



# THÈSE

pour l'obtention du grade de

**Docteur de l'Université Paul Verlaine-Metz**

Ecole doctorale : Energie Mécanique et Matériaux

Discipline : Sciences des matériaux

Spécialité : Mécanique des matériaux

Présentée par

**Hicham LARIBOU**

---

## **Mécanismes d'endommagement et de traitement des surfaces métalliques par un jet d'azote à basse température**

---

*Soutenue le 12 Octobre 2011 devant la Commission d'Examen composée de :*

### **-Jury-**

Pr. Laurent TABOUROT	Université de Savoie - SYMME	Rapporteur
DR. Patrick VILLECHAISE	CNRS, ENSMA de Poitiers - Institut P'	Rapporteur
Pr. Riad BENELMIR	UHP Nancy1 - LERMAB	Examineur
Dr. Olivier BOUAZIZ	Ingénieur, ArcelorMittal Research	Président
Pr. Thierry CZERWIEC	Ecole des mines de Nancy - LSGS	Examineur
Pr. Claude FRESSENGEAS	Université Paul-Verlaine Metz - LEM3	Directeur
Dr. Denis ENTEMEYER	Université Paul-Verlaine Metz - LEM3	Co-directeur
Pr. Thierry GROSDIDIER	Université Paul-Verlaine Metz - LEM3	Membre invité
Dr. Véronique JEANCLAUDE	Université Paul-Verlaine Metz - LEM3	Membre invité
Dr. Abdel TAZIBT	Directeur R&D, CRITT Bar le Duc	Membre invité

«Pour explorer le champ des possibles,  
le bricolage est la méthode la plus efficace»

**Hubert Reeves**

A mes parents

A mon frère et ma sœur,

Vous vous êtes dépensés pour moi sans compter.

En reconnaissance de tous les sacrifices consentis  
par tous et chacun pour me permettre d'atteindre  
cette étape de ma vie.

Avec toute ma tendresse.

Je dédie ce travail.

# Remerciements

Ce mémoire conclue quatre années de travaux réalisés au Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux **LEM3** (anciennement **LPMM**).

Je remercie tout d'abord l'ensemble des partenaires du projet **JAZOLTHOP** pour leur implication et leur forte collaboration dans la thèse. Sans leur aide, ce travail de thèse n'aurait pas pu aboutir. L'**ANR** et les collectivités locales sont vivement remerciées pour le co-financement de ce projet.

Je tiens à remercier mon directeur de thèse **M. Claude FRESSENGEAS** de m'avoir témoigné durant ces quatre années une totale confiance. Lors de ce travail qu'il m'a confié, il m'a aidé minutieusement avec amabilité et patience malgré ses occupations. J'ai beaucoup admiré sa simplicité, son ardeur au travail, ses qualités humaines et son raisonnement scientifique. C'est ici pour moi l'occasion de lui témoigner toute ma gratitude.

Je tiens également à adresser mes sincères remerciements à **Mme. Véronique JEAN-CLAUDE**, et **M. Denis ENTEMEYER** pour avoir co-encadré cette thèse, pour leur grande disponibilité et leurs conseils avisés mais aussi pour leurs qualités humaines.

Que Monsieur **Abdel TAZIBT** (Directeur de recherche au CRITT TJF&U à Bar le Duc) trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance pour m'avoir assisté durant tous les essais expérimentaux. Ensemble, nous avons pu surmonter tous les problèmes que nous avons rencontrés. Sans lui, beaucoup de choses n'auraient pas été possibles.

Je ne manquerai pas non plus de dire un grand merci aux membres du jury qui ont accepté, sans réserve aucune, d'évaluer cette thèse à sa juste valeur, et de me faire part de leur remarques sûrement pertinentes qui, avec un peu de recul, contribueront, sans nul doute, au perfectionnement du présent travail.

Je souhaite remercier **M. Serge DOMINIACK** et **M. Raphaël PESCI** du **LEM3** pour leur disponibilité et leur professionnalisme. Ils sont à la base de la réussite de la partie investigation post-impact et essais de traction à différentes températures.

Je remercie également l'ensemble du personnel du laboratoire **LEM3** : chercheurs, doctorants, personnels administratifs et techniciens pour leur sympathie et leur accueil chaleureux.

Sur un plan plus personnel, je souhaiterais que ma famille, tous mes amis et toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à l'aboutissement de cette thèse, se reconnaissent pour recevoir mes remerciements les plus sincères.

# Table des Matières

<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE.....</b>	<b>- 1 -</b>
<b>CHAPITRE I.....</b>	<b>- 5 -</b>
<b>I. HISTORIQUE.....</b>	<b>- 6 -</b>
<b>II. TECHNOLOGIE DU PROCEDE JAZOLTHOP.....</b>	<b>- 7 -</b>
II.1 Jet d'Azote.....	- 7 -
II.2 Installation du procédé JAZOLTHOP.....	- 9 -
<b>III. FONCTIONNEMENT DU PROCEDE.....</b>	<b>- 11 -</b>
<b>IV. PARAMETRES THERMOMECANIQUES DU JET A L'IMPACT.....</b>	<b>- 14 -</b>
IV.1 Introduction.....	- 14 -
IV.2 Vitesse d'écoulement du jet d'azote.....	- 14 -
IV.3 Pression statique du jet d'azote.....	- 16 -
IV.4 Température sur l'axe du jet.....	- 17 -
IV.5 Mesure de la température à l'impact.....	- 17 -
IV.6 Mesure de l'effort du jet à l'impact.....	- 19 -
IV.7 Bilan.....	- 24 -
<b>V. CONCLUSION.....</b>	<b>- 26 -</b>
<b>CHAPITRE II.....</b>	<b>- 27 -</b>
<b>I. INTRODUCTION.....</b>	<b>- 28 -</b>
<b>II. ETUDE EXPLORATOIRE.....</b>	<b>- 28 -</b>

II.1 Montage expérimental et méthodologie.....	- 28 -
II.2 Résultats.....	- 29 -
II.2.1 Plaque en Polychlorure de vinyle (PVC).....	- 30 -
II.2.2 Plaque en Polyméthacrylate de méthyle (PMMA).....	- 31 -
II.2.3 Echantillon en grès.....	- 33 -
II.3 Conclusion.....	- 35 -
<b>III. ETUDE EXPERIMENTALE SUR LES MATERIAUX METALLIQUES.....</b>	<b>- 36 -</b>
III.1 Matériaux testés et comportement à basse température.....	- 36 -
III.1.1 Matériaux à haute contrainte d'écoulement.....	- 37 -
III.1.1.1 Acier bas carbone E24.....	- 37 -
III.1.1.2 Acier inoxydable 316L.....	- 39 -
III.1.2 Matériaux à faible contrainte d'écoulement.....	- 41 -
III.1.2.1 L'aluminium EN AW-1050A.....	- 41 -
III.1.2.2 Cuivre OFHC.....	- 43 -
III.2 Résultats des essais d'impact avec le jet d'azote.....	- 45 -
III.2.1 Résultats des essais dynamiques sur les matériaux à haute contrainte d'écoulement.....	- 45 -
III.2.1.1 Résultats des essais dynamiques d'impact sur l'acier bas carbone E24.....	- 46 -
III.2.1.2 Résultats des essais dynamiques d'impact sur l'acier inox 316L.....	- 55 -
III.2.2 Résultats des essais statiques sur les matériaux à faible contrainte d'écoulement.....	- 60 -
III.2.2.1 Résultats des essais statiques sur l'aluminium EN AW-1050A.....	- 60 -
III.2.2.2 Résultats des essais statiques d'impact sur le cuivre OFHC.....	- 63 -
<b>IV. CONCLUSION.....</b>	<b>- 68 -</b>
<b>CHAPITRE III.....</b>	<b>- 70 -</b>
<b>I. INTRODUCTION.....</b>	<b>- 71 -</b>
<b>II. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENTS SECONDAIRES.....</b>	<b>- 72 -</b>
II.1 Introduction.....	- 72 -
II.2 Augmentation de la pression hydrostatique de l'azote.....	- 72 -
II.3 La surpression induite par coup de bélier.....	- 74 -
II.4 La fissuration.....	- 77 -
II.5 L'écaillage.....	- 82 -
II.5.1 Etat de l'art de l'écaillage.....	- 82 -
II.5.1.1 Ecaillage induit par la propagation d'une onde de choc non-soutenue.....	- 82 -
II.5.1.2 Ecaillage induit par fatigue des roulements à billes.....	- 84 -
II.5.2 Ecaillage induit par impact du jet d'azote sur une surface métallique.....	- 85 -
<b>III. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENTS PRINCIPAUX.....</b>	<b>- 87 -</b>

III.1 Rupture par développement d'ondes de traction thermo-élastique .....	- 87 -
III.2 La décohésion et la fragmentation .....	- 93 -
<b>IV. CONCLUSION .....</b>	<b>- 96 -</b>
<b>CHAPITRE IV .....</b>	<b>- 97 -</b>
<b>I. INTRODUCTION .....</b>	<b>- 98 -</b>
<b>II. DURCISSEMENT DU MATERIAU ET DIFFUSION NON   CONVENTIONNELLE DE L'AZOTE.....</b>	<b>- 98 -</b>
II.1 Durcissement du matériau.....	- 98 -
II.1.1 Eprouvette en l'acier E24 .....	- 100 -
II.1.2 Eprouvette en acier inox 316L.....	- 102 -
II.1.3 Bilan .....	- 104 -
II.2 Diffusion non conventionnelle de l'azote : acier E24.....	- 104 -
<b>III. CONCLUSION.....</b>	<b>- 112 -</b>
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE .....</b>	<b>- 113 -</b>
<b>IV. BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>- 117 -</b>

---

# INTRODUCTION GÉNÉRALE

---

Le traitement des surfaces métalliques utilise divers procédés chimiques (Chemical Vapor Deposition CVD, utilisation de plasmas), thermiques (cold spray, utilisation de plasmas) et physiques (Physical Vapor Deposition PVD) qui changent l'état de surface d'un produit pour en améliorer l'apparence (aspect décoratif), en augmenter la résistance à la corrosion, ou produire des caractéristiques de surface essentielles dans des opérations ultérieures (aspect fonctionnel). Ces traitements de surface sont souvent précédés par des opérations de nettoyage et de décapage, qui sont d'une importance décisive quant à leurs conséquences, car elles conditionnent en grande partie la réussite des opérations ultérieures de fabrication ou de traitement de surface. En sidérurgie par exemple, le décapage situé entre le laminage à chaud et le laminage à froid est une étape importante dans le processus de fabrication de l'acier, il assure l'élimination des couches de calamine formées lors du laminage à chaud (et au cours du refroidissement) qui nuisent à la qualité de l'acier obtenu au bout de la chaîne de production. Ces traitements (nettoyage et décapage) sont donc une préoccupation majeure des industriels et leur amélioration conditionne celle du procédé et du produit fini.

Auparavant, les revêtements et les dépôts étaient éliminés par sablage, grenailage, meulage, grattage et par immersion dans des bains de produits chimiques souvent très nocifs.

De nouvelles alternatives ont vu le jour afin de pallier les problèmes liés à l'usage excessif de ces produits chimiques, et de créer des procédés plus respectueux de l'environnement. Parmi ces alternatives nous trouvons la technologie du jet d'eau à haute pression qui, malgré ses avantages (bonne productivité, meilleure sélectivité, protection de l'opérateur), produit encore divers flux de déchets, qui comprennent les abrasifs à traiter, les boues et d'énormes quantités d'eau chargées de fines particules éjectées. Par ailleurs, le traitement de surface par choc laser reste, au regard des autres procédés, une technologie onéreuse et sa faible productivité demeure un handicap majeur. Une nouvelle technologie cryogénique par projection de glace carbonique (CO<sub>2</sub>) sous forme de pellets, est souvent critiquée pour l'usage du dioxyde de carbone, un des principaux gaz à effet de serre.

L'industrie du nettoyage et du décapage de surfaces est donc régulièrement pointée du doigt pour son impact négatif sur l'environnement. C'est dans l'optique de préserver cet environnement naturel que l'industrie a dû s'adapter à des réglementations législatives environnementales de plus en plus sévères, en purifiant les effluents en bout de chaîne de production. Plus récemment, elle s'est orientée vers des solutions de réduction de la pollution à la source en mettant en œuvre des technologies plus propres. Ces mesures restrictives et exigeantes favorisent l'apparition de nouveaux procédés au travers de ruptures technologiques, puisque les procédés actuels ne satisfont pas les nouvelles normes de respect de l'environnement. Parmi ces nouvelles technologies, on trouve un procédé de traitement de surface par un jet d'azote sous haute pression et à basse température.

Cette technologie, créée et commercialisée pour la première fois par la société américaine Nitrocision en 2005, se présente comme une écotecnologie au regard d'autres procédés de traitement de surface (grenaillage, décapage chimique, décapage cryogénique par CO<sub>2</sub>, jet d'eau, ...). Elle est à ce point innovante que la littérature scientifique et technique internationale semble vierge de toute référence à son sujet. Le principe du procédé consiste à projeter sur la surface à traiter un jet d'azote formé à partir d'un générateur de pression sous 300 à 380MPa, et à - 150°C, à travers une buse, sans générer de déchets additionnels, par recyclage naturel de l'azote dans l'atmosphère. Comme nous le verrons, l'efficacité du jet est due à la conjonction d'un effet cryogénique et d'un effet mécanique. En résumé, l'intérêt majeur de ce procédé est qu'il n'y a pas de produits chimiques nocifs, de gaz à effet de serre, d'effluents liquides, de boues à traiter et de rejet d'abrasifs. Il est en parfaite adéquation avec les besoins du marché de la préparation de surface pour le traitement, l'assemblage de multi-matériaux, les revêtements spéciaux (peinture, résine époxy) pour coque de bateaux ou cuve à pétrole...

le décochage et le nettoyage de moules de fonderie, l'enlèvement de couches contaminées dans l'industrie nucléaire, l'enlèvement du caoutchouc sur les pistes d'atterrissage (aéroport)...etc.

Le caractère à la fois innovant et émergent du procédé a soulevé plusieurs questions telles que : quelles sont les phases de l'azote dans les conditions de pression et de température qui existent entre sa sortie du générateur de pression et son impact sur la surface à traiter ( $P=300\text{MPa}$  et  $T=-150^\circ\text{C}$ )? Quel est l'état de la surface après l'impact ? Le jet d'azote est-il capable de remplacer d'autres techniques telles que le jet d'eau à haute pression ?... etc.

C'est dans le but d'apporter des réponses concrètes quant aux mécanismes d'interaction entre le jet d'azote et le matériau que cette thèse a été réalisée, avec un financement de l'ANR (Agence Nationale de la Recherche), du programme de recherche PRECODD (PRogramme ECotechnologies et Développement Durable) et du FEDER (Fonds Européens de Développement Régional), dans le cadre d'un projet nommé JAZOLTHOP (Jet d'AZOte Liquide à Haute Pression), autour d'une plateforme expérimentale unique en Europe, installée au sein du laboratoire Jet Fluide du CRITT TJF&U à Bar le Duc. Le projet de recherche JAZOLTHOP représente une piste exploratoire vers la réduction de la pollution, le développement durable et l'éco-conception ; il possède un caractère innovant et des potentialités qui nous autorisent à penser que certains aspects négatifs des procédés actuels pourraient être évités dans le futur.

L'objectif principal de cette thèse est donc d'étudier l'interaction entre le jet d'azote et le matériau à traiter. L'absence de toute information relative à ce sujet dans la littérature scientifique et technique nous a amenés à adopter une approche qui consiste à :

- recenser tous les paramètres influençant l'interaction jet matière ;
- étudier l'effet de certains paramètres pertinents sur l'évolution de cette interaction ;
- observer et analyser les surfaces de différents matériaux (PMMA, PVC, béton, acier) impactés, après chaque test ;
- étudier en particulier les mécanismes d'interaction entre le jet d'azote et les surfaces métalliques.

Le premier chapitre de cette thèse présente un aperçu technologique du traitement de surface par la technologie du jet d'azote sous haute pression et à basse température. Après une rapide présentation de l'historique de cette technologie, une deuxième partie est consacrée à la

description du procédé et de son fonctionnement. La dernière partie de ce chapitre s'intéresse à l'étude des paramètres liés au jet et influençant son mode d'action sur la surface.

Le deuxième chapitre est consacré aux différentes études expérimentales réalisées. La première est une étude exploratoire, non exhaustive, dont le but est de nous permettre d'observer l'impact induit par un jet d'azote sur différents types de surfaces. En revanche, la deuxième étude, réalisée sur des matériaux métalliques, est plus détaillée.

Cela nous amène au troisième chapitre, où nous exposons les différents mécanismes d'interaction entre le jet d'azote et les différents matériaux métalliques étudiés. Le dernier chapitre est destiné à présenter une application et un potentiel fort de ce procédé, à savoir le durcissement de surface après l'impact du jet sur certains matériaux.

# CHAPITRE I

## **LA TECHNOLOGIE DU JET D'AZOTE A BASSE TEMPÉRATURE**

## I. HISTORIQUE

Au début des années 1990, le laboratoire national de l'Idaho aux Etats-Unis avait eu pour mission d'ouvrir des bacs à vidange contenant des déchets de matériaux contaminés par du plutonium radioactif. Les technologies disponibles à l'époque, telles que les scies métalliques, les torches à plasma et oxyacétyléniques ainsi que le jet d'eau, ne pouvaient pas être utilisées pour réaliser cette opération car elles présentaient des inconvénients sérieux et des limites environnementales.

En effet les scies métalliques génèrent des étincelles susceptibles d'enflammer les gaz piégés dans ces bacs. Les torches à plasma et oxyacétylénique pourraient enflammer le contenu et causer des incendies et des explosions. Quant à la technologie du jet d'eau, elle utilise des quantités importantes d'eau qui pourraient induire une contamination croisée de l'eau, et aggraver les problèmes de contamination et d'élimination déjà existants (voir Figure I-1).

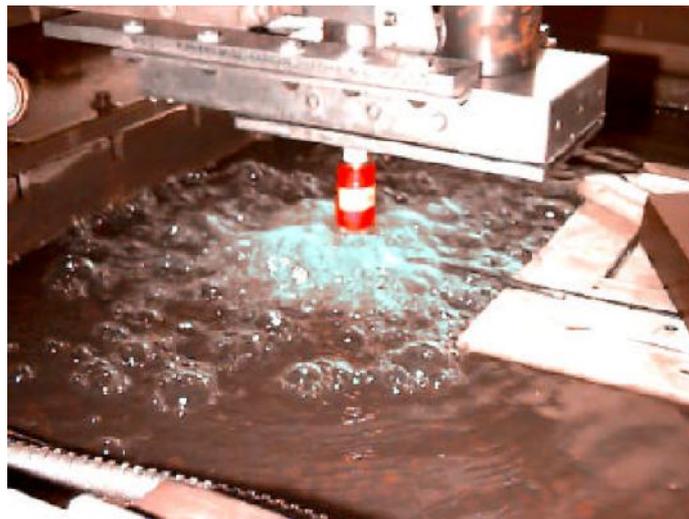


Figure I-1 : Quantité d'eau importante utilisée par la technologie jet d'eau HP [1].

C'est dans ce contexte particulier que naquit dans ce laboratoire l'idée d'utiliser, dans un premier temps un gaz comprimé, et un peu plus tard de l'azote comme outil de découpage. Depuis sa création en 2001, la société américaine NitroCision a été un acteur principal dans l'exploitation de cette technologie.

En 2003, NitroCision a présenté sa technologie NITROJET<sup>®</sup> utilisant de l'azote liquide sous haute pression et à basse température, pour des applications commerciales et industrielles de traitement de surface : décapage, nettoyage, découpage ...etc. En 2005, la techno-

logie a été repérée par le CRITT TJF&U<sup>1</sup> de Bar le Duc, spécialiste français de la technologie des jets fluides à hautes pressions. Conscient du potentiel technologique et environnemental du procédé, le CRITT TJF&U a développé une plate forme expérimentale unique en Europe autour de la technologie américaine NITROJET<sup>®</sup>.

Le caractère récent de la technologie et l'absence de toute référence bibliographique à son sujet ont soulevé plusieurs questions concernant à la fois le comportement thermodynamique du jet d'azote depuis la buse d'injection jusqu'à la cible (matériau à traiter), et les mécanismes mis en jeu lors de l'interaction jet/matériau. Dans ce contexte, le projet JAZOLTHOP lancé par le CRITT TJF&U, est le fruit d'une collaboration entre des partenaires universitaires, le Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée (LEMETA) de Nancy, le Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux de Metz (LPMM) maintenant intégré au LEM3 (Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux), et des industriels : Nitrocision LLC (Idaho Falls, USA), Procer (Saint Louis), Technilor (Hagondange) et CM2T (Longwy), qui vont assurer l'évaluation des résultats scientifiques obtenus et le développement de la technologie dans l'environnement industriel régional.

De son coté, le LEM3 s'est engagé pour contribuer à la compréhension du ou des mécanismes intervenant lors de l'interaction jet/matière. L'étude de cette interaction pourrait contribuer à la constitution d'un outil puissant et efficace pour développer le procédé. En outre, des résultats scientifiques sur le comportement des matériaux pourraient être obtenus en les soumettant de cette façon à une sollicitation thermomécanique originale.

## **II. TECHNOLOGIE DU PROCEDE JAZOLTHOP**

### **II.1 Jet d'Azote**

Le procédé de traitement de surface par jet d'azote s'inscrit dans le cadre du développement durable des écotechnologies. Il se présente comme un procédé propre et innovant au regard d'autres procédés de traitement de surface (voie chimique, grenailage, jet d'eau, ...). Il consiste à projeter sur une surface un jet d'azote issu d'un réservoir à très haute pression (300-380MPa) et basse température (-150°C), sans générer de déchets additionnels par recyclage du gaz «neutre» dans l'atmosphère.

---

<sup>1</sup> Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie Technique Jet Fluide et Usinage.



Figure I-2: Le jet d'azote après sa sortie de la buse de projection

A sa sortie de la buse de projection, le jet d'azote acquiert une vitesse supersonique et devient gazeux. Cependant, il subit de nombreuses transformations thermodynamiques au cours de son trajet dans l'atmosphère, qui amènent à des modifications de la nature et de la composition des phases en présence. Les données thermophysiques de l'azote (cf. Figure I-3) avec les conditions critiques  $P_c=3.3958\text{MPa}$ ,  $T_c=126.192\text{K}$  et  $\rho_c=313.3\text{Kg.m}^{-3}$  [2], montrent que l'on peut passer d'une situation où le jet est constitué d'une phase 100% dense (liquide ou hypercritique) à une situation où le jet est multiphasique et constitué d'un mélange de phases (gaz + liquide + des particules solides), tout en passant par une situation extrême où le jet est 100% gazeux (directement à la sortie de la buse).

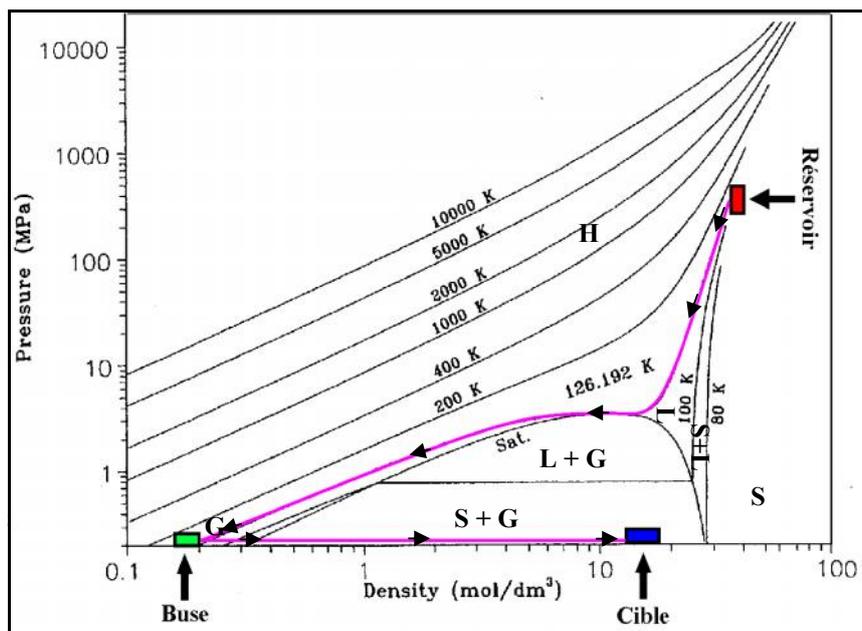


Figure I-3 : Propriétés thermophysiques du jet [2] ; G : domaine gaz ; H : domaine hypercritique ; S : domaine solide ; L : domaine liquide

Comme le suggère la Figure I-3, la nature et la composition des phases du jet à l'impact (plus loin de la buse) sont conditionnées par l'évolution de la pression statique du jet en fonction de la distance de tir : dans le cas où le profil de la pression reste constant, le jet se présente sous forme d'un mélange binaire gaz + solide au voisinage de la cible, en revanche si cette pression augmentait, le jet serait un mélange binaire liquide + gaz.

Par ailleurs, le caractère compressible du jet d'azote est représenté par le nombre adimensionnel de Mach qui se définit comme étant le rapport entre la vitesse locale dans l'écoulement  $U$  et la vitesse de propagation  $c$  des ondes acoustiques dans l'azote ;

$$M = \frac{U}{c} \quad (1)$$

En outre, ce nombre de Mach permet de caractériser les effets de compressibilité intrinsèque qui sont liés à la propagation des ondes acoustiques. En général, ces effets de compressibilité peuvent être négligés pour les nombres de Mach inférieurs à 0,3.

