxydée et des résidus de coupe ...	156
Fig V-26 : Diagramme de phase Ti-O [44] .....	157

# Index des tableaux

---

Tableau I.1 : Caractéristiques techniques de la découpe jet d'eau .....	32
Tableau I.2 : Paramètres standard de coupe .....	35
Tableau I.3 : Avantages et inconvénients des lasers YAG et CO2.....	41
Tableau I.4 : Vitesse de coupe dans différents matériaux .....	45
Tableau III-1 : Indice de réfraction à pression ambiante et 25°C [6].....	787
Tableau III-2 : Constantes de dispersion de Sellmeier pour l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression à 23°C (voir Eq. 7).....	85
Tableau III-3 : Polarisabilité en fonction de la densité et/ou de la pression pour diverses longueurs d'onde à 23°C.....	90
Tableau III-1 : Coefficients de la formule de densité dans le spectre visible à 23°C.....	92
Tableau IV-1 : Valeur numérique des différents paramètres .....	104
Tableau IV-2 : Valeur numérique des variables pour chaque pression.....	107
Tableau IV-3 : Propriétés optiques et physiques du saphir .....	117
Tableau IV-4 : Caractéristiques du waïst à 200W .....	123
Tableau V-1 : Composition chimique de l'acier 301L.....	136



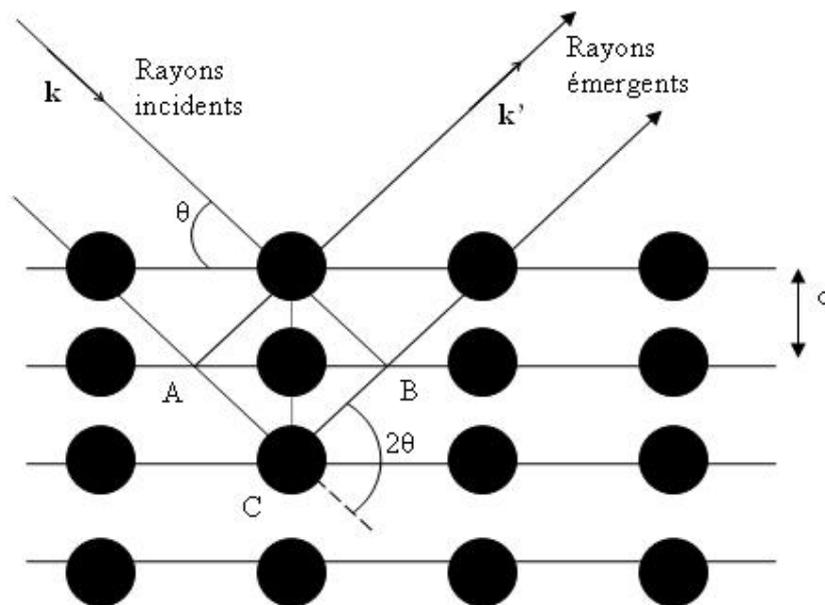
# ***ANNEXES***



# Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une technique permettant de connaître la structure cristalline d'un échantillon. Pour produire des rayons X, des électrons sont arrachés à un filament de tungstène chauffé électriquement puis sont accélérés sous l'effet d'un champ électrique intense pour bombarder une anode. Le matériau de l'anode, excité par les électrons, va alors émettre des rayons X par transition électronique et, dans une moindre mesure, par effet Bremsstrahlung. Un monochromateur est donc utilisé pour ne laisser passer que la longueur d'onde fondamentale de transition.

Les deux métaux couramment utilisés pour l'anode sont le cuivre, qui produit des rayons X de longueur d'onde  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$  et le molybdène,  $\lambda = 0,709 \text{ \AA}$ . Pour avoir une diffraction optimale, il faut utiliser un rayonnement de longueur d'onde du même ordre de grandeur que l'espace interatomique du réseau.



**Fig.A-1 : Principe de diffraction des rayons X**

Les rayons X étant envoyés vers l'échantillon à analyser, il n'y a diffraction que lorsque la loi de Bragg est respectée. Un cristal peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules), appelés nœuds, repérés par des disques noirs sur la figure ci-dessus. La figure 1 représente une coupe de plans réticulaires passant par les centres de ces éléments, espacés d'une distance  $d$ . L'angle  $\theta$  (appelé angle de Bragg) détermine l'incidence d'un faisceau parallèle de rayons X sur ces plans réticulaires. Notez que

# Diffraction des Rayons X (DRX)

---

$\theta$  est le complémentaire de l'angle d'incidence usuel en optique. La différence de chemin optique entre les deux rayons lumineux particuliers représentés vaut  $AC + CB = 2d \sin \theta$ . Ils interfèrent de manière constructive lorsque la différence de marche est égale à un nombre entier  $n$  de longueur d'onde. C'est la loi de Bragg :  $n\lambda = 2d \sin \theta$

L'intensité du signal lumineux diffracté est importante à analyser. En effet, elle dépend de la nature des atomes et de leurs positions suivant le facteur de structure :

$$F_{calc,hkl} = \sum_{\text{atomes } j} f_j\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right) e^{-B_j\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)^2} e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$$

Avec  $x_j, y_j, z_j$ , les coordonnées de l'atome  $j$  dans la maille,  $f_j(\sin \theta / \lambda)$ , le facteur de forme de l'atome  $j$  et  $B_j$  le facteur d'agitation thermique. Ce dernier réduit la cohérence de diffraction entre atomes équivalents dans des mailles différentes. Le facteur  $f_j(\sin \theta / \lambda)$  varie en fonction de l'angle de Bragg  $\theta$  ; il est égal au numéro atomique  $Z$  de l'atome lorsque le faisceau de rayons X n'est pas dévié ( $\theta = 0$ ), car l'ensemble du cortège électronique de l'atome participe à la diffraction. Quand  $\theta$  augmente, il diminue, du fait de la perte de cohérence entre les ondes diffusées par différentes portions de l'atome. Pour chaque élément chimique, la variation de la fonction  $f(\sin \theta / \lambda)$  est modélisée par une superposition de quatre exponentielles dont les paramètres  $a_i, b_i$  et  $c$  sont tabulés :

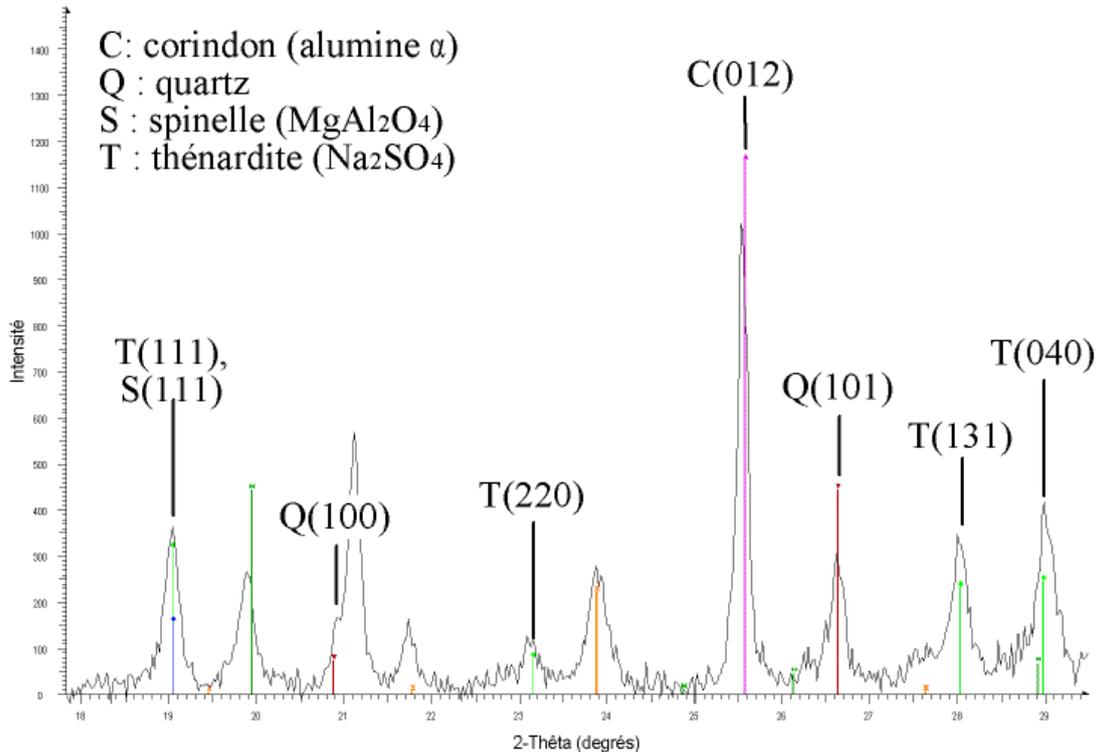
$$f(\sin \theta / \lambda) = a_1 e^{-b_1(\sin \theta / \lambda)^2} + a_2 e^{-b_2(\sin \theta / \lambda)^2} + a_3 e^{-b_3(\sin \theta / \lambda)^2} + a_4 e^{-b_4(\sin \theta / \lambda)^2} + c$$