Quant à l'efficacité du procédé, nous notons qu'elle pourrait être fortement influencée par la concentration de la phase liquide ou supercritique en présence au point d'impact. Dans ce qui suit, nous nous intéressons au jet cylindrique, obtenu par le biais d'une tête à monobuse circulaire non rotative, que l'on trouve dans la technologie du jet d'eau pure à haute pression.

## II.2 Installation du procédé JAZOLTHOP

Toutes les expérimentations de caractérisation ou de mesure mettant en œuvre le jet d'azote sont réalisées au sein de la plate forme expérimentale du CRITT TJF&U de Bar le Duc. Cette installation nitrogénique est un prototype, elle comprend les éléments représentés sur la Figure I-4 qui permet de visualiser l'ensemble de l'installation robotisée du procédé.

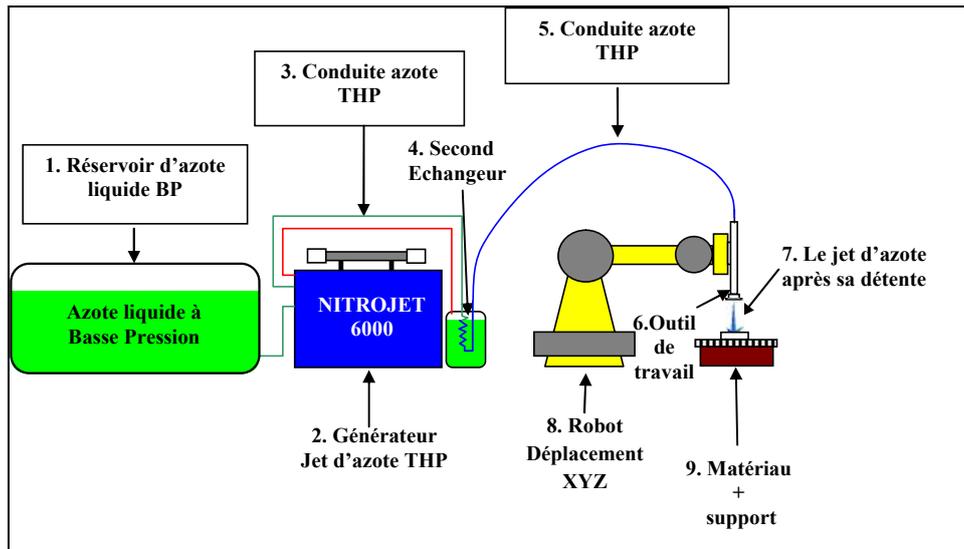


Figure I-4 : Installation robotisée du procédé JAZOLTHOP

Elle comporte les différents éléments suivants :

- un réservoir d'azote liquide à basse pression,
- le générateur d'azote haute pression NITROJET 6000 (cf. Figure I-5), l'élément clé du procédé, permettant la montée en pression de l'azote liquide par compression,
- des échangeurs de chaleur,
- la connectique comprenant conduits, coudes et autres accessoires,
- un porteur, table et robot, permettant un déplacement XYZ,
- un panel de contrôle et de pilotage du générateur et du jet (Figure I-8), permettant d'introduire la pression de consigne,
- les éléments périphériques tels la ventilation avec système d'extraction, le gasbadge<sup>2</sup>.

<sup>2</sup> Capteur de surveillance de la présence d'oxygène dans la zone de travail.



Figure I-5 : Photo du générateur d'azote haute pression (NITAJET 6000). Dimensions : 2.90m, 1.22m et 1.65m. Poids : 3600Kg

La circulation de l'azote dans ces différents éléments est le fil conducteur du fonctionnement du procédé qui va être décrit ci-après.

### III. FONCTIONNEMENT DU PROCÉDE

L'azote liquide est conditionné dans un réservoir de stockage à double paroi, à une température minimale de  $-170^{\circ}\text{C}$ , et une pression inférieure à  $0.55\text{MPa}$ . Il est ensuite introduit dans un échangeur thermique tubulaire, afin d'assurer son refroidissement avant son acheminement vers une pompe à intensifieur. La température de l'azote liquide atteint alors une valeur de  $-190^{\circ}\text{C}$ .

L'intensifieur est un multiplicateur de pression à deux étages, un étage moyenne pression, et un étage haute pression. L'étage moyenne pression comprend une pompe qui permet à l'azote liquide d'avoir une pression comprise entre  $100$  et  $140\text{MPa}$ . Cette augmentation de la pression induit une diminution de la température à une valeur comprise entre  $-110$  et  $-125^{\circ}\text{C}$ . A ce stade du procédé, et dans ces conditions thermodynamiques de pression et de température, l'azote présente un changement de phase d'un état liquide vers un état supercritique. A l'intérieur de l'étage haute pression, dans son mouvement alternatif, le piston central entraîne deux tiges de petite section. Le rapport de ces sections constitue le rapport multiplicateur de pression, et la pression de l'azote peut atteindre une valeur comprise entre  $300$  et  $380\text{MPa}$ .



Figure I-6 : Réservoir de stockage de l'azote à basse pression (BP)

Un accumulateur monté en série à la sortie de l'intensifieur permet d'absorber les fluctuations de la pression dues au fonctionnement alternatif du piston et de gérer la compressibilité de l'azote. En sortie d'intensifieur, l'azote à une température de  $-40^{\circ}\text{C}$  est directement conduit vers un second échangeur thermique tubulaire pour diminuer sa température. Ensuite, l'azote supercritique est acheminé vers la buse de projection à l'aide d'un tube de collimation, avec une pression de consigne de 300 à 380MPa, et une température de  $-150^{\circ}\text{C}$ . La restriction de la section de passage de l'azote supercritique entre le tube de collimation et dans la buse a pour effet d'augmenter sa vitesse jusqu'à des valeurs supersoniques. La vitesse et la pression diminuent ensuite rapidement pendant le trajet dans l'atmosphère, comme nous le verrons dans le paragraphe suivant.



Figure I-7 : Second échangeur de chaleur avec conduite de chaleur vers la buse de projection

La technologie du jet d'azote a gardé la buse utilisée dans la technologie du jet d'eau pure à haute pression. Celle-ci est dotée de saphirs sertis dans un support métallique, et entourés d'un joint torique qui assure l'étanchéité. Le saphir est un monocristal d'alumine  $AL_2O_3$ , de dureté 9 sur l'échelle de Mohs. Il est percé en son centre d'une buse calibrée de 0,008 à 0,5mm de diamètre, formant la tuyère d'éjection du jet d'azote [3]. L'ensemble de l'étude menée dans cette thèse a été réalisé avec une buse de diamètre 0.2mm.

Outre sa fonction de fixer la pression et la température de consigne, un système informatique, doté d'un logiciel, surveille et contrôle l'approvisionnement en azote liquide, les températures et les pressions en différents points du montage.



**Figure I-8 : a) Panel de contrôle et de pilotage du générateur et du robot**

## **IV. PARAMETRES THERMOMECHANIQUES DU JET A L'IMPACT**

### **IV.1 Introduction**

L'interaction entre le jet d'azote projeté au travers de la buse d'injection et le matériau à traiter fait appel à trois types de paramètres :

- les paramètres de l'opérateur qui concernent la géométrie de la buse, la pression amont, la température de travail et la distance de tir,
- les paramètres liés à la cible qui constituent les propriétés thermomécaniques intrinsèques du matériau à traiter,
- les paramètres liés au jet d'azote qui concernent la formation du jet, son évasement, la nature et la composition de ses phases, et ses propriétés physiques (densité, viscosité...etc.).

Ces derniers sont d'une importance cruciale et conditionnent en grande partie la qualité et le mode d'action du jet sur le matériau. La composition des phases, l'écoulement compressible du jet ainsi que la détente que subit l'azote, en passant d'un état amont très dense sous haute pression et basse température aux conditions ambiantes, ont une influence déterminante sur les interactions du jet et de la surface impactée. Ainsi, l'étude de ces paramètres et de leur évolution constitue une première étape nécessaire pour appréhender les phénomènes physiques mis en jeu lors de l'interaction entre le jet d'azote et le matériau à traiter.

Les résultats obtenus par notre partenaire universitaire (LEMETA) sont, à notre connaissance, les seuls résultats disponibles sur ce sujet dans la littérature internationale. Le LEMETA a étudié, par simulation numérique dans les conditions expérimentales de la plateforme JAZOLTHOP, le jet résultant de la détente de l'azote supercritique [4]. Les résultats de cette étude numérique ont permis de calculer l'évolution de la pression statique et la vitesse d'écoulement du jet une fois l'azote sorti de la buse d'injection. Nous avons complété cette étude numérique par une étude expérimentale d'autres paramètres à l'impact, tels que la température, le débit massique et l'effort induit par le jet sur la surface.

### **IV.2 Vitesse d'écoulement du jet d'azote**

Dubs et al. [4] ont étudié le profil de la vitesse d'écoulement du jet à l'aide du code de calcul commercial aux éléments finis Fluent<sup>®</sup>. L'écoulement est supposé compressible stationnaire en moyenne, et turbulent. Les équations d'état utilisées dans leurs simulations numé-

riques sont celles d'un fluide supposé monophasique. L'azote est injecté au travers d'une buse d'un diamètre  $d_{buse}=0.2\text{mm}$ , à une pression d'injection<sup>3</sup>  $P_{inj}=50\text{MPa}$  et à une température d'injection  $T_{inj}=130\text{K}$  ( $-143^\circ\text{C}$ ), dans une chambre aux conditions ambiantes ( $P=1,01325.10^5\text{Pa}$ ,  $T_a=300\text{K}$ ).

Avec ces hypothèses et ces conditions expérimentales, les auteurs ont constaté que l'écoulement est fortement accéléré en sortie de buse jusqu'à une vitesse supersonique supérieure à  $700\text{m/s}$  (jusqu'à  $M=9$ ). Un disque de Mach de diamètre  $D_M$  valant  $D_M/d_{buse}=8,67$  apparaît alors à une abscisse  $x_{DM}/d_{buse}=15,85$ , au travers duquel l'écoulement redevient subsonique ( $M<1$ ), avec une chute spectaculaire de la vitesse.

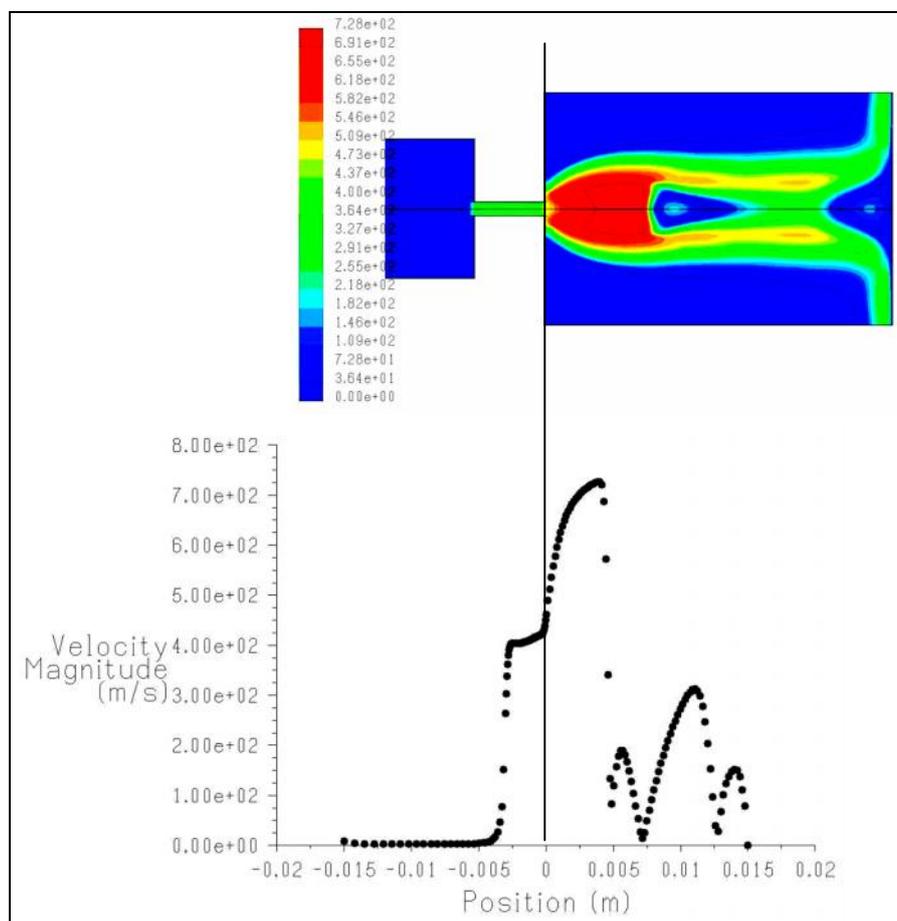


Figure I-9 : Evolution de la vitesse du jet d'azote en utilisant la loi des gaz parfaits [4]

<sup>3</sup> La pression d'injection est différente de la pression de consigne. Elle correspond à la pression de l'azote situé en aval du second échangeur et en amont de la buse

### IV.3 Pression statique du jet d'azote

Les mêmes auteurs [4] ont étudié avec le même code de calcul dans les mêmes conditions expérimentales et en s'appuyant sur les mêmes hypothèses (cf. IV.2), l'évolution de la pression statique, et du nombre de Mach dans deux configurations différentes : dans le cas du gaz parfait, et dans le cas d'un fluide réel.

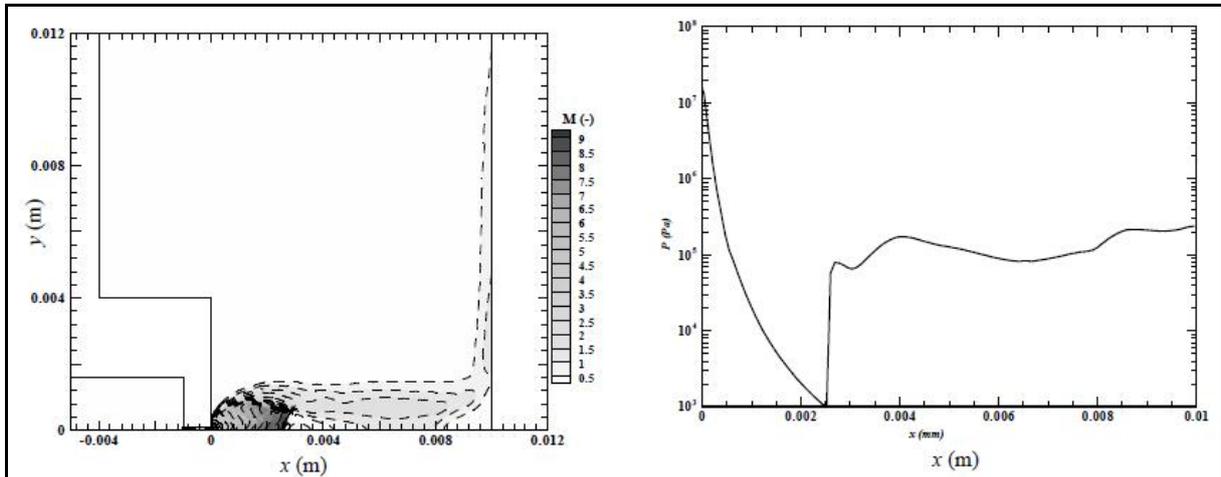


Figure I-10 : Cas du gaz parfait : champ du nombre de Mach pour un jet d'azote  $P_{inj}=50\text{MPa}$ ,  $T_{inj}=130\text{K}$  et profil de pression statique sur l'axe du jet [4]

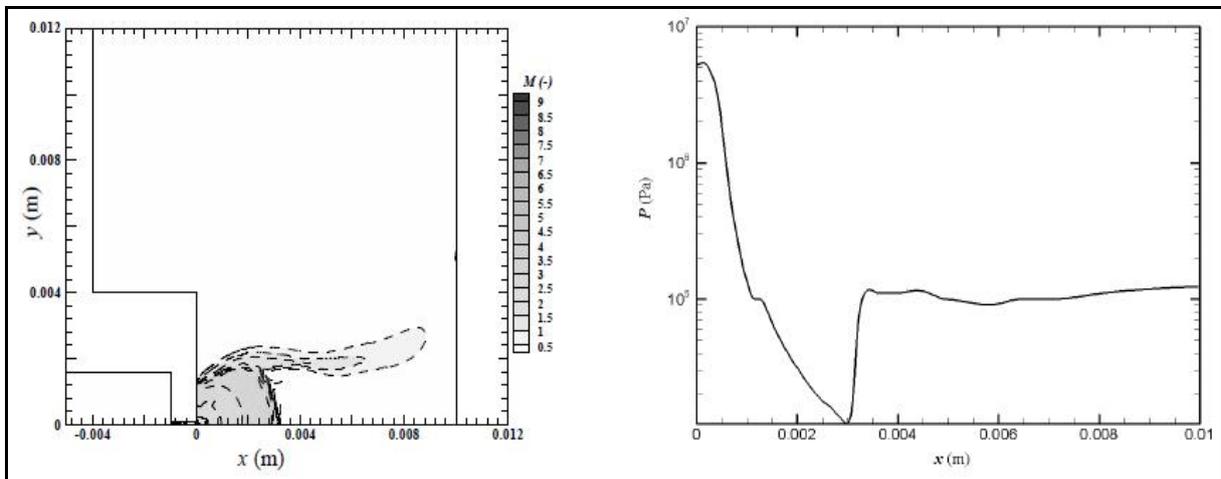


Figure I-11 : Cas du fluide réel : champ du nombre de Mach pour un jet d'azote  $P_{inj}=50\text{MPa}$ ,  $T_{inj}=130\text{K}$  et profil de pression statique sur l'axe du jet [4]

A l'opposé de la vitesse d'écoulement du jet, la pression statique chute fortement à la sortie de la buse, pour atteindre une pression quasi atmosphérique. Comme le suggèrent la Figure I-10 et la Figure I-11, cette chute spectaculaire de la pression statique vers la pression atmosphérique se produit indépendamment des hypothèses adoptées quant à la nature du jet d'azote (gaz parfait ou fluide réel). L'application de l'équation de Bernoulli généralisée dans

une section transversale du jet d'azote justifie ce résultat. Ce même phénomène est observé dans le cas d'un jet d'eau pure à haute pression [3]. Température sur l'axe du jet

Dubs et al.[4] ont étudié également l'évolution de la température de l'axe du jet (la partie centrale) dans les mêmes conditions citées ci-dessus pour deux configurations différentes du jet (gaz parfait et fluide réel). A partir de la Figure I-12, nous constatons que dans les deux configurations du jet, la température chute considérablement à la sortie de la buse (-265°C dans le cas d'un gaz parfait et -198°C dans le cas d'un fluide réel) avant d'augmenter pour atteindre des valeurs supérieures à la température d'injection. Les auteurs [4] pensent que cette chute de température en sortie de buse est plus prononcée pour un gaz parfait que dans le cas du fluide réel. Ils estiment que l'utilisation de la loi d'état des gaz parfaits surestime cette chute de température [4]. Cependant, dans le cas d'un fluide réel, la température se stabilise relativement autour d'une valeur d'environ -113°C (160K) à partir d'une distance  $x=5\text{mm}$ .

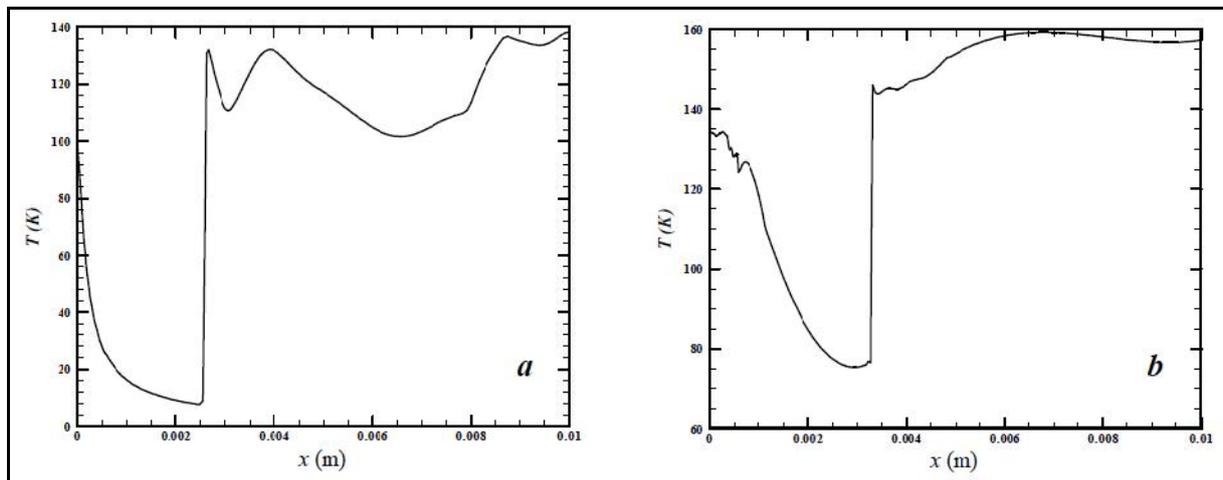


Figure I-12 : Température sur l'axe du jet pour  $P_{inj}=50\text{MPa}$ ,  $T_{inj}=130\text{K}$ , a : cas du gaz parfait ; b : cas du fluide réel

#### IV.4 Mesure de la température à l'impact

Nous avons réalisé des mesures de la température du jet à l'impact, destinées à quantifier l'apport thermique du jet d'azote à la surface impactée. Pour ce faire, nous avons utilisé une plaque métallique ( $200 \times 100 \text{mm}^2$ ) en acier moulé faiblement allié nommé Tréhard<sup>4</sup>. La plaque est munie d'un thermocouple de type T (avec une sensibilité de  $39 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ ) disposé à une profondeur de 0.5 mm en dessous de la surface impactée. L'ensemble des valeurs relevées

<sup>4</sup> Composition en pourcentage massique : 0.45%C, 0.45%Si, 1.2%Ni, 5.5%Cr, 0.8%Mn.  
Propriétés mécaniques :  $R_{p0.2\%}=450\text{MPa}$  et  $R_m=900\text{MPa}$ .

est compatible avec la distribution obtenue par diffusion (loi de Fourier) d'un flux de chaleur ponctuel et constant : la Figure I-13 montre l'évolution des températures à l'impact.

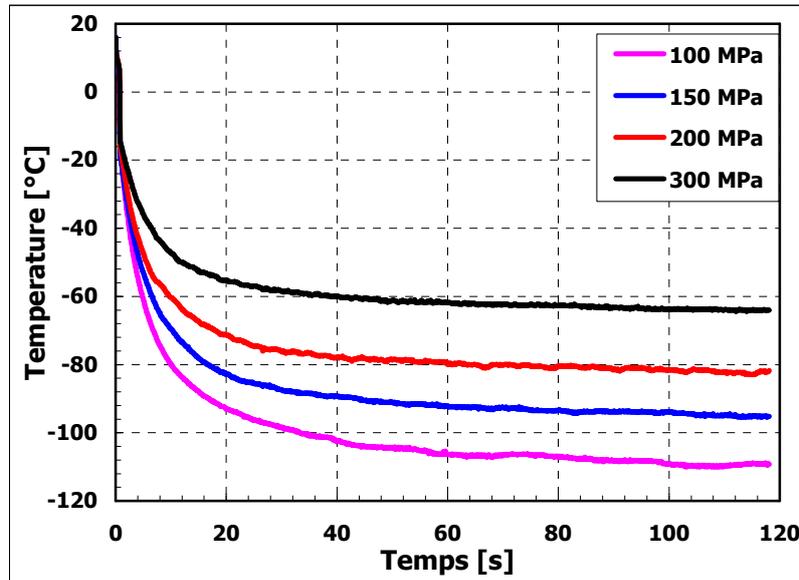


Figure I-13 : Courbes températures (°C) / temps (s) à 0.5mm sous la surface d'impact de la plaque

On note que l'équilibre thermique est rapidement atteint (au bout de 40 à 60 secondes) et que la température d'équilibre varie à l'inverse de la pression de consigne. La température minimale obtenue est de l'ordre de  $-110^{\circ}\text{C}$  ; elle est très supérieure à la température à la sortie de l'échangeur :  $-150^{\circ}\text{C}$ . Cet écart peut s'expliquer, entre autres, par le fait que l'outil employé, un porte-buse conçu pour les techniques de jet fluide (eau), est mal adapté à cette nouvelle technologie, compte tenu des déperditions de chaleur (transfert thermique) que subit le jet d'azote en passant par cet outil (porte-buse). La température mesurée au thermocouple est représentative de la température du jet car la capacité thermique de la plaque au voisinage du thermocouple est faible.



Figure I-14 : Outil (ou porte-buse) de travail durant toute cette étude avant et après calorifugeage

#### IV.5 Mesure de l'effort du jet à l'impact

Nous avons réalisé des mesures de la force d'impact du jet d'azote sur la surface visée. Cette force a été mesurée à l'aide d'un capteur de force étalonné U93/1kN (peu sensible à la température  $\pm 0.5\%$ , et protégé contre la cryogénie du jet). L'ensemble des résultats obtenus est présenté sur la Figure I-15.