L'intensité mesurée est proportionnelle au carré du module du facteur de structure et permet de déterminer la nature atomique des éléments chimiques et leur position dans la maille ; il est donc possible de caractériser entièrement le motif cristallin.

Durant l'essai, l'échantillon est placé sur un système goniométrique de telle sorte que l'échantillon et/ou le détecteur puissent tourner autour des différents axes. Le diffractogramme le plus courant donne l'intensité diffractée en fonction de  $2\theta$ . Pour l'indexation des pics, les positions peuvent être comparées avec celles contenues dans les fiches de la base de l'ICDD

# Diffraction des Rayons X (DRX)

(International Centre for Diffraction Data) qui contient plus de 600 000 diagrammes de référence. La figure 2 montre un diffractogramme de roche indexé à l'aide de ces fiches.



**Fig.A-2 : Exemple de diffraction des rayons X**

La DRX est une technique qui permet d'étudier la texturation en étudiant les différences qui apparaissent dans le diffractogramme lorsqu'on fait pivoter l'échantillon autour des différents axes. Il ne permet pas seulement de définir les composés chimiques présents dans l'échantillon mais également de suivre la déformation des matériaux (étirement ou compression de la distance interatomique qui entraîne un décalage des angles de Bragg), la dilatation due à la température... Tout cela fait de la DRX un système non destructif indispensable dans la caractérisation des matériaux.

# Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Par définition, la technique de l'EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction ou Diffraction des Electrons Rétrodiffusés) permet de déterminer les orientations cristallographiques des grains d'un matériau par l'indexation de diagrammes de Kikuchi, à condition de connaître au préalable leur structure cristallographique.

Cette technique consiste, à l'aide d'un microscope électronique à balayage, à focaliser un faisceau d'électrons stationnaires sur un grain dont on cherche à déterminer l'orientation. Les électrons rétrodiffusés qui sont en incidence de Bragg avec les plans du matériau sont diffractés.

Dans la figure 3, l'onde incidente  $k$ , en traversant le matériau, subit, à une certaine profondeur, au point  $D_1$ , une collision inélastique. Les directions de diffusion qui atteignent les plans cristallins proches avec un angle égal à l'angle de Bragg  $\theta_B$  diffractent. Comme l'onde  $D_1B$  a subi la collision avec un angle plus petit que  $D_1A$ , alors  $D_1B$  a une intensité plus élevée que  $D_1A$ . La majeure partie de ces ondes sera réfléchi aux points  $A$  et  $B$  suivant les directions  $AA'$  et  $BB'$ . L'autre partie poursuivra sa route vers les directions  $AA''$  et  $BB''$ . Comme l'onde arrivant en  $A$  est très faible, l'intensité finale sera très faible dans les directions  $AA'$  et  $BB''$ . Au contraire, l'intensité sera maximale dans la direction  $BB'$ . La bande délimitée par  $AA''BB'$  apparaîtra donc claire et la bande  $AA'BB''$  apparaîtra noire.

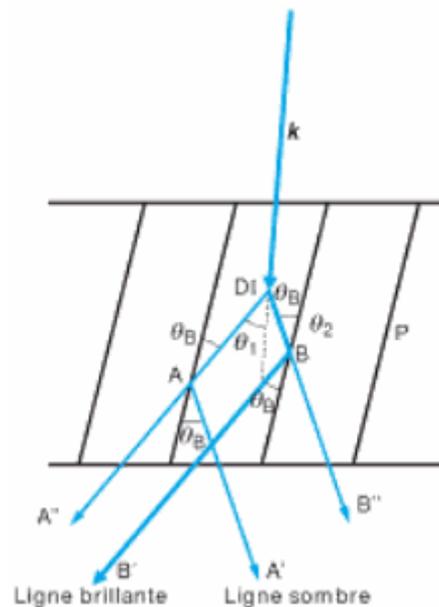
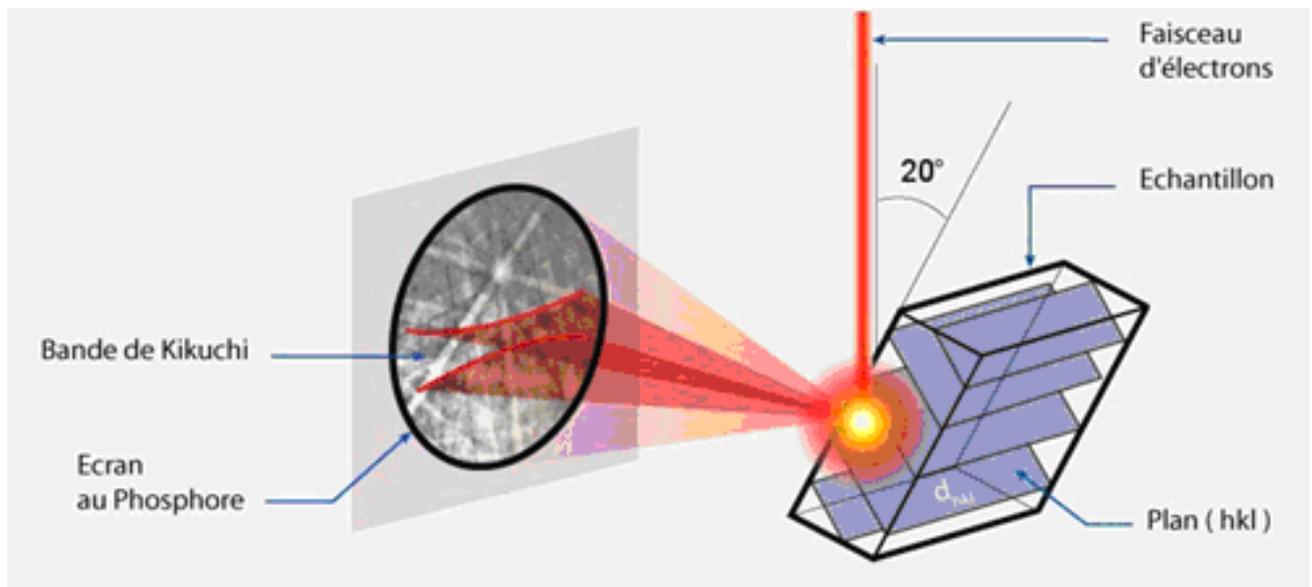


Fig.A-3 : Principe de diffraction suite à une collision inélastique

# Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Ces diffractions donnent naissance à deux cônes (A'AA'' et B'BB''), appelés cônes de Kossel, un pour chacun des plans réflecteurs. L'intersection de ces cônes avec un dispositif de détection (écran au phosphore) forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble de droites superposées constitue un diagramme de Kikuchi comme montré sur la figure 4.



**Fig.A-4 : Schéma d'obtention des bandes de Kikuchi**

L'indexation cohérente des différentes bandes de Kikuchi, en respectant les angles entre les plans cristallographiques et en déterminant leurs axes de zone, permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain par rapport au repère de l'échantillon.

L'efficacité maximale est atteinte lorsque l'échantillon est incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forment un angle de  $70^\circ$ . Le diagramme de Kikuchi se forme sur un écran fluorescent que filme en temps réel une caméra CCD reliée à un ordinateur. Les bandes sont indexées automatiquement par un logiciel qui détermine l'orientation cristallographique correspondante.