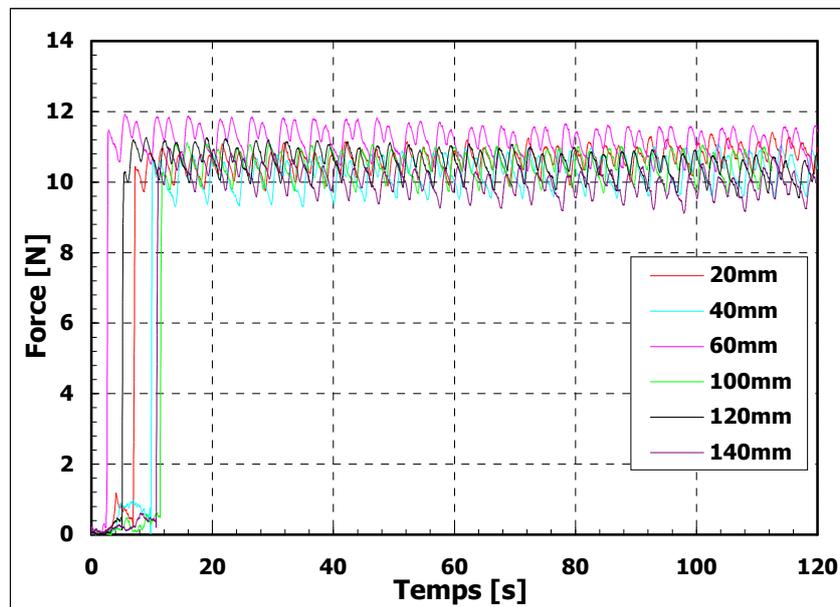


Figure I-15 : Evolution de la force du jet à l'impact en fonction de la distance de tir pour une pression de consigne de 300MPa (pression d'injection est de 210MPa)

Sur cette figure, nous pouvons remarquer que, pour une pression de consigne de 300MPa, la valeur moyenne de la force du jet à l'impact est de 11N, une valeur assez modeste. Nous constatons aussi la présence d'ondulations ou d'irrégularités autour de cette valeur. Celles-ci sont dues à des pulsations liées aux mouvements alternatifs des pistons de l'intensifieur, ce qui provoque des oscillations périodiques de la vitesse du jet et de sa section. Nous notons aussi que la force moyenne à l'impact diminue d'environ 10% lorsque la distance de tir augmente de 20 à 140mm (cf. Figure I-15). La Figure I-16 illustre l'évolution de la force du jet à l'impact en fonction de la distance de tir (0.5 ; 10 ; 15 ; et 20mm) pour plusieurs pressions de consigne. Nous notons que cette force augmente proportionnellement à la pression de consigne.

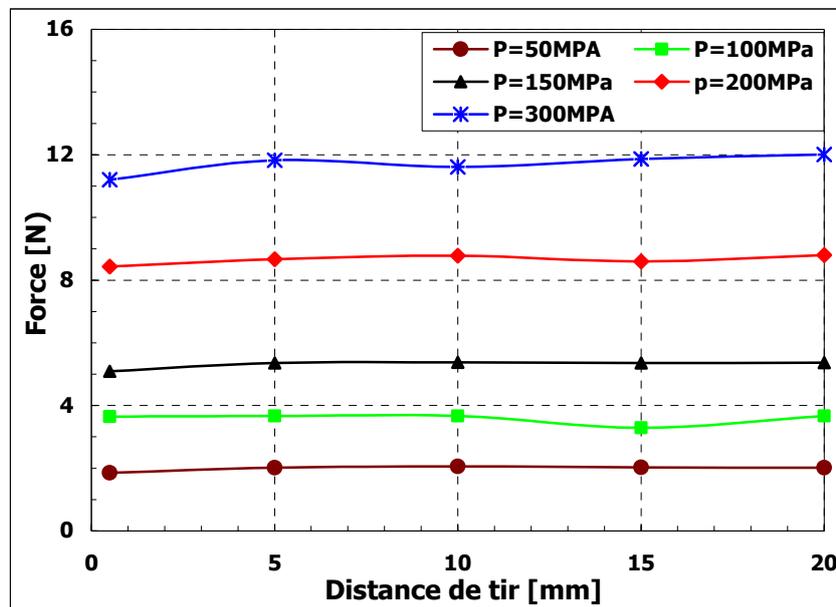
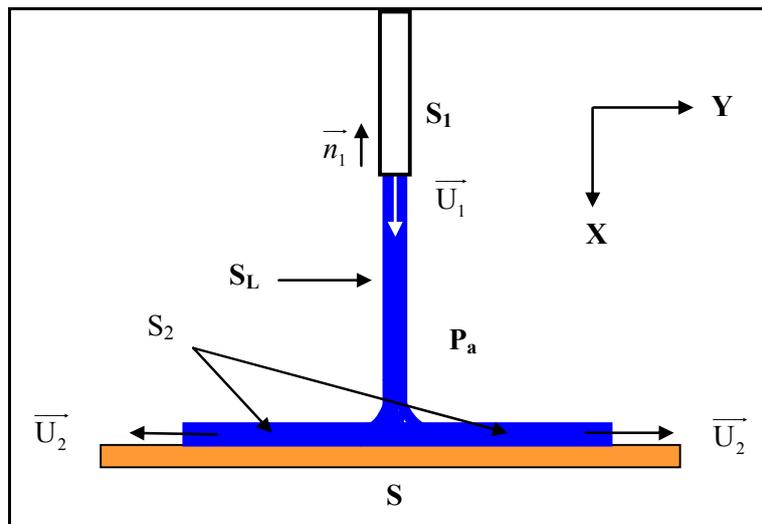


Figure I-16 : Evolution de la force moyenne du jet d'azote à l'impact en fonction de la distance de tir pour différentes pressions de consigne

Cette valeur de la force mesurée nous a permis d'avoir un ordre de grandeur de la masse volumique du jet d'azote en s'appuyant sur le théorème d'Euler appliqué sur un domaine défini. Ainsi, la masse volumique calculée sera une valeur approchée indicative de la nature de la ou des phase (s) en présence dans le jet au moment de l'impact.

L'application du théorème d'Euler dans le cas du jet d'azote, suppose que ce dernier présente un écoulement permanent stationnaire, et que la distribution des vitesses dans une section droite de la surface  $S_L$  est uniforme, ce qui n'est probablement pas bien réalisé. Nous rappelons que l'utilisation de ce théorème est indépendante de la nature du fluide (compressible ou incompressible).

Nous considérons donc un jet d'azote plan de direction parallèle à l'axe des x. Le jet évoluant à une vitesse  $U_1$  et une pression atmosphérique  $P_a$ , percute la plaque qui le dévie d'un angle de  $90^\circ$ , et le fluide quitte ensuite la plaque à une vitesse  $U_2$ . Nous prenons pour domaine de contrôle la surface bleue du schéma ci-dessous (cf. Figure I-17). Cette représentation simpliste fournie par la Figure I-17, ne reflète en aucun cas la configuration réelle de l'impact, puisque elle ne prend pas en compte la quantité d'azote (au contact de l'air chaud) dissipée lors de l'écoulement du jet, et suppose que ce dernier quitte idéalement la plaque avec un angle de  $90^\circ$ .



**Figure I-17 : Vue schématique de la section du jet et les différentes surfaces considérées par l'application du théorème d'Euler ( $S_1$  : section d'entrée du jet ;  $S_L$  : section normale à la plaque ;  $S_2$  : section latérale du jet) ;  $S$  : surface impactée de la plaque.**

La plaque impactée est soumise à l'action du fluide et à la force de pression ( $P_a$ ) comme le suggère l'équation (2).

$$\vec{F}_{\text{plaque}} = \vec{F}_{\text{fluide}} - \iint_S P_a \vec{n} ds \quad (2)$$

où  $\vec{n}$  est le vecteur unité normal à la surface et dirigé vers l'extérieur.

En appliquant le théorème des quantités de mouvement à un volume de fluide limité par la surface  $\Sigma = S_L \cup S_1 \cup S_2 \cup S$  et en tenant compte des forces agissant sur ce volume de fluide, nous obtenons l'équation (3) ;

$$\iint_{\Sigma} \rho \vec{U} (\vec{U} \cdot \vec{n}) ds = \Sigma \vec{F} \quad (3)$$

$$\text{où } \iint_{\Sigma} \rho \vec{U} (\vec{U} \cdot \vec{n}) ds = \iint_{S_1} \rho \vec{U}_1 (\vec{U}_1 \cdot \vec{n}) ds + \iint_{S_2} \rho \vec{U}_2 (\vec{U}_2 \cdot \vec{n}) ds + \iint_{S_L} \rho \vec{U} (\vec{U} \cdot \vec{n}) ds.$$

Sur la surface latérale du jet, nous avons  $\vec{U} \cdot \vec{n} = 0$ , d'où  $\iint_{S_L} \rho \vec{U} (\vec{U} \cdot \vec{n}) \cdot d\vec{s} = 0$ , et par symétrie de révolution l'intégrale sur la surface  $S_2$  est nulle.

Les forces  $\Sigma \vec{F}$  agissant sur le volume de fluide limité par la surface  $\Sigma$  (en négligeant les effets de la viscosité) sont :

$$\Sigma \vec{F} = -\vec{F}_{plaque} + \iint_{\Sigma} P_a \vec{n} \cdot d\vec{s} = -\vec{F}_{fluide} + \iint_S P_a \vec{n} \cdot d\vec{s} + \iint_{\Sigma} P_a \vec{n} \cdot d\vec{s} = -\vec{F}_{fluide} + \iint_{\Sigma+S} P_a \vec{n} \cdot d\vec{s} \quad (4)$$

en remplaçant les différents termes dans l'équation (3) nous obtenons :

$$\iint_{S_1} \rho \vec{U}_1 (\vec{U}_1 \cdot \vec{n}) \cdot d\vec{s} = -\rho U_1^2 S \cdot \vec{n}_1 = -\vec{F}_{fluide} + \iint_{\Sigma+S} P_a \vec{n} \cdot d\vec{s} \quad (5)$$

d'où

$$\vec{F} = \vec{F}_{fluide} = \rho U_1^2 S \cdot \vec{n}_1 + \iint_{\Sigma+S} P_a \vec{n} \cdot d\vec{s} \quad (6)$$

Sachant que l'intégrale des forces de pression sur une surface fermée est nulle, l'équation (6) devient donc :

$$\vec{F} = \rho U_1^2 S \cdot \vec{n}_1 \quad (7)$$

où  $F$  est la force d'impact du jet d'azote sur la plaque.

La force du jet à l'impact est reliée au débit massique par l'équation (8) issue du théorème des quantités de mouvements (7).

$$F = q_m U; q_m = \rho q_v \text{ et } q_v = SU \quad (8)$$

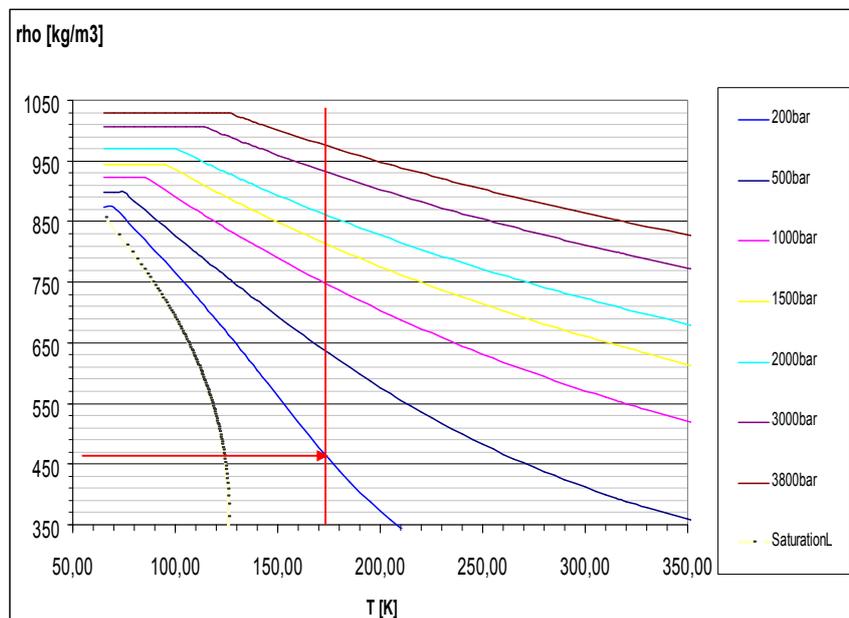
où  $\rho$  est la masse volumique moyenne de l'azote,  $S$  la section du jet et  $U$  sa vitesse moyenne ;  $q_m$  et  $q_v$  sont respectivement les débits massique et volumique du jet.

Par conséquent, l'équation (8) permet de calculer d'une manière indirecte la masse volumique moyenne de l'azote, à partir des mesures de la force moyenne du jet à l'impact, si l'on connaît la vitesse du jet. Pour une pression de consigne de 300MPa,  $F$  prend la valeur de 11N, et la vitesse moyenne du jet donnée par [4] est de l'ordre de 120m/s (cf. Figure I-9), ce qui nous donne un débit massique  $q_m$  de 92g/s. La valeur du débit massique à partir des relevés de consommation d'azote de l'installation de Bar le Duc est supérieure à 80g/s. Ces deux estimations sont compatibles. Une fois le débit massique calculé, nous pouvons donc déduire la valeur de la masse volumique moyenne de l'azote de l'équation (9) :

$$\rho = \frac{q_m}{q_v} \quad (9)$$

Compte tenu du débit volumique  $q_v$  du jet qui est  $0,2 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$  d'après le constructeur [5], on obtient la masse volumique moyenne de  $460 \text{ Kg/m}^3$ . Cette valeur de la masse volumique fournit une information intéressante quant à la nature et la composition du jet. En effet, la valeur de  $460 \text{ Kg/m}^3$  est beaucoup trop élevée pour un état purement gazeux, et d'autre part, la Figure I-18 montre que pour une masse volumique de  $460 \text{ Kg/m}^3$  et pour une température d'azote de  $-100^\circ\text{C}$  ( $173 \text{ K}$ ), et en supposant la présence d'une seule phase homogène dans le jet, l'azote serait hypercritique et sa pression serait de  $20 \text{ MPa}$  (cf. Figure I-18). Ceci n'est pas possible, puisque la pression statique du jet est quasi atmosphérique (cf. Figure I-11), ce qui suggère que le jet d'azote est inhomogène. En outre, la valeur de la pression dynamique du jet est de  $P = \frac{1}{2} \rho U^2 \approx 3.3 \text{ MPa}$ .

Cette analyse montre que le jet est composé d'un mélange de phases denses liquide, solide ou hypercritique.



**Figure I-18 : Evolution de la masse volumique de l'azote en fonction de la pression et de la température dans le cas où l'azote est monophasique et homogène d'après NIST [4]**

En raison de la compressibilité de l'azote, de ses interactions avec l'atmosphère environnante et des différents changements de phase qu'il subit, toutes ces caractéristiques thermodynamiques évoluent avec la distance de tir. Nous apporterons quelques précisions à ce

sujet au cours du chapitre II. Toutefois, les ordres de grandeur présentés fournissent des indications utiles pour l'évaluation des interactions entre le jet et le matériau à traiter.

#### IV.6 Bilan

A l'issue des différents éléments rassemblés à partir des travaux de simulation numérique et des mesures expérimentales réalisées, nous avons pu imaginer une schématisation de la structure du jet en fonction de la distance de tir tout en s'appuyant également sur le diagramme (propriétés thermophysiques du jet) présenté dans la Figure I-3. Cette schématisation présentée d'une manière relativement grossière, permet néanmoins de mieux expliquer ultérieurement certains phénomènes mis en jeu lors de l'impact par ce jet. Elle sera tout de même confirmée par les différentes observations post-impact.

Comme le montre la Figure I-19, la nature et la composition des phases du jet d'azote sont fortement liées à la distance de tir, l'évolution de la pression statique du jet au cours de l'écoulement. L'écoulement du jet présente généralement trois régions (sans tenir compte des zones de transition entre les régions) :

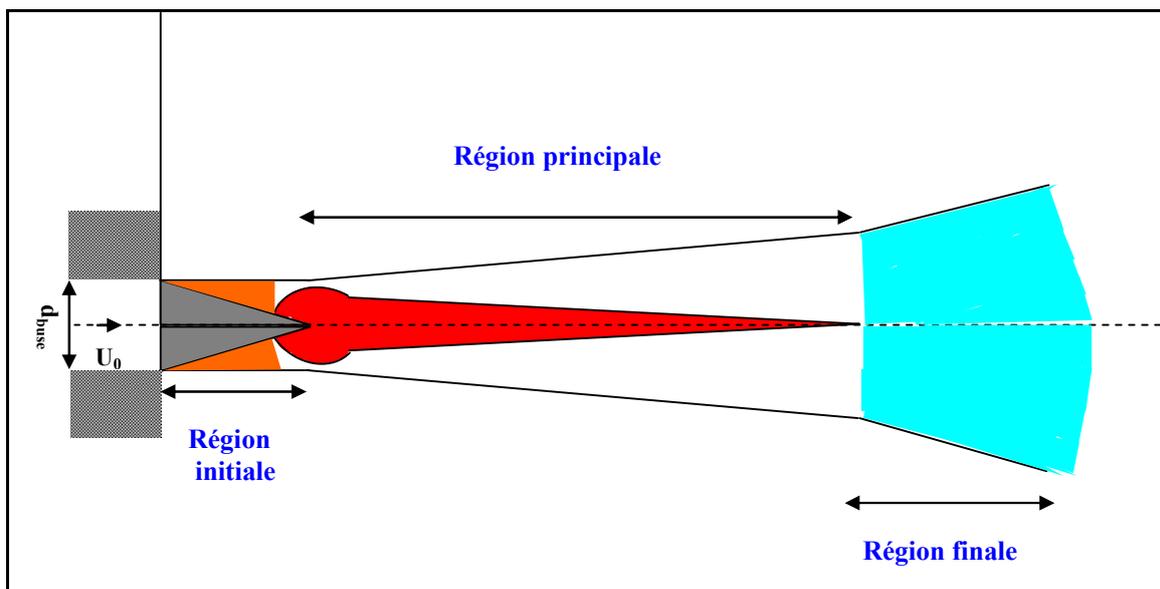


Figure I-19 : Vue schématique de l'écoulement du jet depuis la buse vers la surface à impactée : ■ : jet purement gazeux ; ■ : mélange gaz (azote) + air environnant ; ■ : phase dense (liquide ou hypercritique) ; □ : mélange gaz (azote) + phase dense à différentes proportions ; ■ : azote gaz à 20°C.

- une région initiale dont le cœur est constituée d'une phase purement gazeuse, et entourée en sa périphérie par un mélange de gaz et de l'air environnant. Le diamètre du jet dans cette région initiale demeure quasi-constant et équivaut au diamètre de la buse,
- une région principale, concentrée dans l'axe du jet et caractérisée par l'apparition d'une phase dense (liquide ou hypercritique) suite à la recompression de l'azote après le passage du disque de Mach. La proportion de cette phase diminue avec la distance de tir au détriment d'une nouvelle zone qui se développe à la périphérie. Cette nouvelle zone se caractérise par un brouillard qui contient un mélange de la phase dense sous forme de gouttelettes, de la phase gazeuse (azote) et de l'air,
- une région finale où l'azote se transforme complètement en gaz et perd toute son énergie cinétique. Dans cette région, l'évasement du diamètre du jet est maximal.

## V. CONCLUSION

Le traitement de surface par jet d'azote est une nouvelle écotecnologie pour laquelle il n'existe pas de référence bibliographique dans la littérature scientifique internationale. Le manque d'information concernant la nature et la distribution des phases dans le jet après sa sortie de la buse a été partiellement compensé par des mesures simples, assorties d'hypothèses peu contraignantes, qui montrent que le jet est certainement multiphasique et qu'il contient au moins une phase dense à l'impact sur la surface.

Par analogie et dans une première approche, il est tentant d'extrapoler au cas du jet d'azote les mécanismes d'endommagement de surface dus aux jets d'eau à haute pression ou aux jets cryogéniques de gaz carbonique. Cependant, les conditions thermomécaniques de l'impact du jet (pression, température, vitesse, composition du jet) sont très différentes.

L'optimisation et la maîtrise de ce nouveau procédé demandent une meilleure compréhension des phénomènes physiques et des mécanismes d'interaction du jet et de la surface-cible. Dans le chapitre qui suit, nous présentons une étude exploratoire et non exhaustive de ces mécanismes à l'aide des premiers tests effectués avec le jet d'azote sur différents types de matériaux.

## CHAPITRE II

# **ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE L'INTÉRACTION JET / SURFACE**

## I. INTRODUCTION

Le chapitre précédent a suggéré la complexité de l'étude de l'interaction entre le jet d'azote et le matériau. Cette complexité provient de la combinaison d'un très grand nombre de paramètres (paramètres opératoires, paramètres liés au jet, paramètres de la cible). Les informations dont nous disposons (force et température à l'impact, évolution de la pression et de la vitesse moyenne en fonction de la distance de tir, composition moyenne des phases en présence) ne sont pas suffisantes pour mener une étude complète des mécanismes d'action du jet d'azote sur une surface. Cependant, même si ces valeurs moyennes ne fournissent que des ordres de grandeur, elles donnent des indications précieuses pour l'interprétation des observations.

Ce chapitre va présenter dans un premier temps, une étude expérimentale exploratoire de l'interaction jet / matière. Le but de cette étude préliminaire est d'une part, d'observer pour la première fois l'impact d'un jet d'azote sur différents types de matériaux (PMMA, béton, PVC), et d'autre part de déterminer les paramètres pertinents dans l'action du jet qui n'ont pas été explorés jusqu'à présent (temps d'exposition, vitesse d'avance, température du substrat de la cible...).

A l'issue de cette première étude, nous mènerons une étude plus détaillée sur l'effet du jet d'azote sur deux familles de matériaux métalliques.

## II. ETUDE EXPLORATOIRE

### II.1 Montage expérimental et méthodologie

Parmi les paramètres-clé influant sur l'interaction du jet d'azote avec la surface figure le temps d'exposition. Deux types d'essais sont distingués : un essai que nous convenons d'appeler «essai statique», et un essai dynamique. Durant l'essai statique, le jet d'azote n'est pas déplacé par rapport à la surface du matériau. Nous notons que pour ce type d'essai, le système de mise en route du jet d'azote dont nous disposons au laboratoire (Jet Fluide du CRITT TJF&U à Bar le Duc) ne permet pas un pilotage précis du temps d'exposition (la coupure du jet est une manœuvre très compliquée et délicate). Ainsi, la technique de contrôle du temps d'exposition du jet d'azote, consiste à utiliser une plaque d'obturation (cf. Figure II-1) entraînée et maintenue par un opérateur grâce à un support métallique. L'erreur induite par ce sys-

tème de contrôle est de l'ordre de quelques dixièmes de seconde, nous admettons que cette marge d'erreur n'aura pas d'effet conséquent sur notre étude.

En revanche, dans le deuxième type d'essai appelé «essai dynamique», le jet d'azote décrit un parcours linéaire rectiligne sur la surface du matériau. La maîtrise du temps d'exposition est obtenue par le biais d'un système informatique (panel de contrôle et de pilotage) permettant le déplacement du porte-buse suivant les trois directions X, Y et Z avec une vitesse d'avance ( $V_a$ ).

Ces deux types d'essais ont été réalisés avec le même montage expérimental (le bâti est un bac de récupération d'une installation de jet d'eau sur laquelle on a adapté un système de fixation).

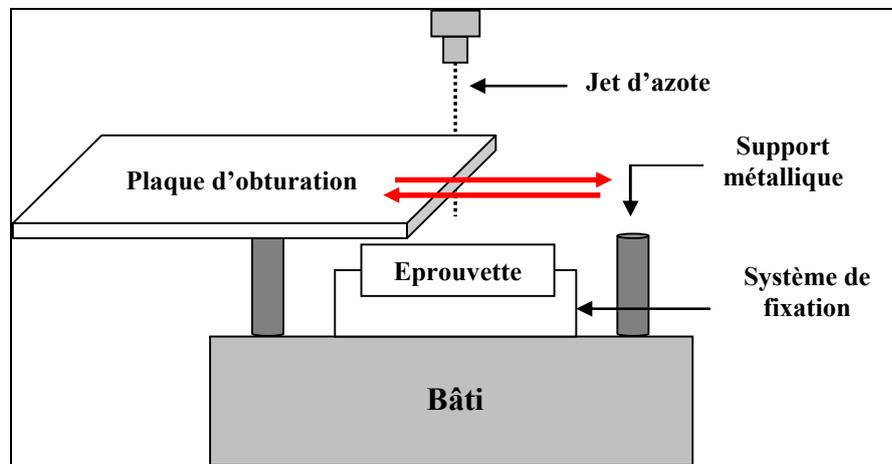


Figure II-1 : Schématisation des essais statiques.

## II.2 Résultats

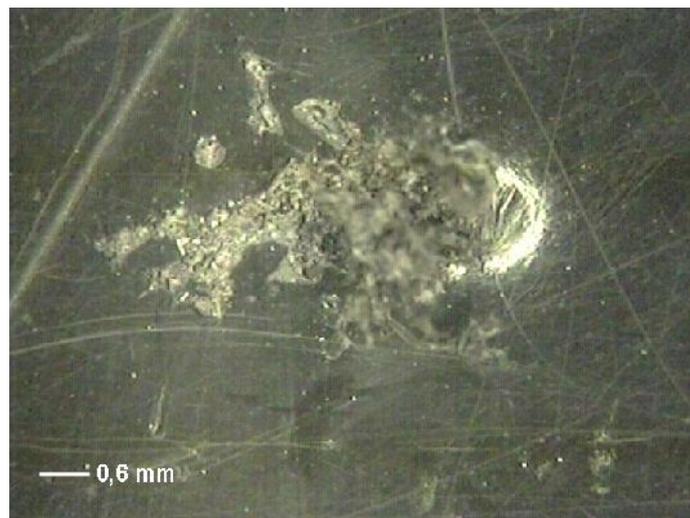
Les premières séries d'expériences utilisant des matériaux-cibles différents (PVC, PMMA, grès) ont été réalisées d'une part pour identifier la nature des endommagements induits par le jet sur les différentes surfaces, d'autre part pour étudier l'influence du temps d'exposition et de la pression de consigne sur l'évolution de ces endommagements, et enfin pour obtenir des informations concernant les mécanismes d'interaction.

Des photographies par microscopie optique sont réalisées post mortem dans le but d'observer l'évolution morphologique de l'endommagement en fonction des différents paramètres.

### II.2.1 Plaque en Polychlorure de vinyle (PVC)

Le polychlorure de vinyle est un polymère thermoplastique amorphe ou faiblement cristallin, sa température de transition vitreuse se situe aux alentours de 80°C. Pour ce type de matériau, nous avons pu constater que pour les pressions de consigne de 50 à 200MPa avec des temps d'exposition très importants (60 secondes), le jet d'azote n'a aucun effet sur la surface impactée, et cela pour une distance de tir fixée à 15mm. Cependant, pour une pression de consigne de 300MPa, le jet d'azote commence à attaquer la surface dès la première seconde d'exposition. La Figure II-2 montre l'image d'un cratère formé dans une plaque de PVC pour une distance de tir ( $d_{tir}$ ) de 15mm, un temps d'exposition ( $t_{expo}$ ) de 10 secondes et une pression de consigne de 300MPa.

La mise au point du cliché est faite sur la surface de l'échantillon. Le croissant lumineux indique le bord du cratère, et les fibres dont l'image est floue sont au dessus du plan de focalisation ; elles forment une excroissance issue du cratère et sortant de l'échantillon. L'analyse de la figure révèle le sectionnement des fibres de PVC. Le sectionnement peut être dû à la rétraction thermo-élastique des fibres suite à la chute de température. L'extraction des fibres du cratère est induite par un effet de souffle dû au flux d'azote et à sa détente. Nous concluons donc que l'impact du jet induit une sollicitation thermo-élastique assistée par un effet de souffle. Cette combinaison est capable d'activer des mécanismes d'endommagement complexes.



**Figure II-2 : Cratère formé par l'impact du jet d'azote sur une plaque de PVC extrudé ;  $d_{tir}=15\text{mm}$ ,  $t_{expo}=10\text{s}$ ,  $P_c=300\text{MPa}$**

### II.2.2 Plaque en Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)

Le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) appelé Plexiglas par la compagnie chimique Rohm and Haas, est un polymère thermoplastique transparent et de structure amorphe. Sa température de transition vitreuse se situe entre 105 et 130°C, et la transition sub-vitreuse  $\beta$  se situe entre 0 et 20°C [6]. Cette transition correspond à une rotation du groupe ester ( $\text{OCH}_3$ ) de la chaîne, couplée à des réarrangements de la chaîne principale, ce qui entraîne une perturbation locale du caractère amorphe de ce matériau [7]. L'expérience consiste à projeter le jet d'azote sur un bloc de PMMA, initialement à température ambiante (à ce niveau de température le PMMA est complètement fragile), sous une pression de consigne de 300MPa, pendant une seconde et à une distance de tir de 60mm. Cet impact entraîne la présence d'un endommagement situé le long des plans de cisaillement maximum, inclinés à 45° par rapport à la surface de l'échantillon (cf. Figure II-3).

Un cratère d'impact, muni de deux lobes, est visible à gauche de l'image. Le plan de cisaillement maximum, incliné à 45° sous la surface, reflète l'éclair du flash. Il contient des stries concentriques formant une zone opaque se développant à partir du point d'impact. La transformation des propriétés optiques du matériau se manifeste par l'opacité de ces plans après l'impact, qui est le signe d'une transition sub-vitreuse.



Figure II-3 : Impact sur un bloc de PMMA ;  $d_{\text{tir}}=60\text{mm}$ ,  $t_{\text{expo}}=1\text{s}$  et  $P_c=300\text{MPa}$

Plusieurs travaux de recherche traitent des problèmes d'érosion fluide par impact de jets d'eau sur ce même type de matériau. Field et al [8] ont étudié ces problèmes d'érosion grâce à un système d'expérimentation appelé «le système de Brunton», et dont le principe consiste à accélérer un piston dans un réservoir rempli d'eau par la projection d'un projectile à

grande vitesse (cf. Figure II-4). Le piston communique ainsi une grande quantité de mouvement à l'eau du réservoir, créant un jet d'eau à haute énergie cinétique qui va impacter la surface.

Le jet utilisé par Field et al [8] est issu d'une buse de 0.8mm de diamètre, la distance de tir est de 10 mm, et le jet est projeté sur une plaque de PMMA à une vitesse de 750m/s.

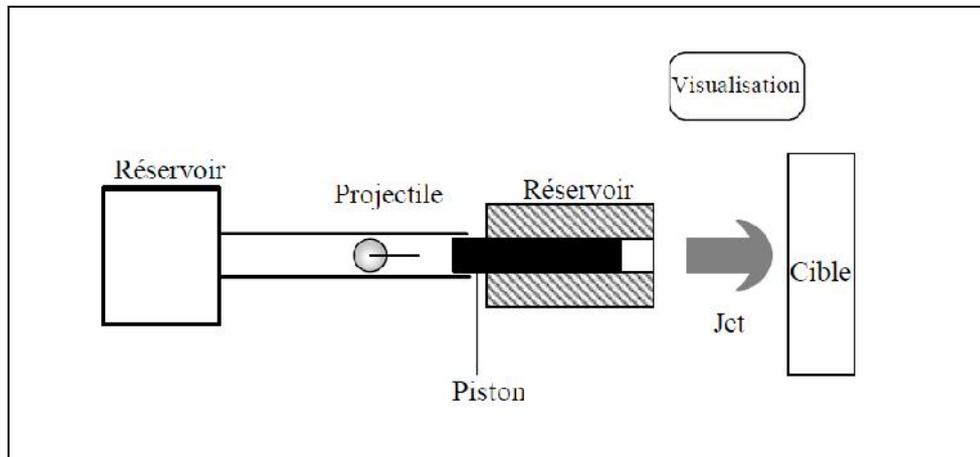


Figure II-4 : Montage expérimentale de Brunton [1]

Grâce à une technique «ombroscopique», les auteurs [8] ont pu suivre l'évolution de l'impact toutes les microsecondes. La Figure II-5 montre les différentes zones sollicitées par le jet :

- zone a : perturbation due au choc généré par l'air entraîné,
- zone s : front de cisaillement,
- zone d : zone de cisaillement.

Contrairement au jet d'azote, il apparaît une fissuration annulaire principale au point d'impact indiquant un état de compression (cf. Figure II-5). Les différences observées entre nos expériences et celles de Field suggèrent que l'impact du jet d'azote sur le PMMA ne donne pas lieu à des contraintes de compression, mais à des contraintes de cisaillement.

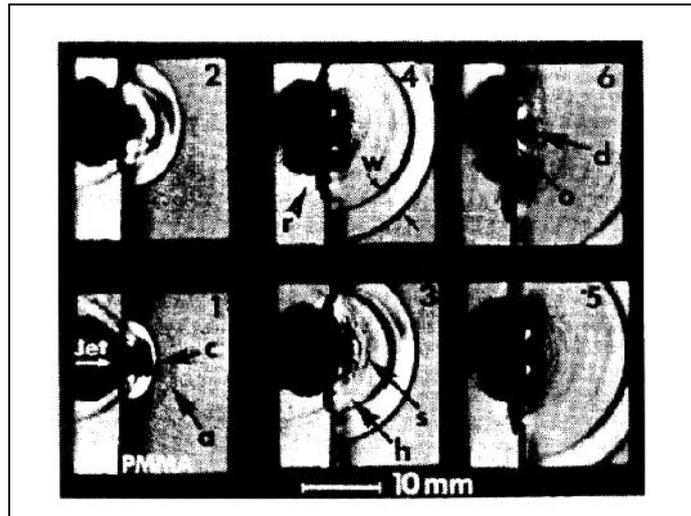


Figure II-5 : Séquences de l'impact jet d'eau / PMMA [8]

### II.2.3 Echantillon en grès

Le but de cet essai est d'étudier l'effet du jet d'azote sur les matériaux présentant un comportement fragile en traction et peu dépendant de la température, comme le grès. Les photos (cf. Figure II-6) montrent la morphologie de l'impact. L'essai dynamique a été réalisé avec une pression de consigne de 300MPa, une vitesse de passage de 20mm/min et une distance de tir de 60mm. La mise au point est faite sur la surface de l'échantillon. Nous remarquons qu'avec ces conditions opératoires, le jet d'azote crée un sillon continu, de profondeur comprise entre 3 et 5mm (la partie floue de la Figure II-6). Ce résultat est très impressionnant si nous le comparons aux effets des jets d'eau pulsés et des jets d'eau pure à haute pression qui ont un effet moindre, et qui d'autre part produisent un état de compression [9]. Une information intéressante fournie par ce test est donc la nature des contraintes développées par le jet d'azote durant son impact. En effet, le grès est un matériau fragile très résistant en compression, mais beaucoup moins résistant lors d'une sollicitation en traction.

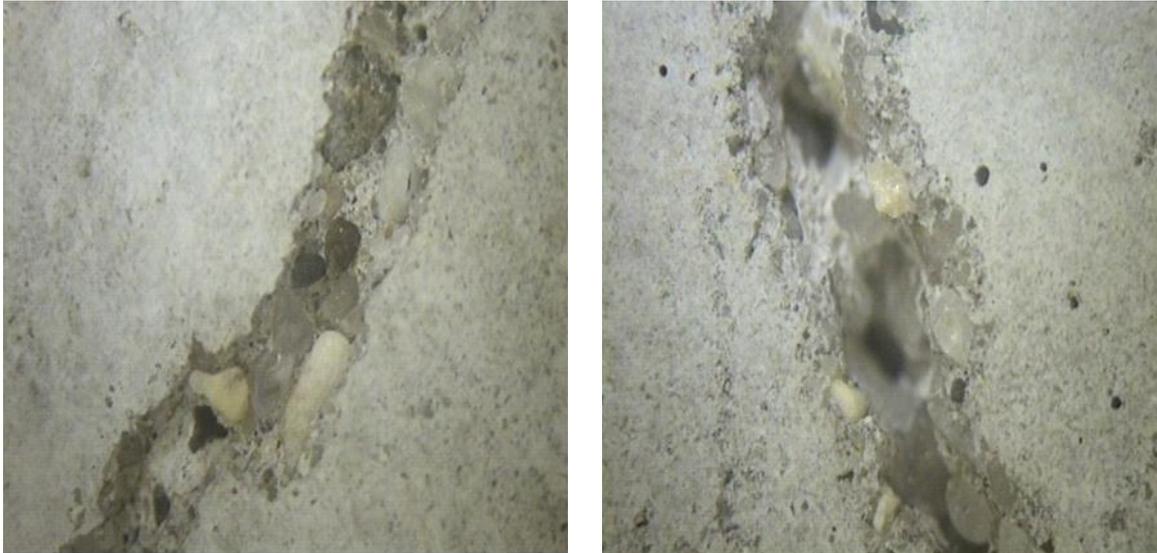


Figure II-6 : Impact du jet d'azote sur un échantillon en grès ;  $d_{tir}=60\text{mm}$ ,  $V_a=20\text{mm/min}$  et  $P_c=300\text{MPa}$

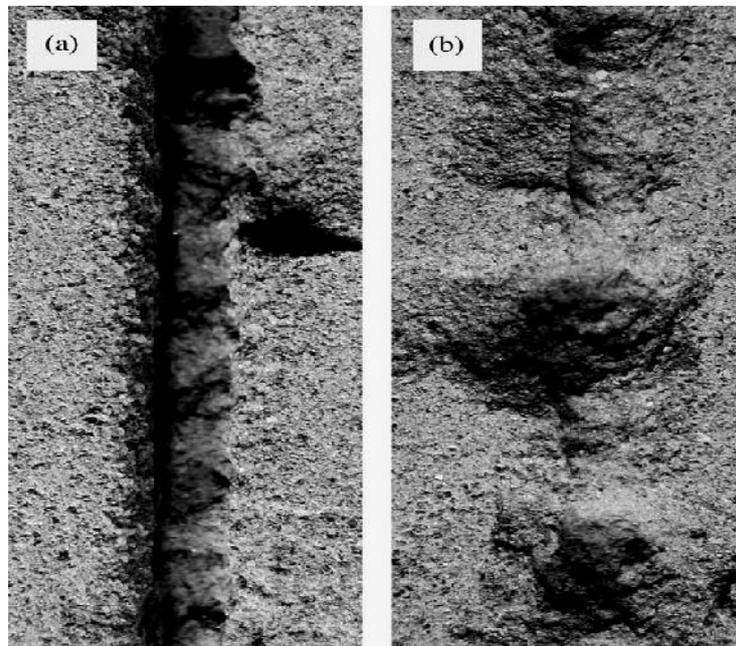


Figure II-7 : Impact sur un échantillon en grès pour :  $d_{tir}=60\text{mm}$ ,  $d_{buse}=1.19\text{mm}$ ,  $V_a=1\text{m/min}$ ,  $P_c=50\text{MPa}$   
a) dans le cas d'un jet d'eau modulé : profondeur de découpe= $3.2\text{mm}$   
b) dans le cas d'un jet d'eau pure : profondeur de découpe= $6.8\text{mm}$ . [9]

### II.3 Conclusion

Cette première étude exploratoire nous a permis d'observer différents types d'endommagement induits par l'impact du jet d'azote. En effet, selon le matériau d'essai, le choc thermomécanique dû à l'impact du jet d'azote à basse température (jusqu'à  $-150^{\circ}\text{C}$ ) est susceptible d'activer des mécanismes d'endommagement extrêmement variés tels que l'érosion, la rupture, les changements de phase...etc. Ces premiers essais nous ont permis d'identifier certaines caractéristiques du mode d'action du jet :

- rétraction thermo-élastique,
- effet de souffle,
- contraintes de cisaillement,
- contraintes de traction.

Face à la diversité des mécanismes d'endommagement observés lorsque la nature du matériau change, nous concentrons notre étude dans la suite au cas des mécanismes d'interaction entre le jet d'azote et les surfaces métalliques.

### III. ETUDE EXPERIMENTALE SUR LES MATERIAUX METALLIQUES

Dans ce qui suit, nous présentons les résultats de notre étude sur l'impact d'un jet d'azote sur les matériaux métalliques. Nous avons choisi quatre matériaux afin d'étudier leurs mécanismes d'interaction avec le jet d'azote. Ces matériaux seront ensuite scindés en deux groupes d'échantillons suivant le type de réseau cristallographique. Le choix de ces matériaux a été réalisé en collaboration avec notre partenaire industriel CRITM2T (Longwy). A ce stade de l'étude, l'adéquation des échantillons aux préoccupations industrielles n'est pas une priorité.

Il est généralement reconnu que les matériaux cristallins de structure cubique à faces centrées (CFC) sont peu sensibles à la rupture fragile. Ce comportement est dû à la ductilité intrinsèque de ce type de matériau (liée au matériau et non pas aux conditions de déformation). En effet, les métaux à structure cristalline cubique possèdent généralement 12 systèmes de glissement à haute densité d'atomes. Dans les cristaux CFC, il y a 4 plans différents de type  $\{111\}$  avec trois directions indépendantes  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  sur chaque plan. Par contre, les cristaux de structure cubique centré (CC) se déforment généralement par glissement suivant les directions  $\langle 111 \rangle$  qui appartiennent aux plans  $\{011\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$ . Bien que le cristal CC possède le même nombre de systèmes de glissement que le cristal CFC, il est moins ductile. Ceci est dû en grande partie à la moins grande densité d'atomes dans les plans  $\{011\}$  du cristal CC, en comparaison avec la densité d'atomes dans les plans  $\{111\}$  du cristal CFC [10], au nombre de système de glissement actif à basse température, et de l'état de précipitation présent dans le matériau. Plus que dans les métaux CFC, les mécanismes de plasticité mis en jeu dans les métaux CC sont fortement dépendants de la température. Généralement, les courbes obtenues se caractérisent par une augmentation de la limite d'élasticité lorsque la température diminue. Ces caractéristiques expliquent le choix de tester un matériau CC et un matériau CFC.

#### III.1 Matériaux testés et comportement à basse température

Afin de mettre en évidence le comportement de référence des matériaux testés à basse température, plusieurs essais de traction à différentes températures (à 20, -60 et -196°C) ont été effectués sur des éprouvettes plates d'épaisseur 1mm et dont les dimensions figurent sur la Figure II-8. Les observations post-mortem de ces éprouvettes permettront de caractériser

l'endommagement de leur surface, et par conséquent de comparer le mode de rupture de chaque matériau à très basse température avec celui des surfaces impactées par le jet d'azote. Les essais de traction à 20 et -196°C ont été réalisés au LEM3 (centre Arts et Métiers ParisTech de Metz) sur une machine de traction de 10kN avec une vitesse de déformation fixée à  $1,7.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Pour les essais à -196°C, l'ensemble du montage (mors + éprouvette) est introduit dans une cuve étanche permettant à l'éprouvette de baigner dans l'azote liquide. Quant à l'essai complémentaire à -60°C, il a été effectué au LEM3 (site du Saulcy) avec une machine de traction de 100kN dans une enceinte thermique SERVATHIN (plage de températures possibles comprise entre -70 et 250°C) avec une vitesse de déformation de  $1,7.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

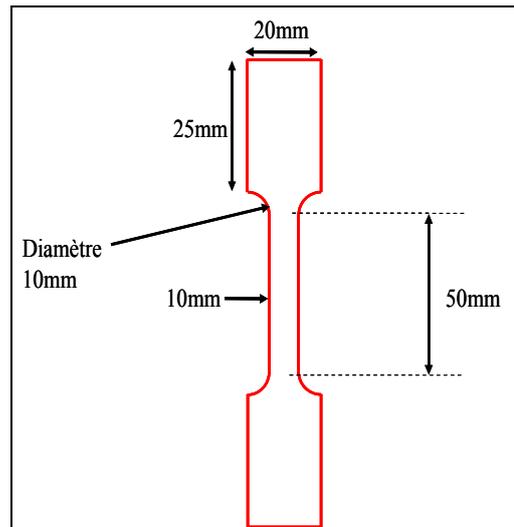


Figure II-8 : Dimensions d'une éprouvette de traction

### III.1.1 Matériaux à haute contrainte d'écoulement

Pour ce type d'essais, nous avons travaillé avec deux types d'échantillons :

#### III.1.1.1 Acier bas carbone E24

L'acier bas carbone E24 fait partie des aciers faiblement alliés présentant une structure essentiellement de nature cubique centrée (CC). Les caractéristiques chimiques et thermo-mécaniques de cet acier sont données dans le Tableau II-1 et Tableau II-2 :

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Nb	Ta	Ti	Co
0.06	0.22	1.49	0.015	0.002	0.24	0.03	0.01	0.003	0.053	0.005	0.016	0.004

Tableau II-1 : Composition chimique de l'acier bas carbone E24 en % massique

Rp 0.2 en MPa	Rm en MPa	Cp J/(Kg.C)	$\rho$ en Kg/m <sup>3</sup>	$\alpha$ 10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s	$\lambda$ W/(m.K)
320	430	170	7710	16.33	21.4

Tableau II-2 : Propriétés mécaniques et physiques de l'acier bas carbone E24 à l'ambiante 25°C

Les courbes de traction de cet acier à 20, -60 et -196°C sont présentées dans la Figure II-9. Nous pouvons constater que, lorsque la température diminue,  $R_m$  tend progressivement vers  $R_{p0.2}$ , et une température de transition ductile-fragile se manifeste entre -60 et -196°C, ce qui traduit le comportement fragile de ce matériau aux très basses températures.

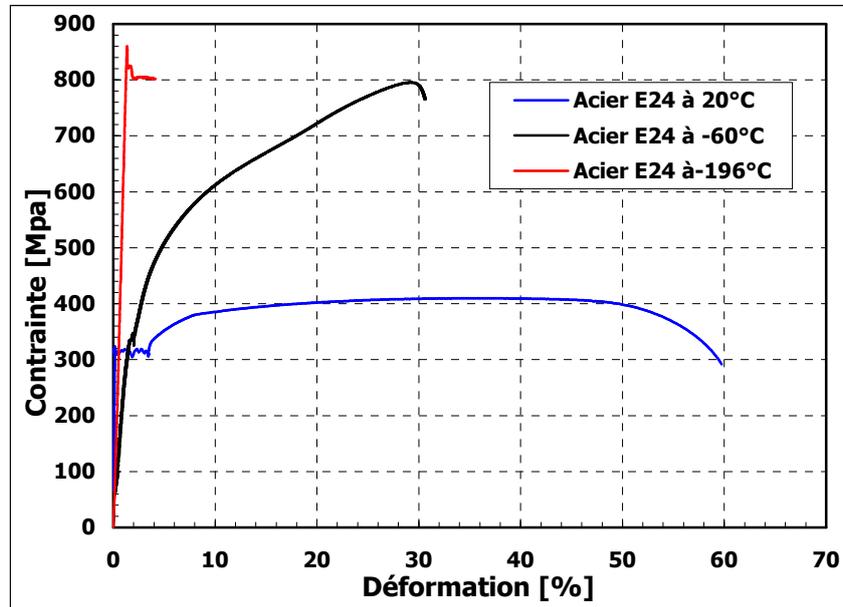


Figure II-9 : Courbes de traction de l'acier E24 en fonction de la température

La Figure II-10 présente des observations post-mortem des différentes éprouvettes après chaque essai de traction réalisé. L'analyse de ces observations permet de constater un changement du mode de rupture de ce matériau (de structure CC) avec la température. Il est ductile à 20 et -60°C, et caractérisé par la présence de nombreuses cupules sur le faciès. Au contraire, lors des essais de traction à très basse température (dans l'azote liquide), le mode de rupture devient fragile transgranulaire, et les plans de clivage montrent des motifs « en rivière » qui indiquent la direction de la rupture : ces motifs s'étendent comme les ailes d'un oiseau dans la direction de la rupture. Le déclenchement d'une rupture par clivage nécessite la présence dans le matériau de défauts locaux (inclusion, précipités,...) ou de structures de dislocations (empilement de dislocations qui génère localement des contraintes internes). Ces défauts peuvent engendrer localement des contraintes suffisamment grandes pour dépasser la résistance cohésive du matériau. Ce mode de rupture fragile traduit l'incapacité des déformations plastiques à accommoder la déformation imposée, ce qui conduit donc à la création des fissures. L'insuffisance de la déformation plastique est due à l'effet cryogénique qui restreint la mobilité des dislocations.