Néanmoins, pour obtenir un diagramme de Kikuchi de bonne qualité, la préparation des échantillons est primordiale. Ceux-ci ne doivent en effet présenter ni relief ni écrouissage.

# Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

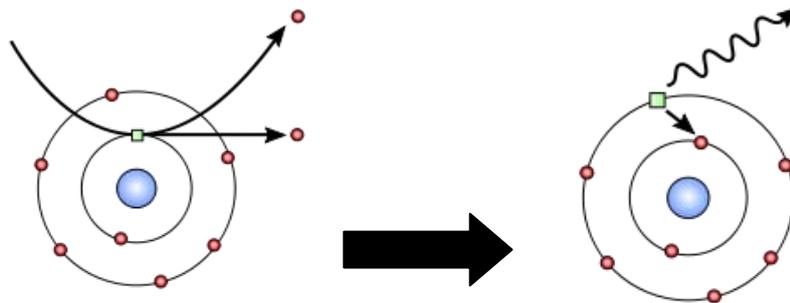
---

Le système EBSD ne permet pas seulement de faire des points mais peut aussi être utilisé pour faire des cartographies d'orientation. Dans ce cas, on balaye la surface à analyser et pour chaque point sont enregistrés les coordonnées, le type de phase, l'orientation et l'indice de qualité du diagramme (intensité moyenne par rapport au bruit de fond). Cette technique permet donc également de montrer les différents grains en étudiant la variation d'orientation.

# Analyse dispersive en énergie (EDS)

L'analyse dispersive en énergie (Energy-dispersive X-ray Spectroscopy) permet de définir la composition chimique d'un échantillon en mesurant le taux d'atomes d'une certaine espèce qu'il contient. Pour réaliser une analyse EDX, l'échantillon est placé dans un microscope électronique à balayage équipé d'une microsonde de Castaing.

La figure 5 montre la production d'un photon X. Lors du bombardement, certains électrons cèdent une partie de leur énergie cinétique à l'atome pour l'exciter en provoquant l'éjection d'un électron. L'atome va se désexciter en faisant tomber un électron d'une couche périphérique vers la couche de cœur en émettant un photon dans le domaine des rayons X. L'analyse du spectre X peut se faire soit par dispersion de longueur d'onde (WDS) soit par dispersion de l'énergie (EDS). Le volume analysé pour la caractérisation chimique est d'environ  $1 \mu\text{m}^3$ .



**Fig.A-5 : Emission d'un électron secondaire puis d'un photon X par désexcitation**

Les photons X sont captés par un détecteur solide, un semi-conducteur de silicium dopé au lithium (on parle de détecteur SiLi) ou un détecteur au silicium à diffusion (drift silicon detector SDD), refroidi à l'azote liquide ou par effet Peltier. Les photons X provoquent des ionisations dans le semi-conducteur, les paires électrons-trous libres migrent sous l'effet du champ électrique de polarisation et provoquent des impulsions de courant dont l'intensité est proportionnelle à l'énergie du photon. Le nombre de photon arrivant avec une certaine énergie est compté et retranscrit sous forme de spectre.

L'énergie  $h\nu$  du photon X, généré par la désexcitation de l'atome suite au départ d'un électron secondaire, est caractéristique des transitions électroniques de l'atome et donc de sa nature chimique. Pour distinguer les diverses raies émises par un atome, on utilise la notation de Siegbahn ; dans cette notation, par exemple, la raie  $K\alpha_1$  désigne une transition du niveau L vers le niveau K.