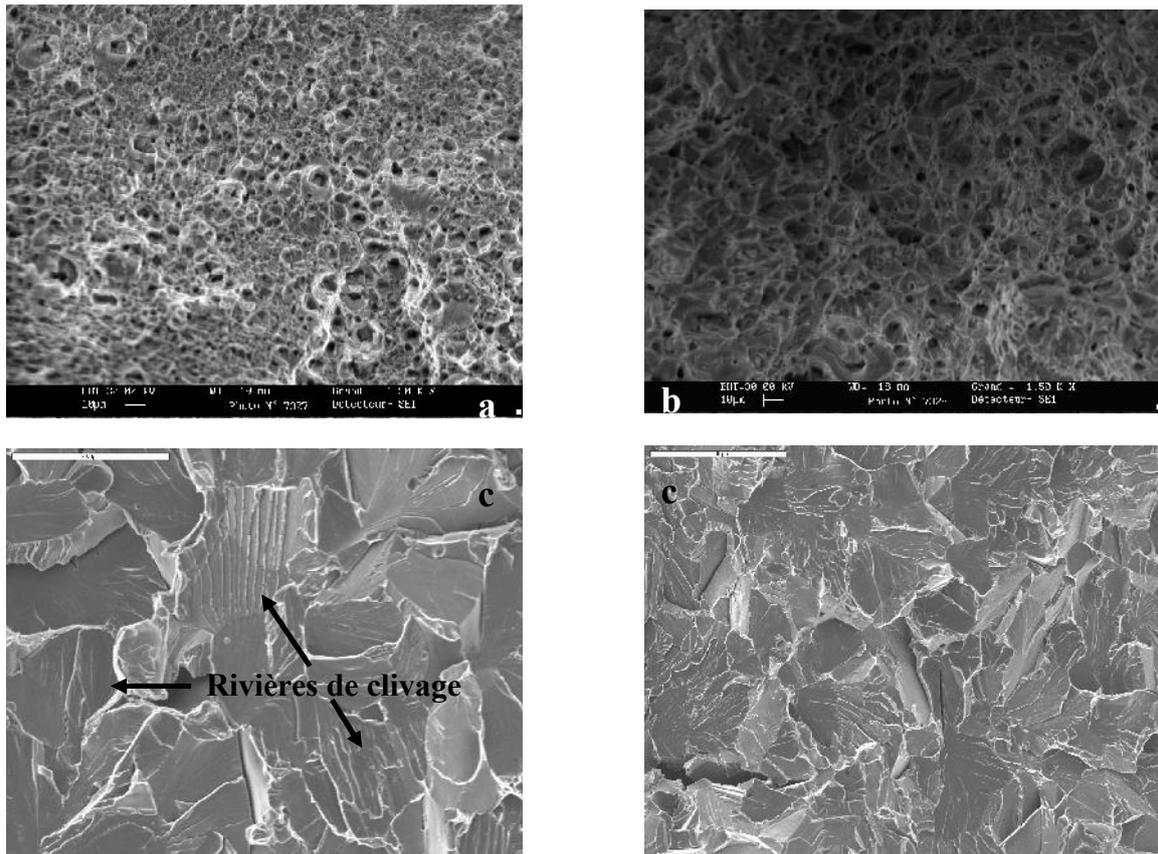


Figure II-10 : Faciès de rupture de l'acier E24 après essais de traction ; a) à 20°C ; b) à -60°C ; c) à -196°C

### III.1.1.2 Acier inoxydable 316L

L'acier X2CrNiMo17-12-2 (appellation AISI 316L) est un acier inoxydable austénitique. Il possède une matrice austénitique stable de la température ambiante à sa température de fusion. Il est constitué d'une matrice de Fer-Chrome-Nickel, c'est-à-dire d'un réseau d'atomes de fer cubique à faces centrées CFC, avec des atomes en solution solide d'insertion (comme le carbone ou l'azote) et des atomes en solution solide de substitution (comme le molybdène, silicium, manganèse...). Les caractéristiques chimiques et thermomécaniques sont données dans le Tableau II-3 et Tableau II-4 :

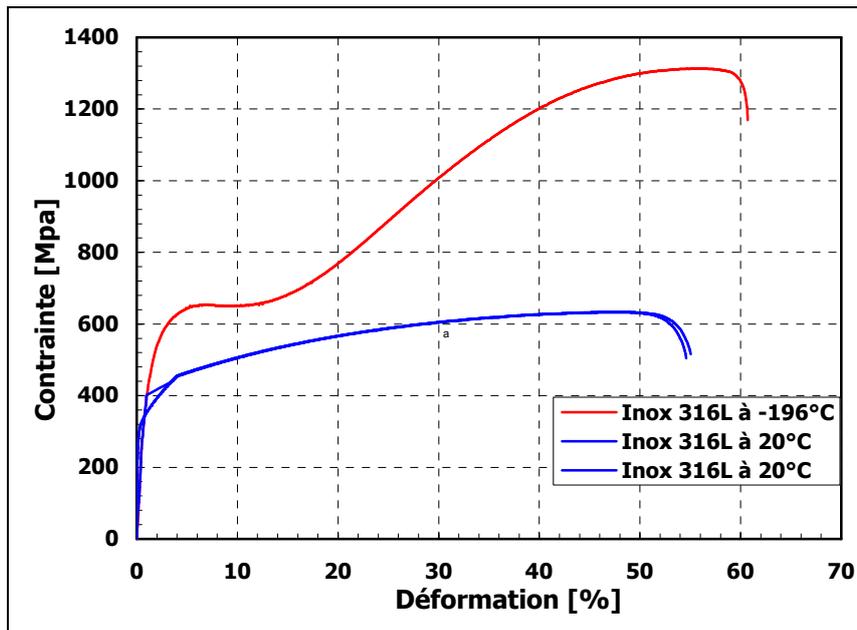
C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Mo	Ni
≤ 0.03	≤ 1.00	≤ 2.00	0.045	≤ 0.015	≤ 0.11	16 - 18	2 - 2.50	10 - 13

Tableau II-3 : Composition chimique de l'acier inoxydable 316L en % massique

<b>Rp 0.2 en MPa</b>	<b>Rm en MPa</b>	<b>Cp en J/(Kg.C)</b>	<b><math>\rho</math> en Kg/m<sup>3</sup></b>	<b><math>\alpha</math> 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s</b>	<b><math>\lambda</math> W/(m.K)</b>
<b>450</b>	<b>630</b>	<b>500</b>	<b>7900</b>	<b>19</b>	<b>15</b>

**Tableau II-4 : Propriétés thermomécaniques de l'acier inoxydable 316L à 25°C**

Ce matériau a subi trois essais de traction à 20 et -196°C afin de déterminer son comportement mécanique à basse température, les courbes obtenues sont présentées dans la Figure II-10.



**Figure II-10 : Courbes de traction de l'acier inoxydable 316L en fonction de la température**

Comme nous pouvons le constater sur cette figure, à l'opposé de l'acier E24, l'acier inoxydable 316L conserve une grande ductilité à très basse température. Comme pour l'acier E24, sa contrainte d'écoulement plastique est plus importante à -196°C, en raison de la mobilité réduite des dislocations à ce niveau de température. Le surcroît d'écrouissage observé à grande déformation est dû à une transformation martensitique de la phase austénitique.

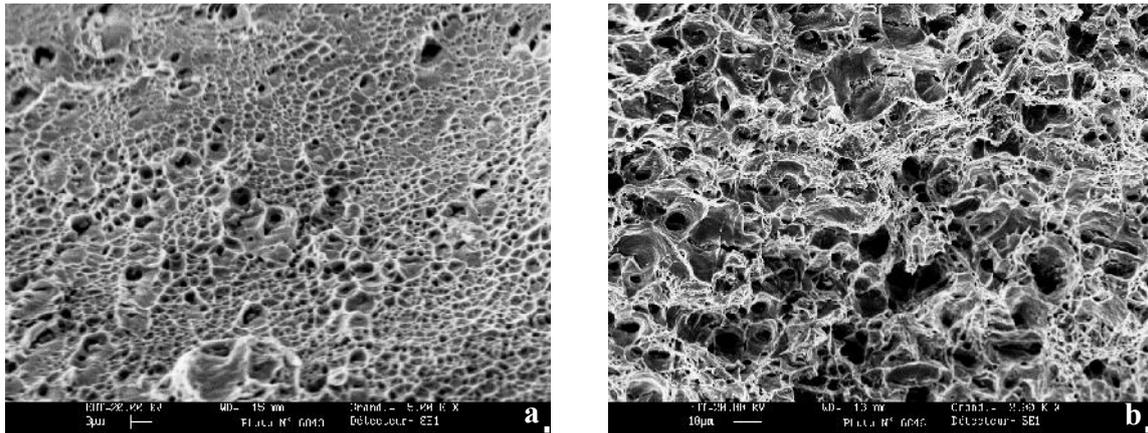


Figure II-11 : Ruptures ductiles de l'acier inox 316L après les essais de traction ; a) à -196°C ; b) à 20°C

La Figure II-11 montre les faciès de rupture de l'acier inox 316L obtenus après des essais de traction à 20 et -196°C. L'examen microscopique post-mortem des deux éprouvettes suggère bien une rupture ductile, caractérisée par la présence d'une multitude de petites cupules. Ces cupules sont des cavités s'allongeant dans le sens de la déformation, puis se réunissant par striction ou par cisaillement, pour produire la rupture par un mécanisme de coalescence. Elles se forment généralement par décohésion de l'interface entre les particules (inclusions, précipités,...) et la matrice.

### III.1.2 Matériaux à faible contrainte d'écoulement

Nous avons travaillé avec deux types d'échantillons de matériaux CFC.

#### III.1.2.1 L'aluminium EN AW-1050A

Le matériau étudié est l'aluminium corroyé de référence EN AW-1050A, avec une pureté de 99.5% . L'ensemble des caractéristiques chimiques et mécaniques sont données dans le Tableau II-5 et Tableau II-6 :

Al	Si	Fe	Mn	Zn	Ti
99.25	0.25	0.33	0.05	0.07	0.05

Tableau II-5 : Composition chimique de l'aluminium 1050A en % massique

Rp 0.2% en MPa	Rm en MPa	Dureté Hv	E en MPa	$\rho$ en Kg.m <sup>-3</sup>
20	76	30	69	2700

Tableau II-6 : Propriétés mécaniques de l'aluminium 1050A

Des essais de traction ont été réalisés également sur ce matériau, afin de déterminer son comportement mécanique à basse température. Le grand nombre d'essais de traction effectués à chaque température (2 tests à -196°C et 3 tests à 20°C) avait pour but d'assurer la reproductibilité des résultats. Les courbes de traction obtenues sont présentées dans la Figure II-12.

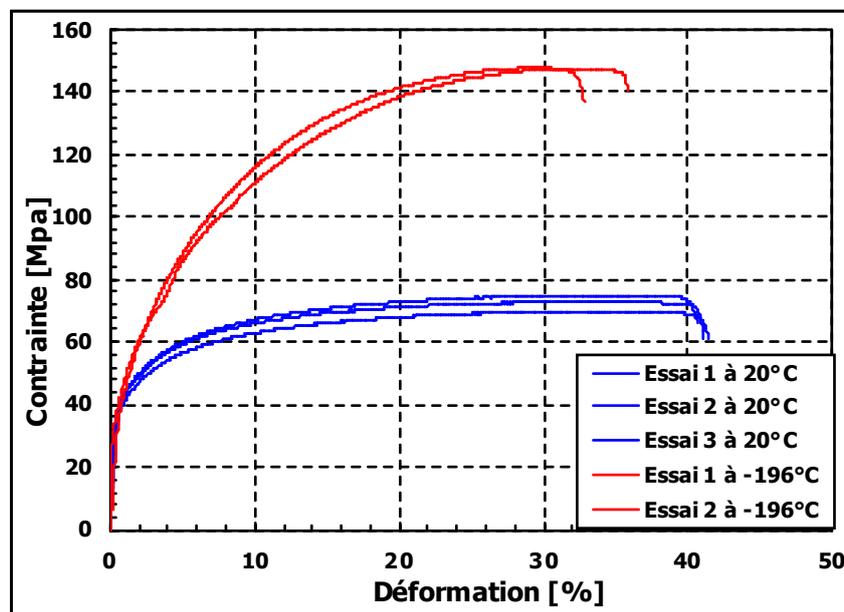


Figure II-12 : Essais de traction de l'aluminium EN AW-1050A à 20 et -196°C

Ces courbes de traction montrent le caractère ductile de l'aluminium EN AW-1050A même à très basse température. Bien que l'aluminium soit un métal dont la structure cristalline est cubique à faces centrées (CFC), sa déformation plastique suit le mécanisme que nous avons cité dans cf. III.1.1.2. Nous notons également la présence d'écrouissage à très basse température, dû très certainement à une perte de mobilité des dislocations sur les plans de glissement.

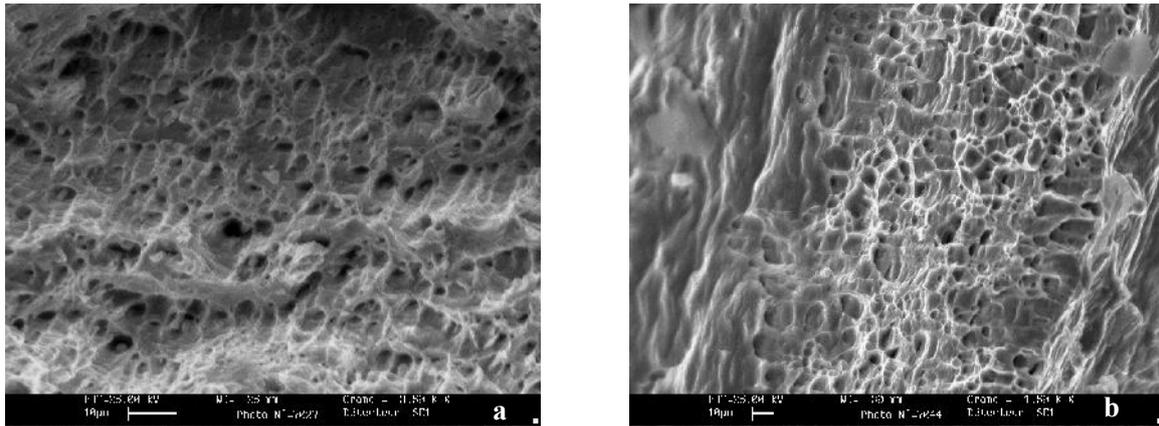


Figure II-13 : Rupture ductile de l'aluminium EN AW-1050A ; a) à -196°C ; b) à 20°C

L'examen microscopique des faciès de rupture des éprouvettes de traction révèle un mode de rupture typiquement ductile pour les deux températures d'essai. Ce mode de rupture, caractérisé par la présence de cupules et de lignes de glissement, est présent même à très basse température pour ce type de matériau (ductilité intrinsèque peu sensible à la température pour les matériaux à structure CFC), justifiant l'allongement important des éprouvettes lors des essais de traction à -196°C.

### III.1.2.2 Cuivre OFHC

Le dernier matériau étudié est le cuivre OFHC<sup>5</sup> issu d'une méthode américaine d'élaboration. C'est l'équivalent du Cu-c en norme française. Cette variété est plus dure que les variantes Cu-a et Cu-b, à cause de la présence de traces (inférieures à 0.0003%) de phosphore utilisé pour désoxyder le métal. Il contient à 99.95% du cuivre, et il présente une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC). L'ensemble des propriétés mécaniques est donné dans le Tableau II-7 :

<b>Rp 0.2% en MPa</b>	<b>Rm en MPa</b>	<b>Dureté Hv</b>	<b>E en MPa</b>	<b>ρ en Kg.m<sup>-3</sup></b>
<b>250</b>	<b>300</b>	<b>100</b>	<b>120</b>	<b>8.9</b>

Tableau II-7 : Propriétés mécaniques du Cuivre OFHC

Des essais de tractions à 20 et -196°C ont été réalisés sur ce matériau afin de déterminer son comportement thermomécanique à très basse température. La Figure II-14 donne les courbes de traction obtenues.

<sup>5</sup> Oxygen Free High Conductivity

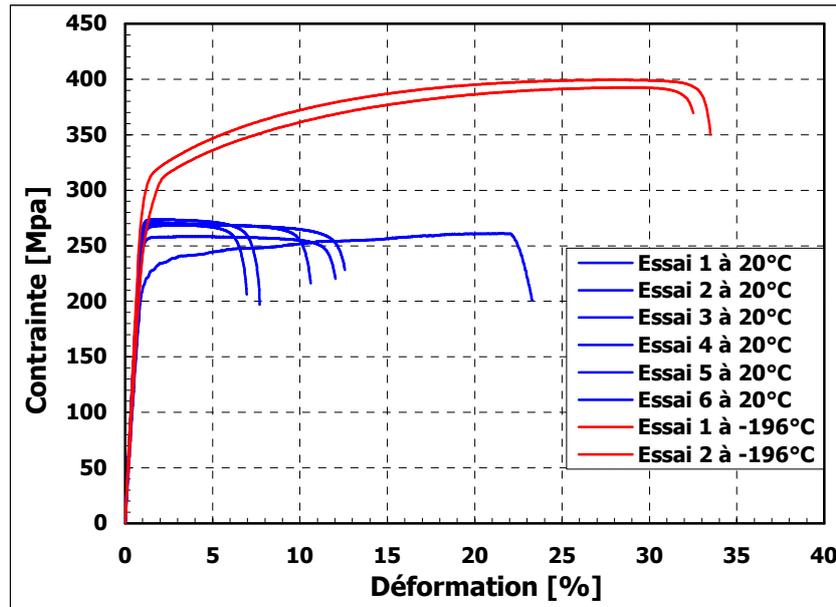


Figure II-14 : Essais de traction à 20 et -196°C réalisé sur le Cuivre OHFC

Nous remarquons que le Cuivre OFHC présente un comportement thermomécanique à basse température (-196°C) voisin de celui de l'aluminium. En effet, la présence d'une ductilité importante à très basse température caractérise les matériaux de structure cristalline CFC. Les mécanismes de déformation plastique sont ceux signalés dans les paragraphes précédents. L'écroutissement observé à basse température témoigne encore une fois de la difficulté que rencontre la mobilité des dislocations. La ductilité à température ambiante indiquée par nos tests souffre d'une grande dispersion due à la présence d'importants défauts géométriques de surface importants. Elle est très certainement sous estimée et aurait été beaucoup plus grande si l'état de surface des échantillons avait été meilleure.

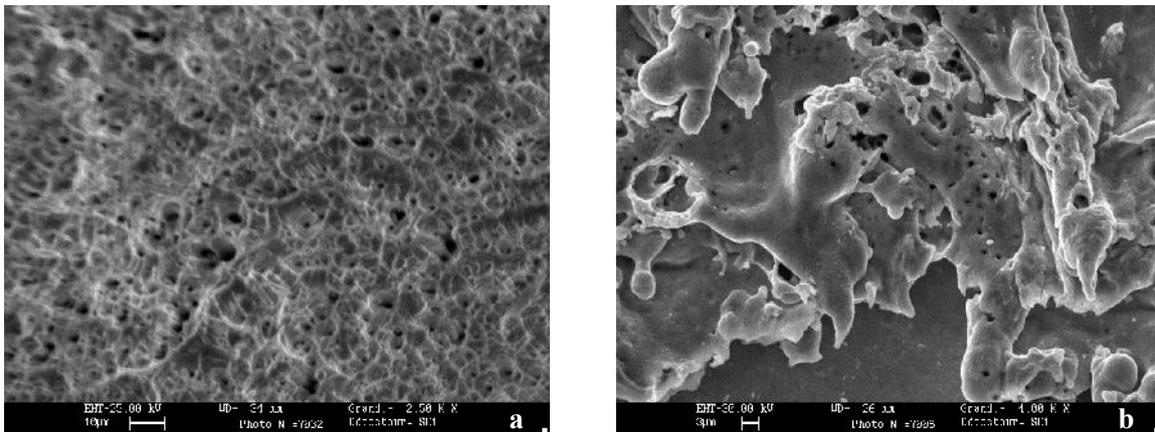


Figure II-15 : Rupture ductile du Cuivre OHFC ; a) à 20°C; b) à -196°C

L'examen microscopique post-mortem des éprouvette de traction, confirme le comportement ductile du matériau à basse température. Le cliché MEB (a) obtenu à température ambiante présente un faciès de rupture ductile caractérisé par l'amorçage et la croissance des cavités. Ce faciès de rupture est différent de celui (b) obtenu à basse température (les cupules sont beaucoup moins connectées entre elles). Ceci s'explique par les différents niveaux de striction obtenus pour les deux températures. Tous les essais que nous avons effectués montrent que, en accord avec les résultats classiques de la littérature, nos échantillons présentent des faciès de rupture ductile à la température d'impact du jet sur la surface du matériau. L'un des enjeux des essais qui vont suivre est de comparer les effets du jet sur le matériau à ces résultats de référence.

### III.2 Résultats des essais d'impact avec le jet d'azote

#### III.2.1 Résultats des essais dynamiques sur les matériaux à haute contrainte d'écoulement

Une série d'essais dynamiques d'impact par jet d'azote a été réalisée sur des éprouvettes parallélépipédiques ( $35 \times 22 \times 10 \text{ mm}^3$ ) polies miroir. L'un des buts de l'étude est d'étudier l'influence de la distance de tir sur l'évolution de l'endommagement à l'impact. En l'absence d'information sur le mode d'action du jet d'azote sur ce type de matériau, nous avons choisi une vitesse de passage faible, afin de procurer un temps d'interaction jet/matière assez important. L'ensemble des paramètres de consigne relatifs à ce type d'essais, sont répertoriés dans le Tableau II-8 :

$d_{\text{buse}}$ en mm	$P_c$ en MPa	$d_{\text{tir}}$ en mm	$V_a$ en mm/min
0.2	300	de 20 à 100 par pas de 10	20

Tableau II-8 : Paramètres des essais dynamiques

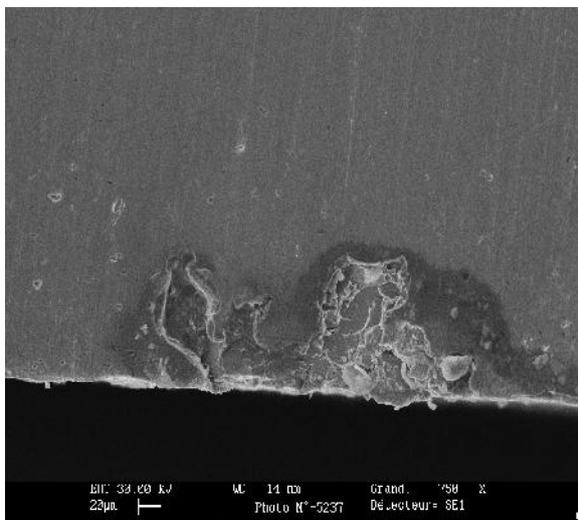
où  $d_{\text{buse}}$  est le diamètre de la buse,  $P_c$  est la pression de consigne,  $d_{\text{tir}}$  est la distance de tir et  $V_a$  est la vitesse d'avance.

La surface des différentes éprouvettes impactées est ensuite observée et caractérisée au microscope électronique à balayage (MEB) de type Leica S440 (au LEM3/Ile du Saulcy). Ces différentes observations ont permis la reconstitution d'un panorama de l'évolution morphologique de l'endommagement des surfaces après impact par le jet d'azote.

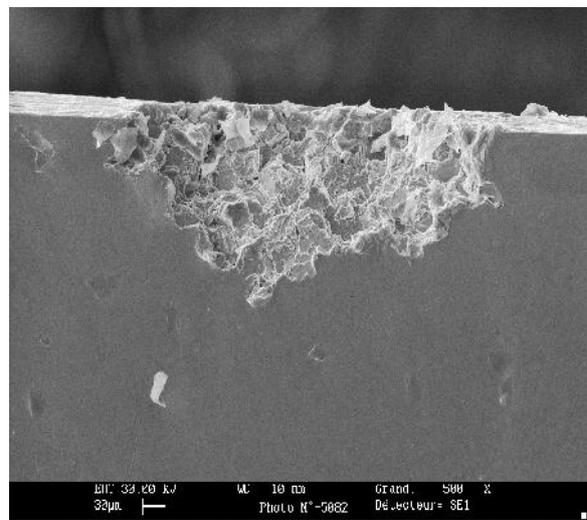
### III.2.1.1 Résultats des essais dynamiques d'impact sur l'acier bas carbone E24

Pour une distance de tir de 20mm (Figures II-16 et II-17), nous observons une absence d'endommagement sur toute la zone de passage du jet, sauf aux deux bords de l'échantillon, où nous identifions un enlèvement de matière assez conséquent. Ceci est dû très probablement aux fortes perturbations que subit la structure du jet aux deux bords de l'échantillon.

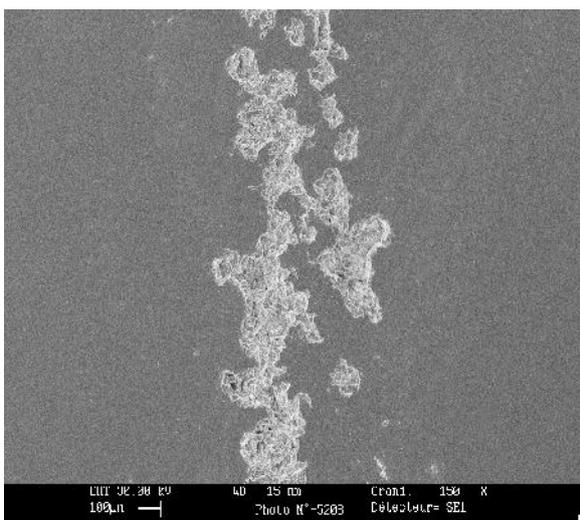
Aux distances de tir de 30 et 40mm, l'endommagement est discontinu et irrégulier le long du parcours du jet, avec un enlèvement de matière plus important aux deux bords (Figures II-18 et II-19).



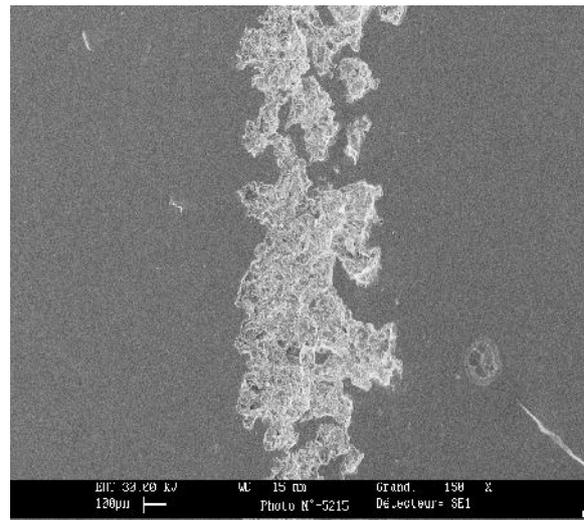
**Figure II-16 : Endommagement observé uniquement au bord du cratère pour une  $d_{tir}=20mm$  ; entrée de la course du jet**



**Figure II-17 : Endommagement observé uniquement au bord du cratère pour une  $d_{tir}=20mm$  ; sortie de la course du jet**



**Figure II-18 : Endommagement discontinu pour une  $d_{tir}=30mm$**



**Figure II-19 : Endommagement discontinu pour une  $d_{tir}=40mm$**

A partir d'une distance de tir de 50mm, le jet d'azote commence à présenter un potentiel de décapage (enlèvement surfacique et continu de matière) d'efficacité croissante jusqu'à des distances de tir de l'ordre de 90 et 100mm. L'analyse des parties soumises au jet pour des distances de tir de 50 à 100mm (la Figure II-20 fourni un exemple) révèle la présence de deux zones principales d'endommagement :

- une zone centrale avec un endommagement conséquent, que nous allons considérer comme étant la forme principale et dominante de l'ensemble des endommagements observés. L'examen au microscope électronique à balayage (MEB) de cette partie centrale révèle un faciès de rupture fragile du matériau par clivage (cf. Figure II-21), probablement induit par la phase dense du jet ;
- une zone latérale avec des impacts moins profonds et isolés les uns des autres. L'examen de cette partie montre diverses formes d'endommagement. Parmi ces dernières, nous citons la microfissuration (cf. Figure II-22) repérée au bord de la zone centrale. Elle est provoquée par le repoussement de matière induit par l'effet de souffle, une fois le sillon formé. Nous notons la présence d'un autre type d'endommagement sous forme d'un réseau de fissurations interconnectées, appelé faïençage (cf. Figure II-23). Sa nucléation pourrait être due à un fort gradient de contraction thermique entre la surface et le cœur du matériau, à la suite du refroidissement brutal de la surface. Des observations plus fines montreront la présence d'autres types d'endommagement.

L'ensemble des résultats de ce paragraphe suggère que la partie la plus agressive du jet se trouve près de son axe, à une distance de la buse comprise entre 30mm et 90-100mm. Les endommagements observés laissent supposer la présence d'une (de) phase (s) dense (s) dans le jet. Après être devenu gazeux dans la buse, l'azote semble donc se recondenser dans le jet, avant que ce dernier ne soit dispersé dans l'atmosphère environnante.

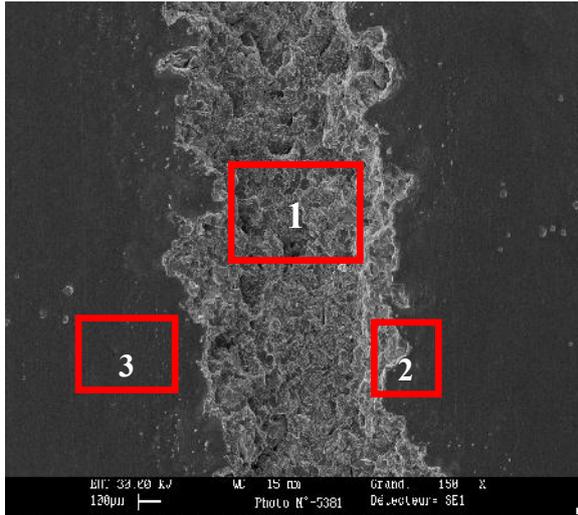


Figure II-20 : Endommagement principal induit par le passage du jet d'azote.  $d_{jet}=70mm$

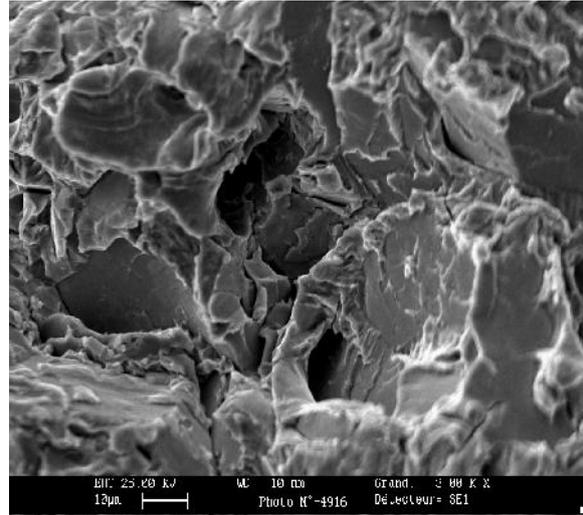


Figure II-21: Faciès de rupture par clivage (endommagement principal). Zoom n°1

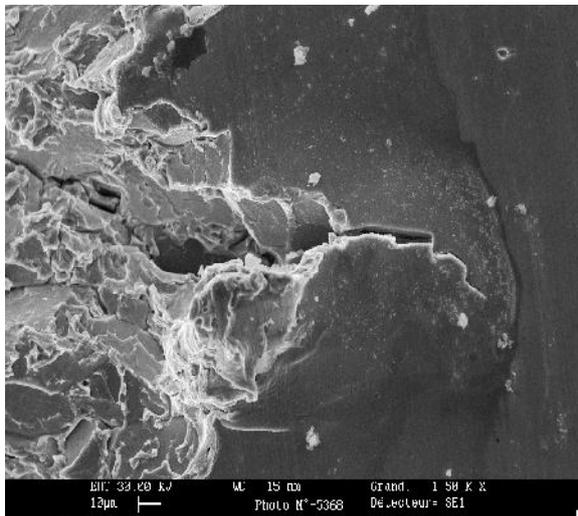


Figure II-22 : Propagation d'une fissuration de la zone centrale vers la zone latérale. Zoom n°2

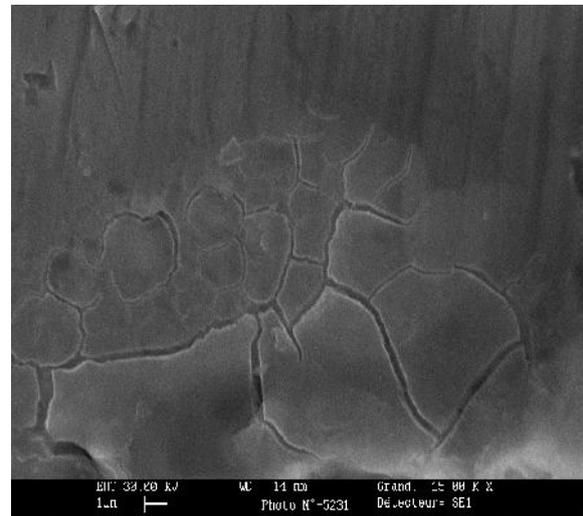


Figure II-23 : Faïençage observé dans la zone latérale. Zoom n°3

#### a. Observations après attaque chimique

Les éprouvettes testées ont subi ensuite une attaque chimique Nital à 5% afin de révéler les éventuelles relations entre les endommagements induits par le passage du jet d'azote et la microstructure du matériau. Nous nous intéressons surtout à la zone latérale qui se trouve à quelques microns de la zone d'endommagement principal.

Aucune corrélation forte entre les endommagements observés et la microstructure n'a été identifiée : nous pouvons constater que l'endommagement a lieu indépendamment de la structure granulaire (Figure II-24 et Figure II-25) et que la propagation des fissures ne suit pas nécessairement les joints de grains (Figure II-26 et Figure II-27). La Figure II-29 montre éga-

lement la présence d'une zone d'endommagement isolée dans la zone latérale, et qui s'est formée indépendamment de la microstructure du matériau.

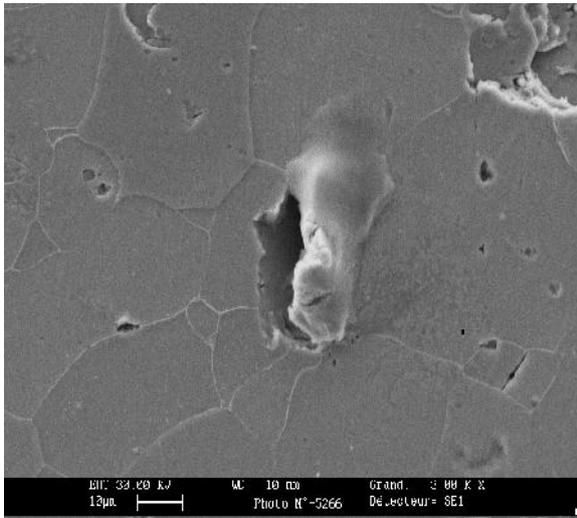


Figure II-24 : Ecaillage observé dans le grain  $d_{tir}=50mm$

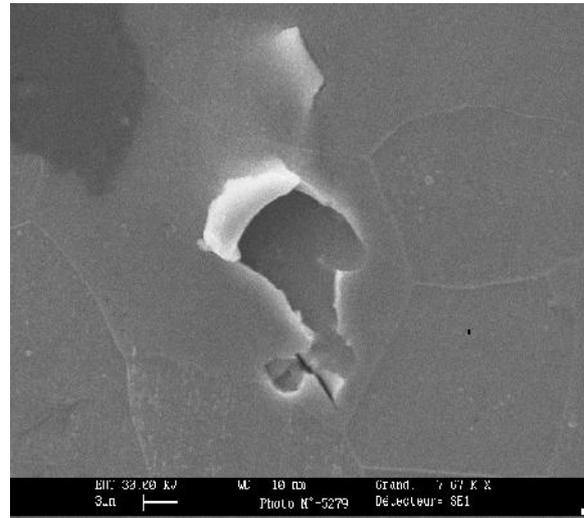


Figure II-25 : Ecaillage en phase d'amorçage  $d_{tir}=60mm$

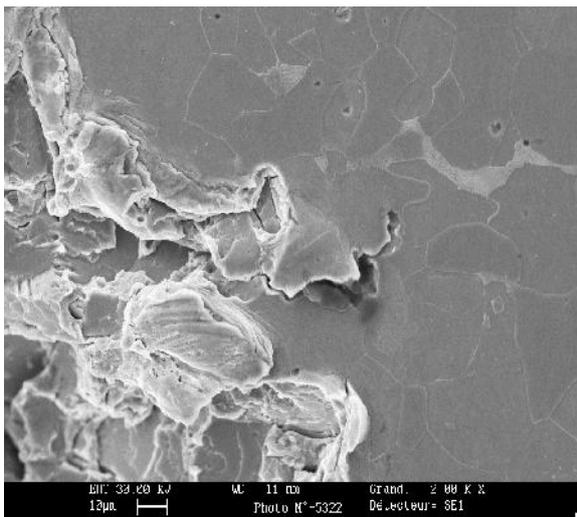


Figure II-26 : Propagation d'une fissure le long d'un joint de grain et soulèvement de la matière  $d_{tir}=70mm$

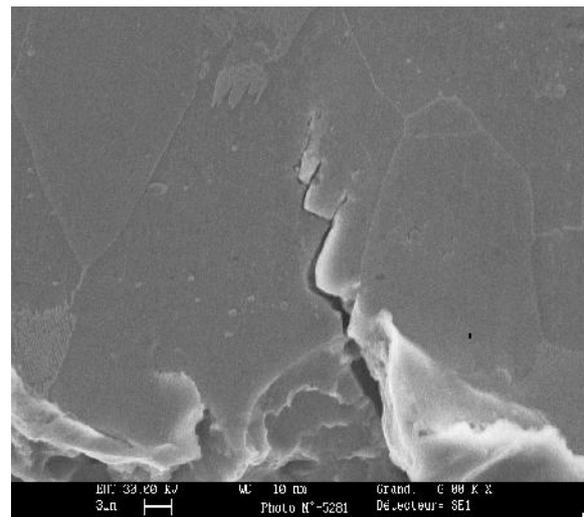
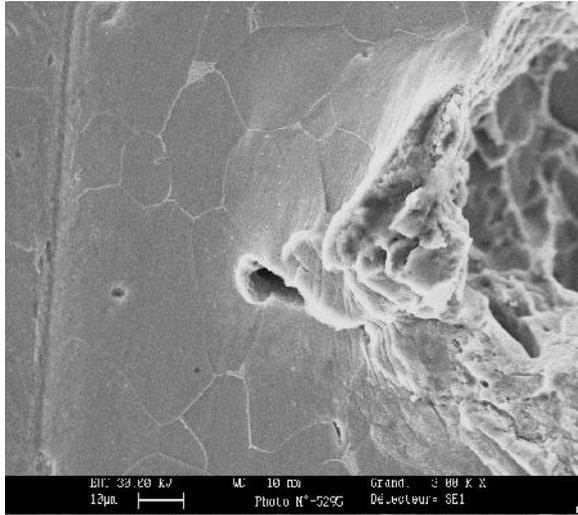


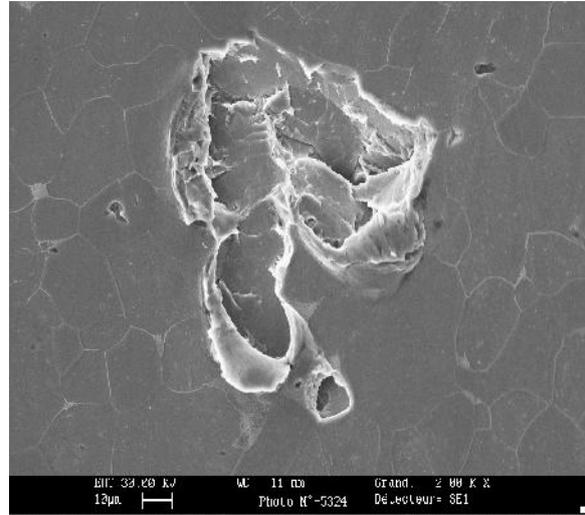
Figure II-27 : Propagation d'une fissure en transperçant le grain  $d_{tir}=80mm$

Outre l'absence de corrélations entre la microstructure et les endommagements, la micro-observation de cette partie latérale nous a permis de mettre en évidence d'autres formes d'endommagement. Les Figures II-24 et II-25 révèlent la présence d'écaillage, dont les mécanismes de formation seront développés dans le chapitre suivant. La Figure II-25 illustre cet écaillage en phase d'amorçage dans un grain, caractérisé par un soulèvement de la matière, et conduisant par la suite à la formation d'une cavité à la surface du matériau (cf. Figure II-24). La Figure II-28 laisse apparaître des lignes de glissement au bord du cratère principal induit

par le passage du jet d'azote. Cette déformation plastique est due au repoussement de la matière, induit très certainement par l'effet de souffle.



**Figure II-28 : Traces d'une déformation plastique au bord de l'endommagement principal  $d_{tir}=70mm$**



**Figure II-29 : Impact individuel dans la zone latérale  $d_{tir}=80mm$**

#### **b. Caractéristiques géométriques en fonction de la distance de tir**

La Figure II-30 représente la variation de la largeur de l'endommagement principal de la surface impactée (sillon) par le jet en fonction de la distance de tir. Chaque valeur est une moyenne de dix mesures effectuées le long de la zone d'endommagement pour chaque distance de tir. La pression de consigne et la vitesse d'avance sont fixées respectivement à 300MPa et 20mm/min. Nous remarquons que la largeur de la saignée augmente et suit une progression quasi-linéaire. Outre l'évasement du jet avec la distance de tir, cette évolution pourrait s'expliquer aussi par les différentes transformations thermodynamiques que subirait le jet depuis la buse d'injection vers la surface impactée. L'absence de toute trace d'endommagement pour une distance de tir de 20mm, sauf aux deux bords de l'échantillon, suggère que le jet d'azote à cette distance de tir est composé d'une phase quasiment gazeuse incapable d'altérer la surface du matériau. Par contre, la forme des endommagements observés (discontinus) à 30 et 40mm reflète un changement de la composition des phases en présence dans le jet d'azote, et montre l'existence et l'augmentation de la proportion d'une phase dense (liquide, hypercritique). La prépondérance de cette phase dense se manifeste à partir d'une distance de tir de 50mm (jusqu'à 100mm) où nous assistons à une forme d'endommagement plus conséquente et sévère. Ceci met en évidence un éventuel passage à travers des transformations thermodynamiques complexes, d'un état quasiment gazeux vers un mélange de phases (liquide, hypercritique et gazeux) avec des proportions différentes. De plus, les impacts individuels observés

qui longent la saignée (paragraphe précédent), suggèrent la présence de gouttelettes liquides, formées par fragmentation de la partie liquide du jet avec l'air ou les couches environnantes très certainement plus chaudes (phénomène d'«atomisation»).

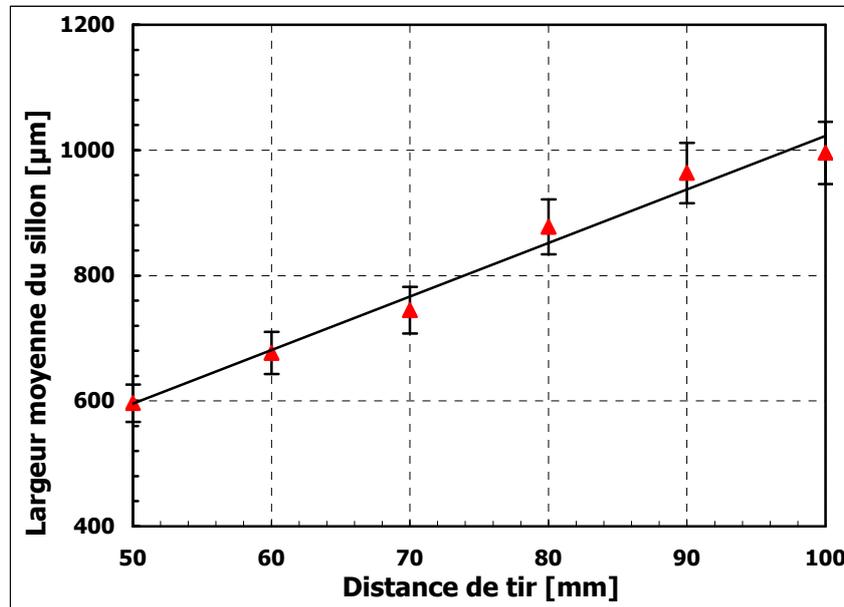


Figure II-30 : Evolution de la largeur moyenne de la saignée

### c. Mesure de dureté

L'ensemble des expériences menées sur le jet d'azote nous ont permis de constater que son impact sur une surface métallique induit une chute rapide de la température de cette surface. Dans le souci de déterminer l'incidence de cette baisse de température sur la région voisine de la saignée formée par le passage du jet, nous avons réalisé des mesures de microdureté afin de délimiter, autour de la bande décapée, une zone qui pourrait être affectée thermiquement par l'action cryogénique du jet. Cette zone affectée thermiquement pourrait présenter des changements des propriétés mécaniques du matériau. Ces mesures de microdureté ont été réalisées au CIRAM (centre Arts et Métiers Paristech de Metz) à l'aide d'un indenteur de type ZWICK ZHV1 (un diamant à la forme d'une pyramide à base carrée et dont les faces opposées font un angle de  $136^\circ$ ), et les positions des points de mesure de dureté sont données sur la Figure II-31.

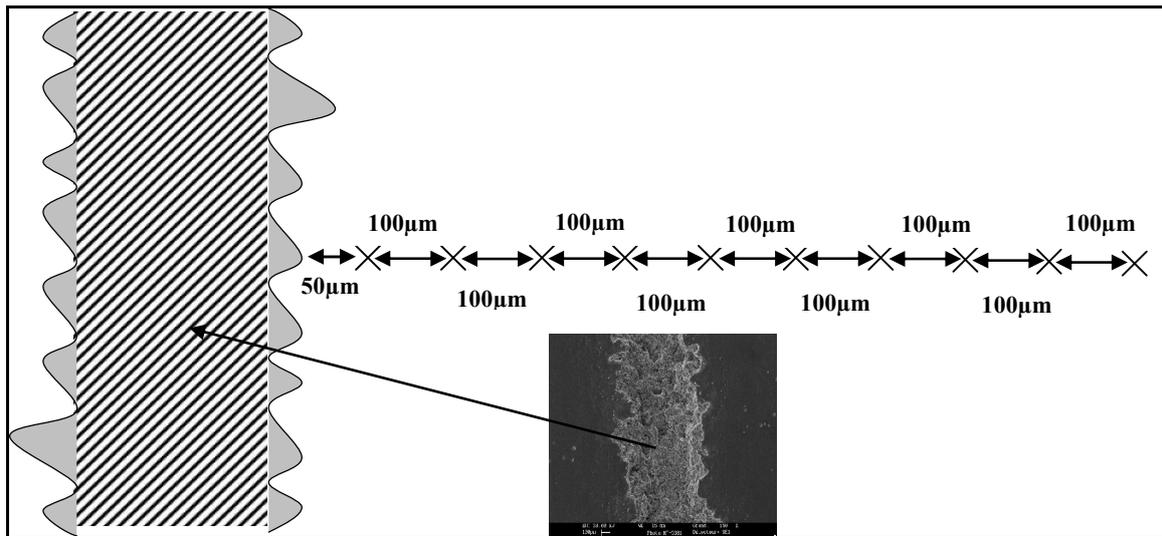


Figure II-31 : Cartographie des positions des points de mesure

Nous avons effectué ces mesures de dureté sur le côté droit de la bande décapée, et les phénomènes observés dans cette zone seront extrapolés par symétrie à la partie gauche. Les éprouvettes choisies pour ces mesures sont celles impactées avec des distances de tir de 30 et 100mm. On rappelle que la dureté moyenne de l'acier E24 avant l'impact par le jet d'azote (échantillon témoin) est de l'ordre de 150HV.

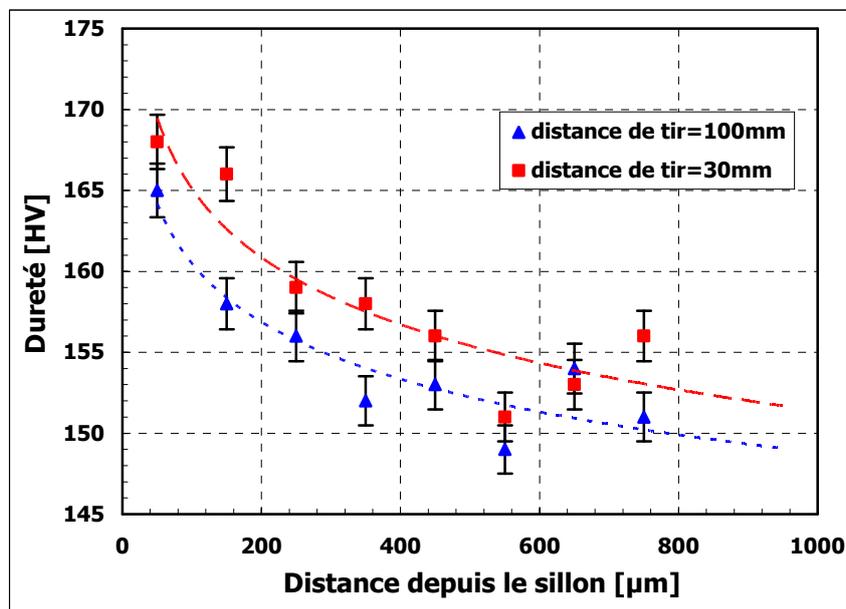


Figure II-32 : Profil de l'évolution de la microdureté des éprouvettes en acier E24  
Charge indenteur=200g, temps de charge automatisé=10 secondes, objectif x 40

La Figure II-32 montre l'évolution de la microdureté de ce matériau pour deux distances de tir différentes et extrêmes. Les deux profils obtenus présentent la même évolution décroissante de la microdureté en s'éloignant de la zone du passage du jet. Pour une distance de

tir de 100mm, nous notons une augmentation de la dureté pour atteindre une valeur de 165Hv. La même remarque peut être observée pour la distance de tir de 30mm où la dureté atteint 168Hv. Cette légère augmentation de la microdureté pour une distance de tir de 30mm, peut s'expliquer par une température à l'impact plus importante pour les grandes distances de tir. Pour les deux distances de tir, nous pouvons donc délimiter une zone de 400 à 500 $\mu\text{m}$  affectée par l'action cryogénique du jet. Cette augmentation de la dureté peut s'expliquer par le développement de contraintes internes au niveau de la surface. Pour nous en assurer des mesures de contraintes internes par diffraction aux rayons X ont été réalisées (au LEM3 centre Arts et Métiers Paristech de Metz) à l'intérieur de la zone affectée par le passage du jet, et dont les positions des points de mesures sont celles mentionnées dans la Figure II-31. Nous avons utilisé pour cela la méthode classique d'analyse de contraintes par DRX, appelée « méthode des  $\sin^2\psi$  ».

La Figure II-33 représente l'évolution des contraintes internes mesurées sur une zone qui s'étend jusqu'à 850 $\mu\text{m}$  depuis la saignée formée. Toutes les valeurs des contraintes représentées sont fournies avec une incertitude de l'ordre de  $\pm 20\text{MPa}$ , elles révèlent la nature compressive de ces contraintes internes dans ce domaine. La Figure II-33 montre que la contrainte interne de compression passe d'une valeur de  $-235\text{MPa}$  pour une distance de 50 $\mu\text{m}$  à une valeur de  $-135\text{MPa}$  pour une distance de 450 $\mu\text{m}$ . Ceci est dû en grande partie au fort gradient thermique qui se développe à la surface du matériau et qui sera étudié dans le chapitre III cf. II.4. Par conséquent, l'augmentation de la microdureté observée pourrait être corrélée avec le développement des contraintes internes. Ce changement au niveau des propriétés mécaniques du matériau, pourrait déboucher sur une nouvelle application du jet d'azote notamment dans le domaine de durcissement de surface (cf. chapitre IV).

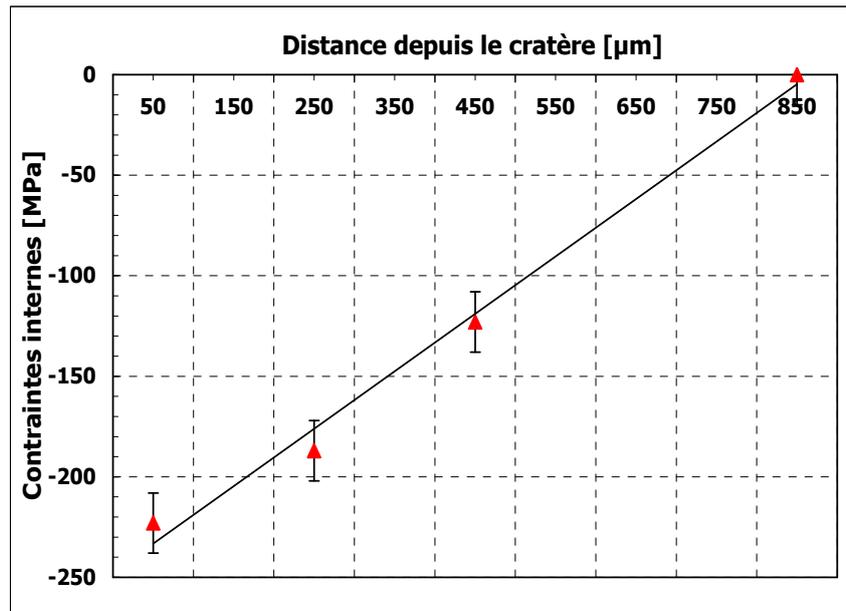


Figure II-33 : Evolution des contraintes internes au voisinage de l'endommagement principal (acier E24)

Des mesures de la profondeur moyenne de l'endommagement ont été réalisées au CI-RAM/ENSAM de Metz, par le biais d'un microscope optique de mesure de topographie 3D (InfiniteFocus Alicona). Pour chaque distance de tir, la profondeur représentée est la moyenne de dix mesures effectuées.