# Analyse dispersive en énergie (EDS)

---

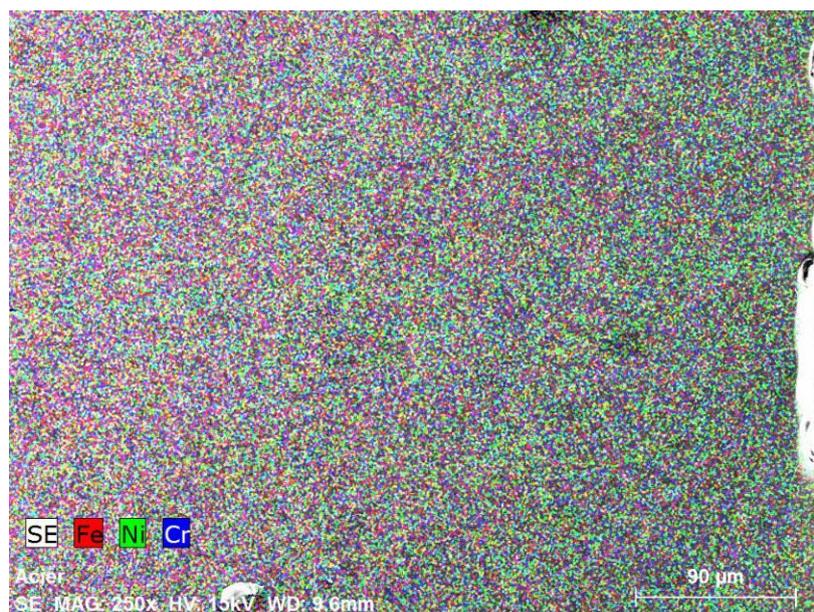
Les éléments légers (faible numéro atomique  $Z$ ) émettent des photons X de faible énergie, qui sont facilement absorbés par les autres atomes et notamment par la fenêtre en béryllium qui protège le détecteur. De plus, les éléments légers ont tendance à se désexciter en émettant un électron Auger plutôt qu'un photon X. Ces deux faits font que les intensités des raies émises par les éléments légers (plus légers que le bore) sont de faible intensité, leur détection et leur quantification sont de fait très difficiles.

D'après Castaing, la relation entre l'intensité  $I$  d'un pic et la concentration massique  $Wt\%$  de l'élément associé est linéaire :

$$I = A.Wt\% + B$$

Les coefficients  $A$  et  $B$  sont obtenus en mesurant l'intensité des raies associées à un échantillon de concentration connue (le coefficient  $B$  est obtenu en associant l'intensité du bruit de fond de part et d'autre du pic à une concentration de 0 %). Il est ensuite possible, à partir de ces coefficients, de retrouver la concentration correspondant à une intensité quelconque de pic. Cette mesure est d'autant plus précise que l'acquisition du standard se fait dans les mêmes conditions que l'échantillon à mesurer (tension d'accélération, courant de sonde, etc.).

Comme le montre la figure 6, la technique EDS permet donc de tracer des profils ou des cartographies de concentration chimique très précises des échantillons.



**Fig.A-6 : Cartographie chimique d'un acier 301L**

# Spectroscopie Raman

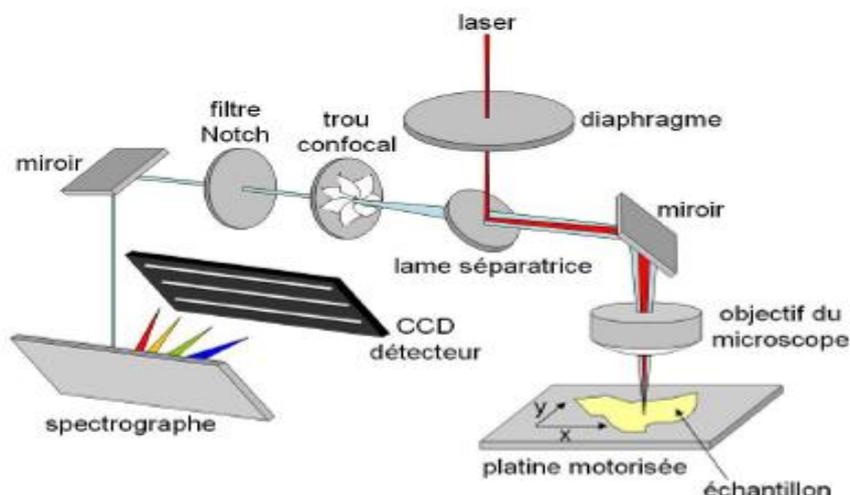
La spectroscopie Raman est une technique de spectroscopie vibrationnelle permettant d'étudier la composition chimique d'un matériau ainsi que son état de contrainte. L'effet Raman, découvert en 1928, est dû à une collision inélastique d'un photon dans un matériau. La différence d'énergie entre le photon émis et le photon incident peut s'expliquer de deux manières :