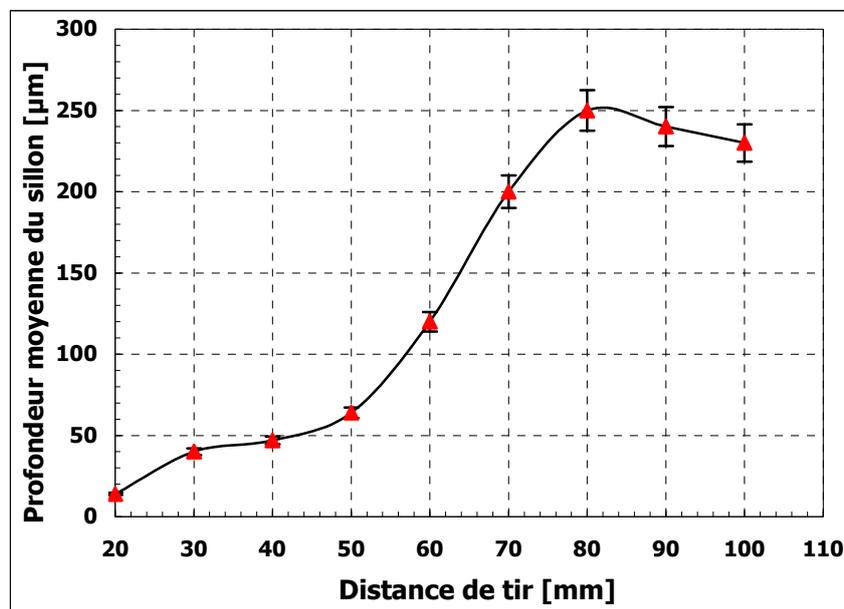


Figure II-33 : Evolution de la profondeur de l'endommagement en fonction de la distance de tir

La Figure II-33 présente l'évolution de la profondeur de l'endommagement en fonction de la distance de tir. Elle constitue, avec celle de l'évolution de la largeur moyenne de l'endommagement, une information bidimensionnelle de la géométrie des impacts induits par le jet d'azote. Cette profondeur atteint une valeur maximale de 250 $\mu$ m pour une distance de tir de 80mm (distance optimale). A partir de cette valeur, la profondeur a tendance à diminuer.

### **III.2.1.2 Résultats des essais dynamiques d'impact sur l'acier inox 316L**

La forme de l'endommagement observée pour l'acier inox 316L est très différente de celle de l'acier bas carbone E24. Pour les faibles distances de tir (20, 30 et 40mm), le jet d'azote n'a aucune action sur la surface du matériau. Il ne commence à agir sur l'acier inox qu'à partir d'une distance de tir de 50mm, avec des endommagements limités au niveau des bords de l'échantillon (cf. Figure II-34). Les observations au microscope optique à balayage (MEB) des éprouvettes (Figures II-35 à II-39) montrent que l'acier inox présente un endommagement discontinu, distant et surfacique (peu profond), avec des micro-impacts d'une taille de 1 à 5  $\mu$ m (cf. Figure II-42), et ceci pour toutes les distances de tir testées (60,70, 80, 90 et 100mm). L'observation microscopique de l'endommagement conséquent (que nous avons qualifié de principal), présente un faciès de rupture ductile (cf. Figure II-44). De plus, l'examen microscopique approfondi des zones environnantes de l'endommagement principal dû au passage du jet, a révélé la présence de certaines des formes d'endommagement observées dans le cas de l'acier bas carbone E24. La Figure II-40 montre des fissures induites par le soulèvement de la matière. De l'écaillage a été également identifié sur les impacts individuels autour de la zone du passage du jet (cf. Figure II-41), dont le mécanisme sera étudié dans le chapitre suivant. La Figure II-45 suggère un exemple où l'écaillage est amorcé depuis une fissure créée à la surface du matériau. Nous notons également la présence de lignes de glissement au bord des cratères formés, témoins de déformations plastiques provoquées par le repoussement de matière (cf. Figure II-43).

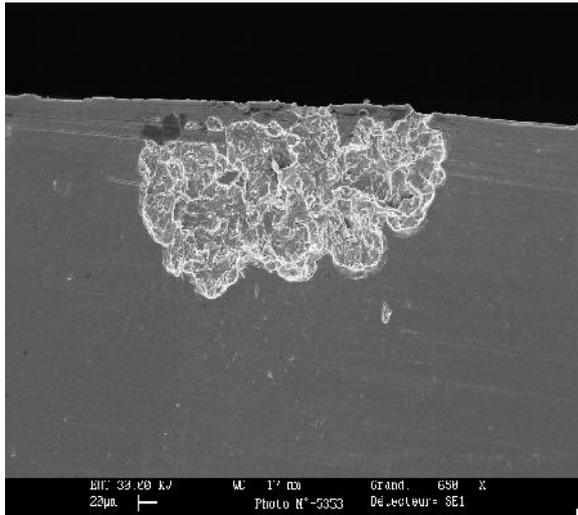


Figure II-34 : Endommagement observé au bord de l'éprouvette pour une  $d_{\text{jet}}=50\text{mm}$

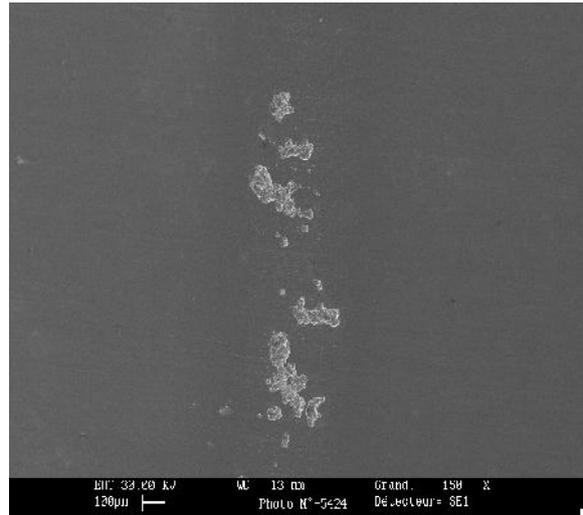


Figure II-35 : Endommagement observé pour une  $d_{\text{jet}}=60\text{mm}$

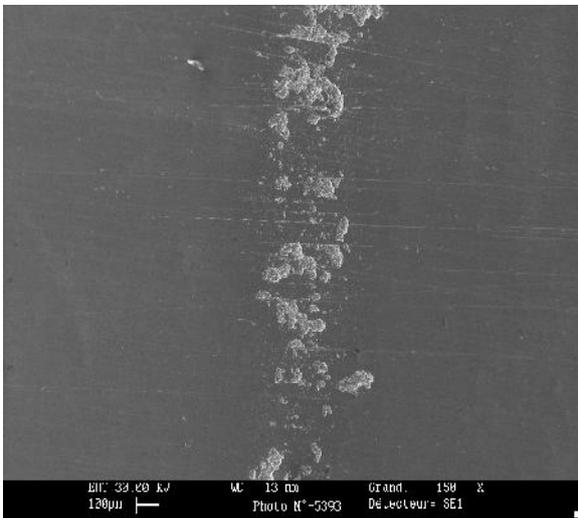


Figure II-36 : Endommagement observé pour une  $d_{\text{jet}}=70\text{mm}$

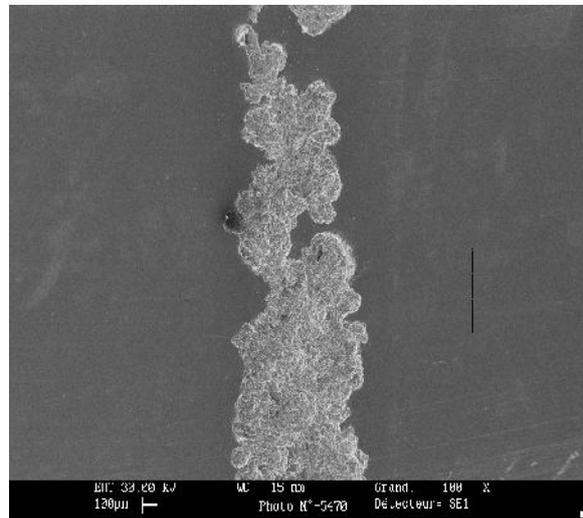


Figure II-37 : Endommagement observé pour une  $d_{\text{jet}}=80\text{mm}$

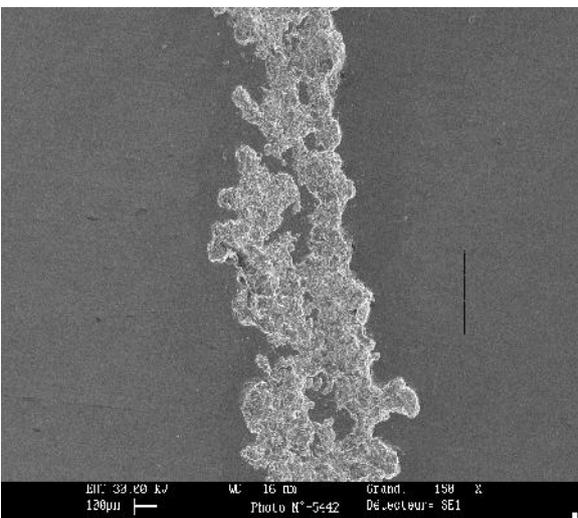


Figure II-38 : Endommagement observé pour une  $d_{\text{jet}}=90\text{mm}$

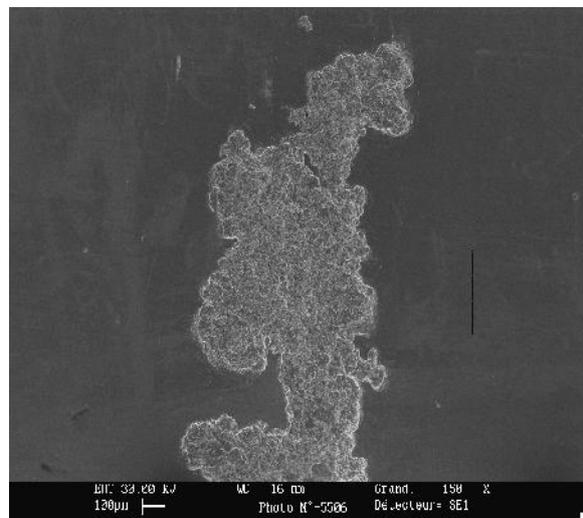


Figure II-39 : Endommagement observé pour une  $d_{\text{jet}}=100\text{mm}$

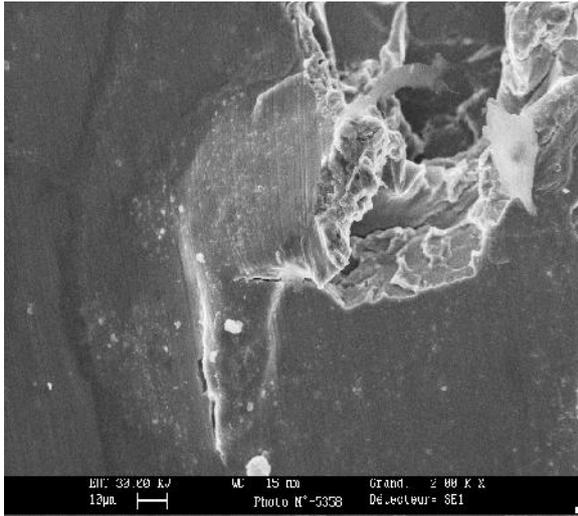


Figure II-40 : Fissures et soulèvement de matière

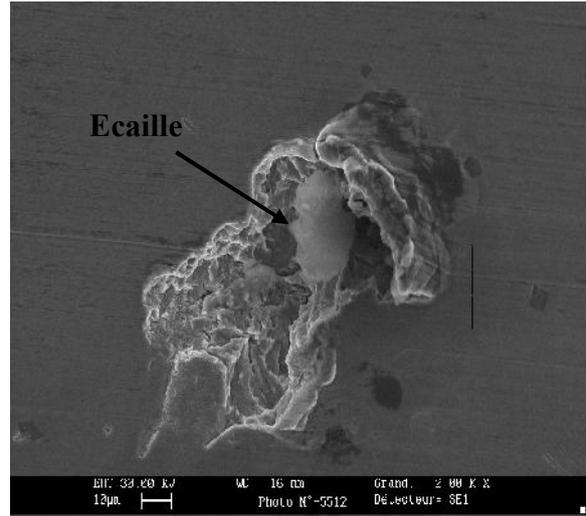


Figure II-41 : Exemple de l'écaillage observé

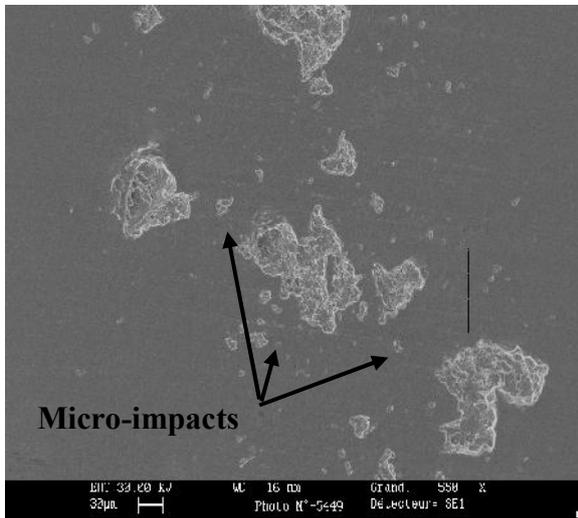


Figure II-42 : Micro impacts observés entre les endommagements  $d_{tir}=70\text{mm}$

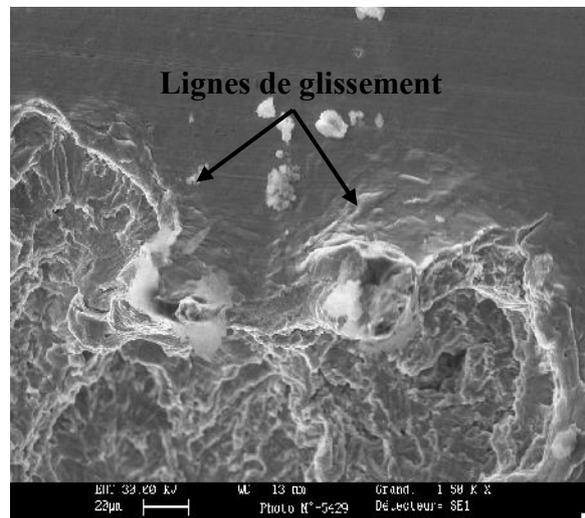


Figure II-43 : Lignes de glissement au bord du cratère  $d_{tir}=80\text{mm}$

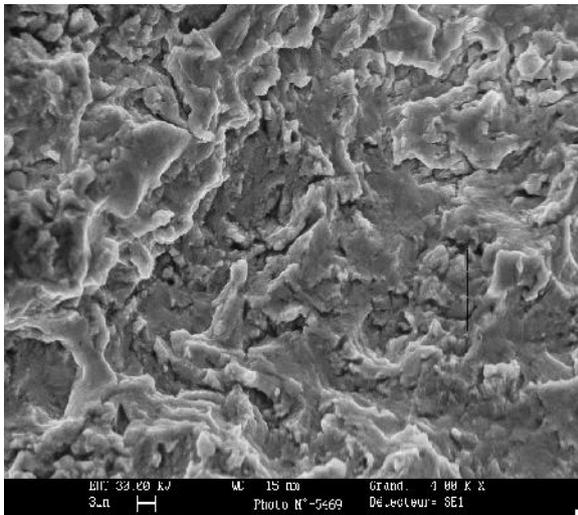


Figure II-44 : Zoom sur l'endommagement principal de l'acier inox 316L ;  $d_{tir}=80\text{mm}$

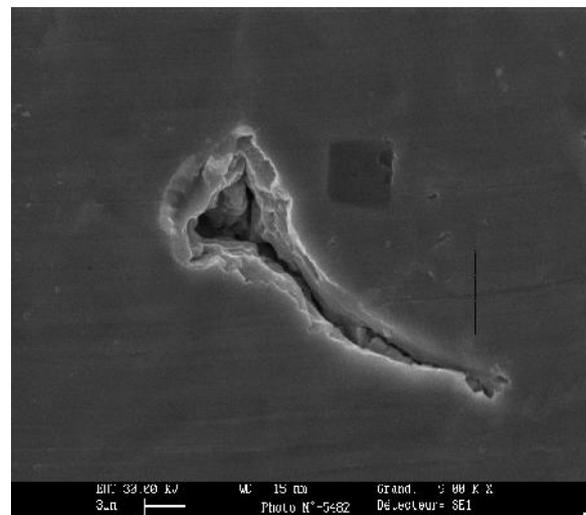


Figure II-45 : Ecaillage amorcé depuis une fissure  $d_{tir}=60\text{mm}$

### a. Caractéristiques géométriques en fonction de la distance de tir

La Figure II-46 montre l'évolution de la largeur moyenne de la saignée dans l'acier 316L en fonction de la distance de tir. L'aspect discontinu des endommagements observés (distants et séparés), nous a amené à adopter une approche qui consistait à mesurer la largeur de la bande qui contient les impacts et de faire une moyenne relative (sur une série de dix mesures), pour chaque distance de tir. Nous remarquons que cette évolution pour l'acier inox 316L, est différente de celle de l'acier E24. En effet, cette évolution révèle la présence d'une distance de tir optimale (80mm) où la largeur des impacts est plus importante. Cette différence d'évolution entre les deux aciers étudiés révèle la présence d'une forte corrélation entre la nature du matériau à traiter, et la facilité du jet d'azote à réagir avec la surface.

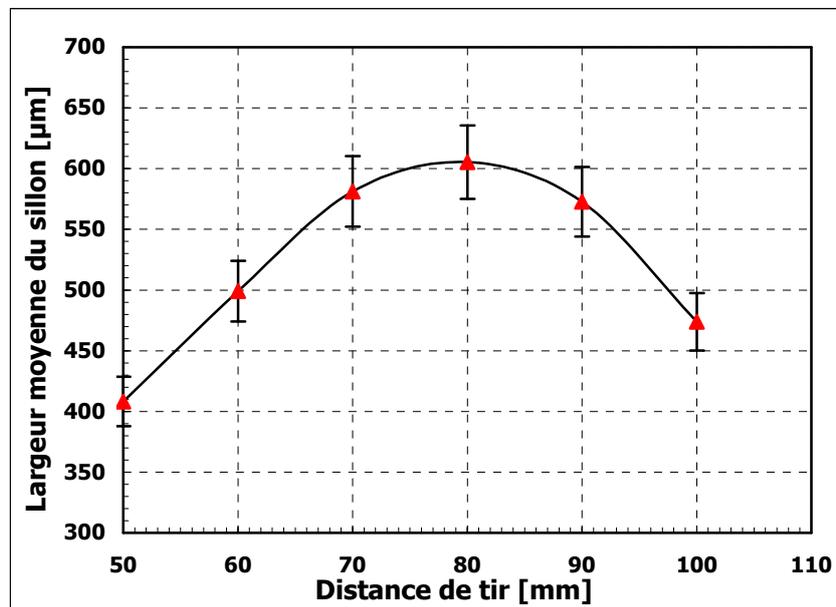


Figure II-46 : Largeur moyenne du sillon

Des mesures de la profondeur moyenne de l'endommagement ont été réalisées également, par le biais d'un microscope optique de mesure de topographie 3D (InfiniteFocus Alicona). Comme mentionné dans le cas de l'acier E24, pour chaque distance de tir la profondeur représentée est la moyenne de dix mesures effectuées.

La Figure II-47 représente le profil de la profondeur moyenne d'attaque pour l'acier inox 316L. Pour la distance de tir de 50mm, la profondeur moyenne atteinte est voisine de 20 $\mu\text{m}$ . Au-delà de cette valeur, il y a une croissance appréciable de la profondeur obtenue, qui atteint finalement la valeur de 90 $\mu\text{m}$  pour une distance de tir de 70mm (distance optimale). A

partir de 70mm, la variation de la profondeur moyenne commence à se réduire. La distance de tir optimale en profondeur est donc peu différente de celle en largeur.

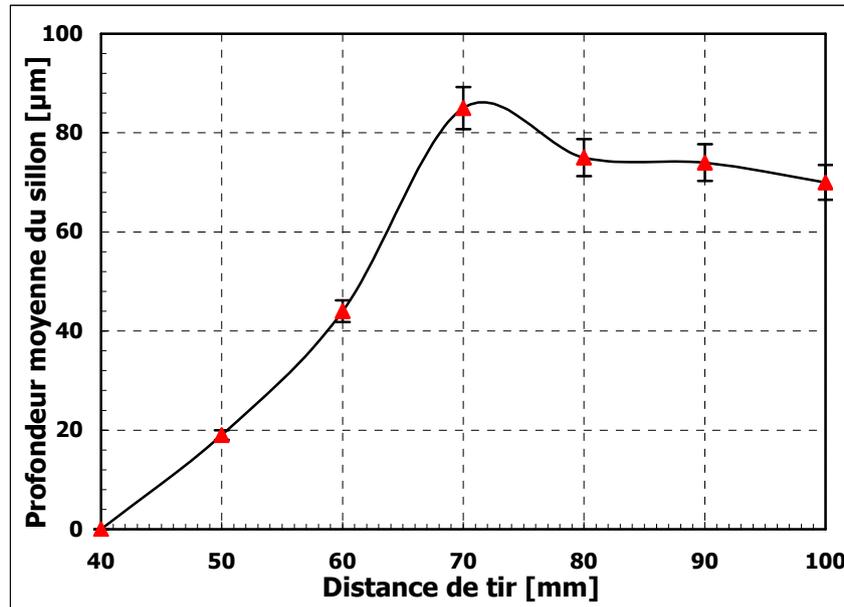


Figure II-47 : Profil de la profondeur moyenne du sillon induite par le passage du jet

#### b. Mesure de dureté

Des mesures de microdureté ont été réalisées sur les éprouvettes d'acier inox 316L impactées par le jet d'azote par le biais d'un indenteur de type ZWICK ZHV1. La Figure II-48 montre l'évolution de la microdureté dans la zone environnante de l'endommagement principal induit par le passage du jet. Pour ce matériau, la forme des endommagements observés (impacts séparés et discontinus), nous a conduits à prendre le centre du passage du jet comme point de départ des prises de mesure. A l'issue des observations MEB des impacts sur ce matériau, nous avons pu constater que l'efficacité du jet dépend de la distance de tir, d'où le choix d'effectuer notre étude de l'évolution de la dureté sur deux distances de tir extrêmes. Nous remarquons donc que l'évolution de la microdureté de ce matériau pour les deux distances de tir est semblable à celle observée dans le cas de l'acier bas carbone E24 (évolution décroissante). De plus, à faible distance de tir (50mm), le matériau présente une dureté maximale de 271Hv bien supérieure à celle obtenue à 100mm (dureté maximale de 268Hv), sachant que la dureté moyenne de ce matériau avant impact est de l'ordre de 250Hv. Ceci peut s'expliquer par l'apport cryogénique plus important du jet à faible distance de tir, une information que nous avons bien vérifiée dans le cadre des mesures de la température du jet à l'impact (voir chapitre I cf. IV.4). Un mécanisme responsable de l'augmentation de la microdureté dans l'acier inox316L, pourrait être une transformation martensitique de l'austénite

résiduelle présente dans le matériau, sous l'effet cryogénique du jet. Ce mécanisme ne peut pas être invoqué dans le cas de l'acier E24, et un autre mécanisme sera discuté plus loin.

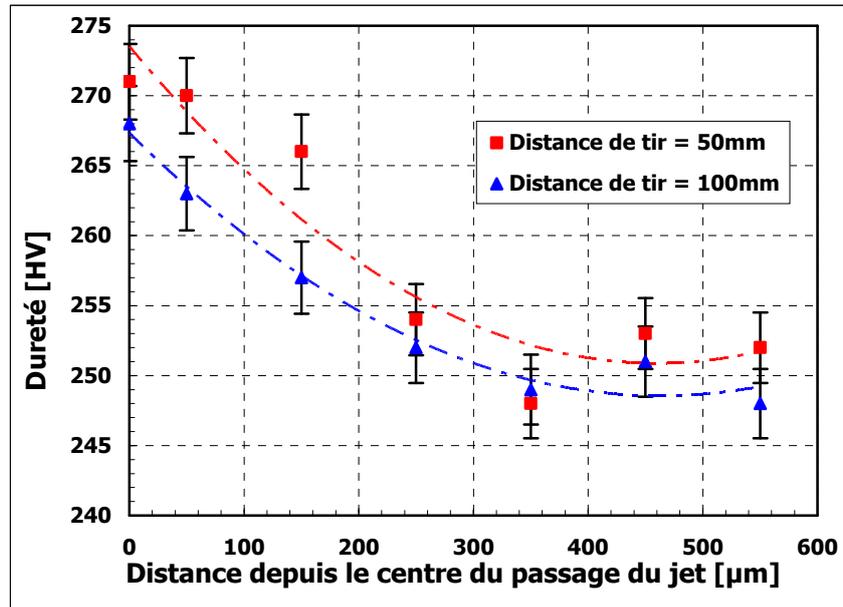


Figure II-48 : Evolution de la microdureté depuis le centre du passage du jet. Charge indenteur=200g, temps de charge automatisé=10 secondes, objectif x 40

### III.2.2 Résultats des essais statiques sur les matériaux à faible contrainte d'écoulement

Les essais statiques d'impact par jet d'azote ont été réalisés sur des éprouvettes de forme cubique ( $35 \times 35 \times 35 \text{mm}^3$ ) polies initialement à la pâte diamantée. Le but de ces essais est d'étudier l'influence de la distance de tir et du temps d'exposition sur l'endommagement. L'ensemble des paramètres de consigne relatifs à ce type d'essais sont répertoriés dans le Tableau II-9 :

$d_{\text{buse}}$ en mm	$P_c$ en MPa	$d_{\text{tir}}$ en mm	Temps d'exposition en seconde
0.2	300	40 et 60	1 ; 4 ; 8 ; 16 ; 30 ; 60

Tableau II-9 : Paramètres d'essais statiques

#### III.2.2.1 Résultats des essais statiques sur l'aluminium EN AW-1050A

La Figure II-49 montre un impact typique de forme elliptique de rayons a et b. Cette forme d'impact est obtenue pour ce matériau dès un temps d'exposition d'une seconde et ceci pour les deux distances de tir (40 et 60mm).