- Le photon a perdu de l'énergie en créant un phonon (raies Stokes)
- Le photon a gagné de l'énergie en absorbant l'énergie d'un phonon (raies anti-Stokes)

Le spectre obtenu très rapidement (moins d'une seconde) donne généralement l'intensité mesurée en fonction du nombre d'onde  $\nu$  (inverse de la longueur d'onde) car  $E=hc/\lambda=h\nu$ .

Les appareils se composent généralement (figure 7) :

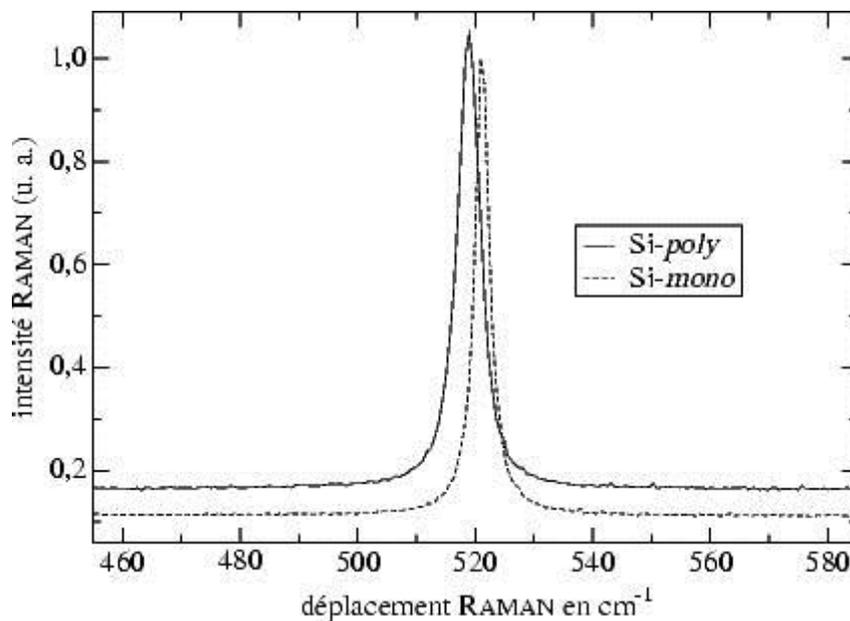
- d'une source laser excitatrice, la longueur d'onde est choisie dans le visible où le proche infrarouge, permettant de s'affranchir de l'effet de fluorescence
- d'un microscope optique, utile à la focalisation de la source laser sur l'échantillon
- d'un jeu de filtres atténuateurs, permettant de réduire l'intensité du rayonnement incident et d'inhiber l'hypothèse d'une dégradation thermique
- d'une optique de collection : le signal émis est dirigé à travers un trou confocale et d'un filtre de réjection aussi appelé filtre Notch ou Edge
- d'un système d'analyse spectrale composé de réseaux dispersifs holographiques
- d'un capteur CCD (Coupled Charge detector)



**Fig.A-7 : Schéma de principe du spectromètre Raman**

# Spectroscopie Raman

La position de la bande (ou pic) de diffusion Raman renseigne sur la nature de la liaison chimique du matériau et est caractéristique de l'énergie de vibration de la liaison en question. Le décalage de la bande de diffusion est dans bien des cas le résultat de sollicitations mécaniques s'appliquant à l'échelle macroscopique sur le matériau. La contrainte macroscopique se traduit par une perturbation de la longueur des liaisons chimiques et, par conséquent, des modes de vibrations. Il y a donc déplacement de la bande autour de sa position d'équilibre. La figure 8 montre ce décalage entre les spectres du silicium monocristallin et polycristallin. L'analyse du décalage de ces bandes de diffusion Raman permet de remonter aux champs de contraintes dans le matériau sollicité.



**Fig.A-8 : Spectre Raman du Si mono et polycristallin**

La largeur à mi-hauteur de la bande de diffusion Raman est caractéristique du désordre local de l'atome ou de la molécule. Autrement dit, plus la largeur à mi-hauteur est petite, plus le matériau est organisé et adopte une configuration régulière. On retrouve cet aspect sur la figure 8 où la largeur à mi-hauteur du Si monocristallin est plus fine que celle du Si polycristallin.







## *Résumé :*

---

Depuis une dizaine d'années, la découpe par jet hybride où un jet d'eau fait office de guide d'onde pour le laser est utilisée avec succès dans le domaine de la microélectronique. Afin de développer cette technologie pour l'amener vers d'autres marchés tels que l'automobile, la chaudronnerie ou l'aéronautique, il est nécessaire d'augmenter la puissance des lasers et la pression du jet. A ces hauts niveaux énergétiques, les nouvelles interactions qui apparaissent entre la lumière et le fluide ainsi que les modifications du matériau engendrées par le jet hybride n'ont encore jamais été étudiées d'un point de vue physico-chimique. Nous avons donc d'abord mis au point un système permettant de mesurer les propriétés optiques de l'eau à très haute pression dont une application directe pourrait être un capteur optique de pression des fluides. Ainsi et de façon originale, ce travail a permis de mesurer l'indice de réfraction et la polarisabilité de l'eau jusqu'à 250 MPa en modélisant leurs évolutions à l'aide des équations de Tait, de Sellmeier et de Lorentz-Lorenz. Cette étude a débouché sur la création d'un modèle reliant directement la densité du fluide à la mesure de son indice de réfraction. Suite à ces résultats, nous avons pu, après des simulations d'hydrodynamisme, concevoir une tête permettant le couplage d'un laser haute puissance guidé par jet d'eau haute pression. Nous avons alors testé diverses formes de chambres permettant le couplage d'un jet hybride de nouvelle génération. En parallèle, nous avons étudié l'impact physico-chimique d'un jet hybride découplé où le laser et le jet d'eau sont focalisés, pour la découpe, à la surface d'échantillons en acier 301L et en alliage de titane TA6V. Les résultats ont été obtenus par spectroscopie Raman, Diffraction des Rayons X (DRX), microscopie optique et microscopie électronique à balayage couplé à de l'analyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) et à de l'analyse d'orientation cristallographique (EBSD). Lors de la découpe, des transformations de phases et une couche oxydée apparaissent à la surface des échantillons. Nous avons montré notamment que ces couches d'oxydes ainsi que les résidus de coupe sont en majeure partie constitués de magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) et de rutile ( $\text{TiO}_2$ ).

## *Abstract*

---

For a decade, the hybrid jet cutting where a water jet acts as waveguide for the laser has been successfully used in the field of microelectronics. To develop this technology and bring it up to other markets such as automotive, boiler or aerospace, it is necessary to increase both the laser energy and the water jet pressure. At these high energy levels, new interactions that occur between light and fluid as well as the material changes caused by the hybrid jet have never been studied from a physicochemical point of view. So, at first, we have devised a system allowing measurements of optical properties of water at high pressure with a possible direct application in optical sensor for fluid pressure. In an original way, this work has allowed us to measure the refractive index and polarizability of water up to 250 MPa and model their evolution using Tait, Sellmeier and Lorentz-Lorenz equations, respectively. A direct result of this study is the creation of a model linking directly the fluid density to the measurement of its refractive index. Following these developments and after hydrodynamics simulations, we have designed a specific head for coupling a high power laser guided by high pressure water jet. Then we have tested various head types allowing the coupling of a new generation hybrid jet. In the same time, we have studied the physicochemical impact of decoupled hybrid jet where the laser and water jet are both focused, for cutting, at the surface of 301L steel and titanium alloy TA6V samples. The analysis have been done by Raman spectroscopy, X-ray diffraction (XRD), optical microscopy and scanning electron microscopy coupled with EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) analysis and the crystallographic orientation (EBSD) analysis. During cutting, a phase transformation and an oxidized layer appear on the surface of the samples. We have shown in particular that these oxide layers and cutting residues are mainly composed of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) and rutile ( $\text{TiO}_2$ ).