L'observation post mortem de cet impact a révélé la présence d'un faciès de rupture ductile (endommagement principal observé) avec une déformation plastique plus importante au bord du cratère. Cette plasticité se manifeste entre autres par la présence de microcavités dont la croissance est assurée en grande partie par l'augmentation de la pression hydrostatique de l'azote à l'état gazeux. Cette augmentation instantanée est à l'origine d'un échappement du gaz qui se trouve piégé dans le matériau. La Figure II-53 montre un tunnel d'une taille de  $83\mu\text{m}$  formé au bord du cratère pour une distance de tir de 60mm et pendant 60 secondes. La Figure II-54 montre une phase d'amorçage où nous assistons à la formation d'un tunnel, caractérisée par un début de soulèvement de matière manifesté par une bosse à la surface du matériau, et une interconnexion probable entre deux cavités de tailles différentes. Ce mécanisme d'endommagement est identifié ici pour la première fois sur ce type de matériau. De l'écaillage a été également repéré au bord de l'impact, mais d'une manière beaucoup moins prononcée que dans le cas des matériaux précédents (acier E24 et inox 316L). La Figure II-52 illustre la phase d'amorçage de ce mode d'endommagement (écaillage) sur un impact d'une taille inférieure à  $10\mu\text{m}$ .

La Figure II-55 présente l'évolution de la profondeur (mesurée avec un microscope optique de mesure de topographie 3D InfiniteFocus Alicona) du cratère en fonction de deux paramètres, à savoir la distance de tir et le temps d'exposition. Pour les deux distances de tir, nous avons deux courbes ascendantes présentant la même tendance en fonction du temps d'exposition. Néanmoins, pour une distance de tir de 60mm, la profondeur moyenne atteinte est bien supérieure à celle obtenue à 40mm, et ceci pour toutes les valeurs du temps d'exposition testé. Ainsi, pour la distance de tir de 40mm, la profondeur passe d'une valeur de 0.34mm pour un  $t_{\text{expo}}$  d'une seconde à une valeur de 1.04mm pour un  $t_{\text{expo}}$  de 60s, tandis que pour la distance de tir de 60mm, cette profondeur passe d'une valeur de 0.5mm pour un  $t_{\text{expo}}$  d'une seconde à une valeur de 1.4mm pour un  $t_{\text{expo}}$  de 60 secondes.

D'après la Figure II-55, les profondeurs atteintes pour les deux distances de tir (40 et 60mm) évoluent de la même façon en fonction du temps. Cette évolution peut se mettre sous forme d'une loi en puissance comme le suggère l'équation (10) :

$$D = kt_{\text{expo}}^n \quad (10)$$

où D est la profondeur, k est une constante empirique qui dépendrait des caractéristiques du matériau et du jet d'azote, n est un exposant. Pour la distance de tir de 40mm, nous trouvons  $k=0,33$  et  $n=0,28$ , alors que pour la distance de tir de 60mm,  $k=0,51$  et  $n=0,25$ .

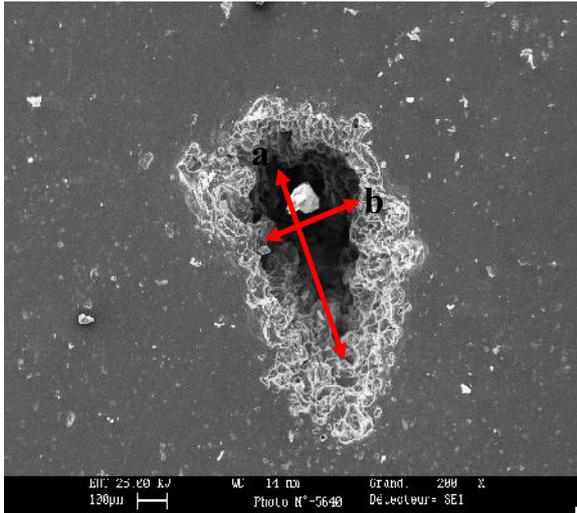


Figure II-49 : Endommagement typique induit par l'impact du jet sur l'alliage d'aluminium pour une  $d_{tir}=40\text{mm}$  et un  $t_{expo}=1\text{s}$

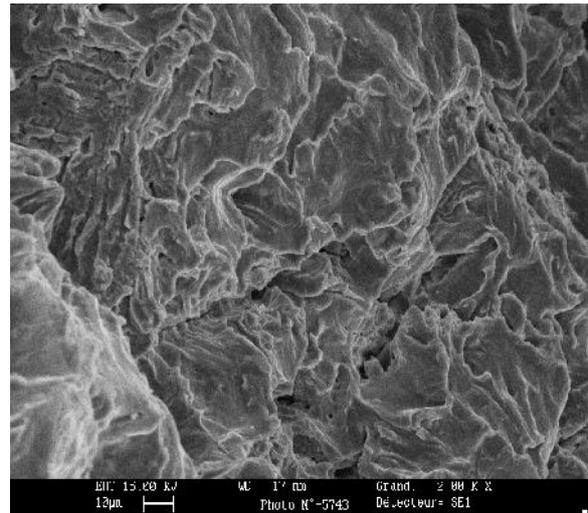


Figure II-50 : Zoom sur le faciès de rupture principal ;  $d_{tir}=40\text{mm}$  et un  $t_{expo}=1\text{s}$

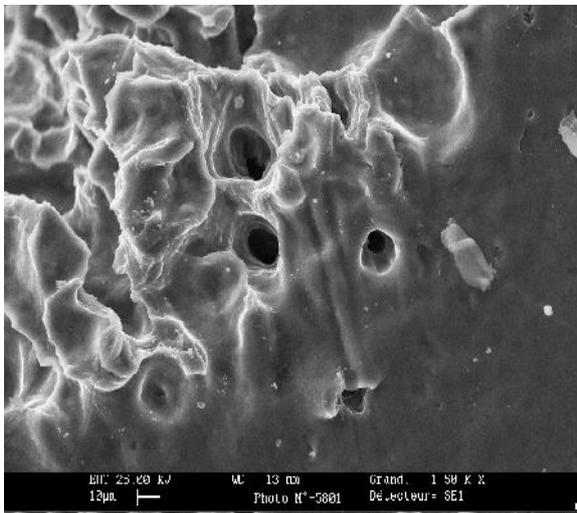


Figure II-51 : Micro-cavités observées ;  $d_{tir}=60\text{mm}$  et un  $t_{expo}=16\text{s}$

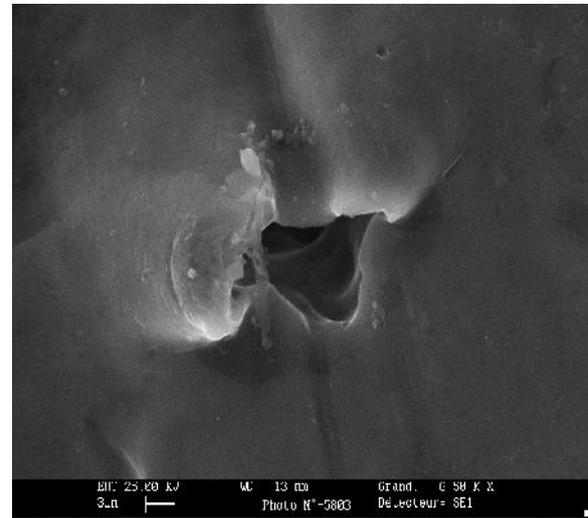


Figure II-52 : Amorçage de l'écaillage au bord de l'impact ;  $d_{tir}=60\text{mm}$  et un  $t_{expo}=32\text{s}$

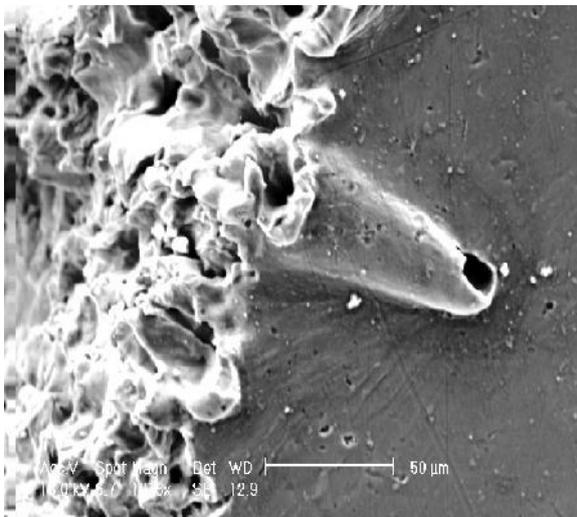


Figure II-53 : Tunnel formé et observé au bord du cratère

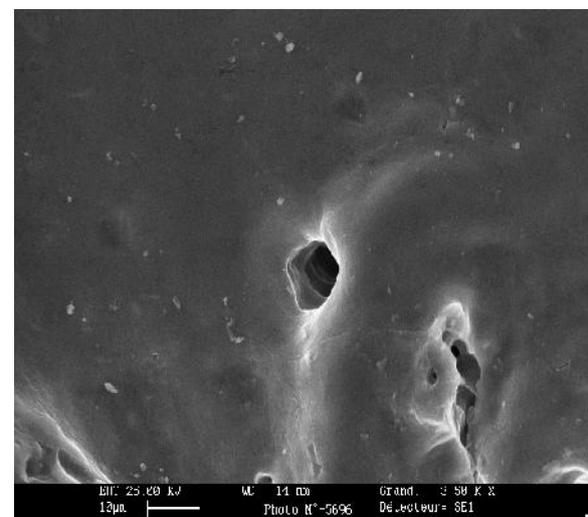


Figure II-54 : Début de formation d'un tunnel  $d_{tir}=40\text{mm}$  et un  $t_{expo}=1\text{s}$

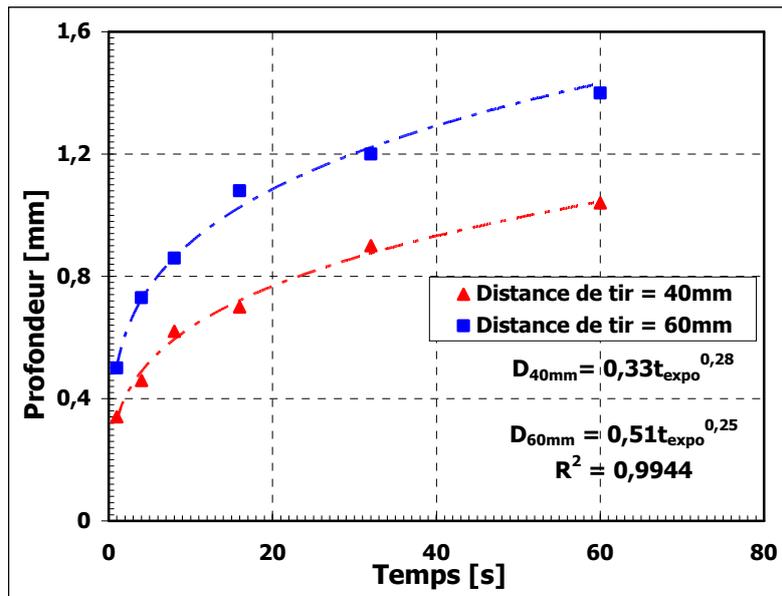


Figure II-55 : Evolution de la profondeur en fonction de la distance de tir et le temps d'exposition pour l'alliage d'aluminium EN AW-1050A

### III.2.2.2 Résultats des essais statiques d'impact sur le cuivre OFHC

Les observations post mortem des éprouvettes impactées nous ont permis d'identifier les endommagements induits par l'action du jet sur ce matériau. A l'opposé de l'alliage d'aluminium EN AW-1050A, nous constatons que pendant la première seconde, l'action du jet sur ce matériau est limitée en surface (Figures II-56 et II-57). La micro-observation de ces endommagements superficiels montre un faciès de rupture ductile avec cupules qui suggère une éventuelle déformation plastique. A partir d'un temps d'exposition de 4 secondes, nous constatons la formation d'un impact elliptique plus profond, et ceci pour les deux distances de tir (Figures II-60 et II-61). De plus, nous avons constaté pour ce matériau (cuivre OFHC) une forte présence de microcavités (d'une taille inférieure à  $1\mu\text{m}$ ) durant les différents impacts réalisés, et nous avons également repéré quelques cavités (3 à  $5\mu\text{m}$ ) en phase de croissance (Figures II-62 et II-63). La croissance de ces microcavités est assurée entre autres par la pression hydrostatique qu'exerce le jet d'azote durant son passage. La coalescence de cavités atteignant une taille importante pourrait probablement participer à la formation du cratère. Des microfissures induites par des impacts individuels ont été également repérées au voisinage du cratère formé (cf. Figure II-64). La présence de ces impacts (microfissures) individuels, suggère la présence de micro-gouttelettes induites par la fragmentation d'une partie de la composante liquide du jet probablement en bordure du jet. La Figure II-65 montre la forme d'une microfissure formée dont la taille n'excède pas  $40\text{-}50\mu\text{m}$ . Nous avons aussi observé de la déformation plastique qui semble être induite par le repoussement de la matière (cf. Figure II-

66). Nous avons également remarqué l'absence des tunnels repérés dans le cas de l'aluminium. Cependant un phénomène similaire a été remarqué, où nous assistons à une sorte de rainure (empreinte) qui suggère le chemin parcouru pendant l'évacuation latérale du jet après avoir impacté la surface (cf. Figure II-67).

La Figure II-68 montre les deux profils obtenus pour l'évolution de la profondeur (mesurée avec un microscope optique de mesure de topographie 3D InfiniteFocus Alicona) en fonction des deux distances de tir (40 et 60mm) et du temps d'exposition. Les deux courbes présentent la même tendance en fonction du temps d'exposition avec une évolution beaucoup plus importante à 60mm qu'à 40mm, et ceci durant toutes les valeurs du temps d'exposition testées. Ainsi, pour la distance de tir de 40mm, la profondeur passe d'une valeur de 0.06mm pour un  $t_{\text{expo}}$  de 1s à une valeur de 0.38mm pour un  $t_{\text{expo}}$  de 60 secondes, tandis que pour la distance de tir de 60mm, cette profondeur passe d'une valeur de 0.12mm pour un  $t_{\text{expo}}$  d'une seconde à une valeur de 0.47mm pour un  $t_{\text{expo}}$  de 60 secondes. Ainsi, l'évolution observée pour les deux distances de tir peut se mettre sous forme d'une loi logarithmique comme suit :

$$D = m.t_{\text{expo}}^d \quad (11)$$

avec D la profondeur, m et d étant des constantes empiriques. Pour la distance de tir de 40mm, nous trouvons  $m=0,0745$  et  $d=0,4351$ , alors que pour la distance de tir de 60mm,  $m=0,1307$  et  $d=0,3315$ .

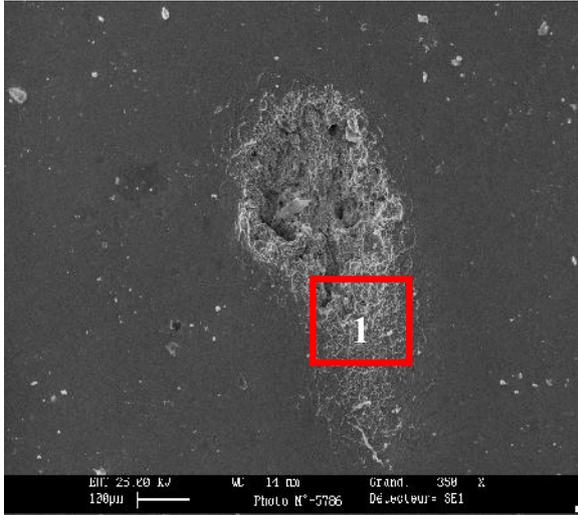


Figure II-56 : Impact surfacique induit par le jet ;  $d_{tir}=40mm$  et  $t_{expo}=1s$

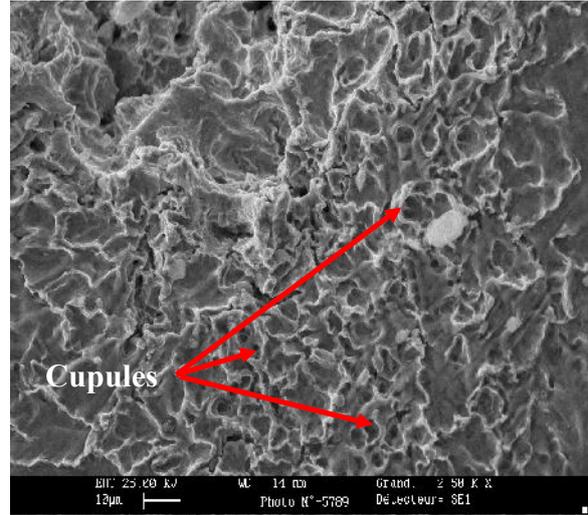


Figure II-57 : Faciès de rupture ductile et attaque en phase d'amorçage. Zoom 1

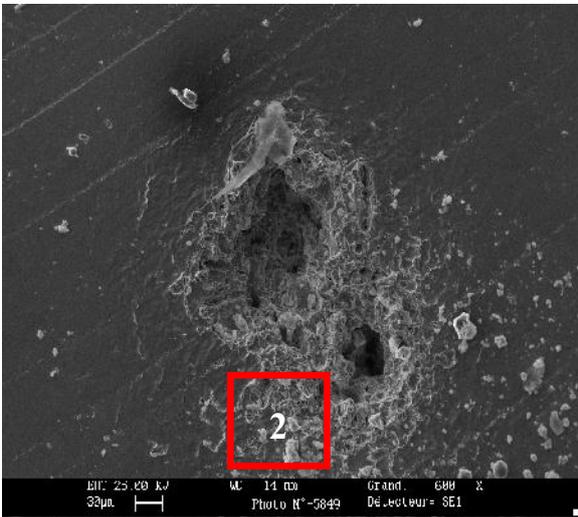


Figure II-58 : Impact surfacique induit par le jet ;  $d_{tir}=60mm$  et  $t_{expo}=1s$

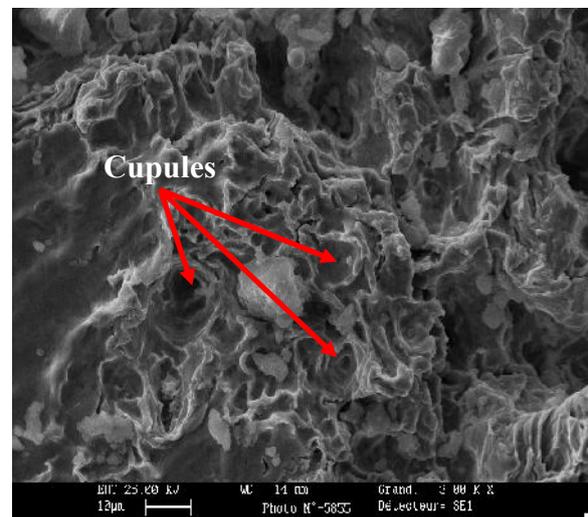


Figure II-59 : Faciès de rupture ductile avec cupules. Zoom 2

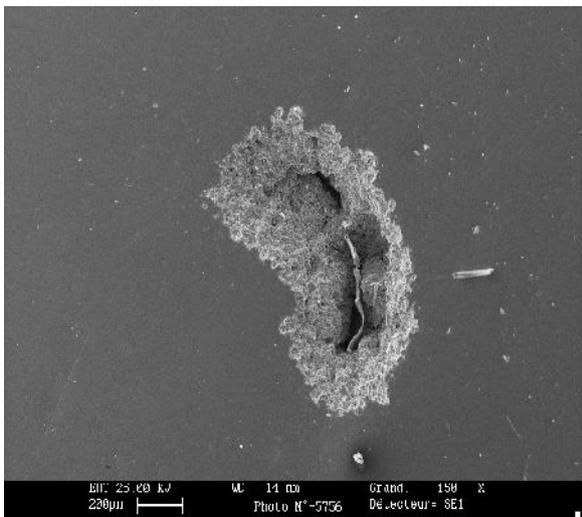


Figure II-60 : Impact plus profond ;  $d_{tir}=40mm$  et  $t_{expo}=60s$

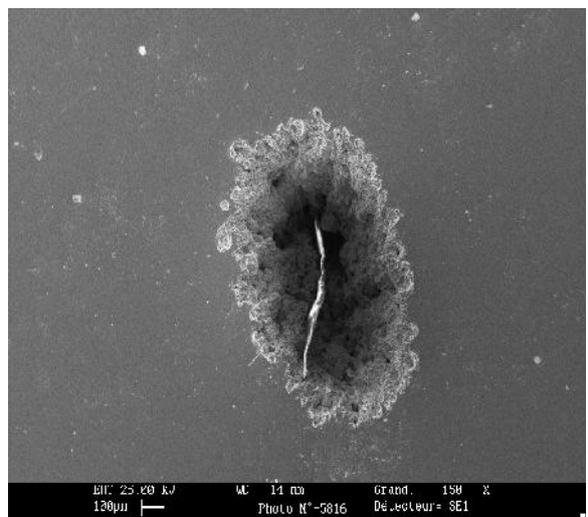


Figure II-61 : Impact plus profond ;  $d_{tir}=60mm$  et  $t_{expo}=60s$

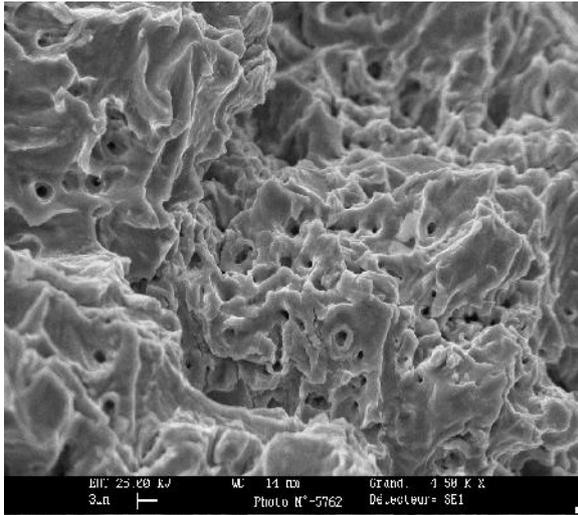


Figure II-62 : Microcavités observés  $d_{tir}=40mm$  et  $t_{expo}=32s$

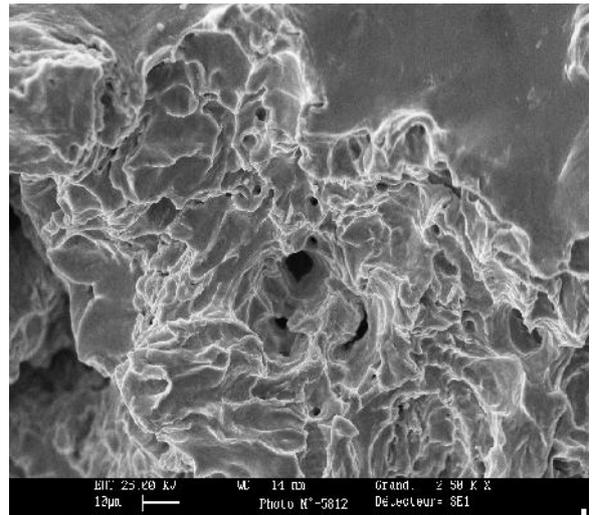


Figure II-63 : Croissance de cavités  $d_{tir}=60mm$  et  $t_{expo}=60s$

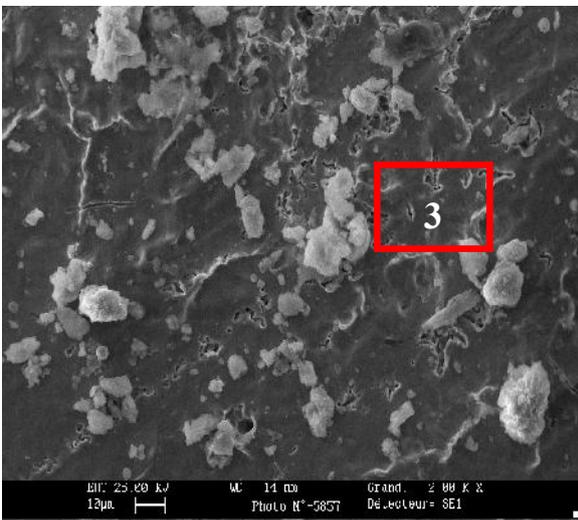


Figure II-64 : Impacts individuels repérés au bord du cratère ;  $d_{tir}=40mm$  et  $t_{expo}=32s$

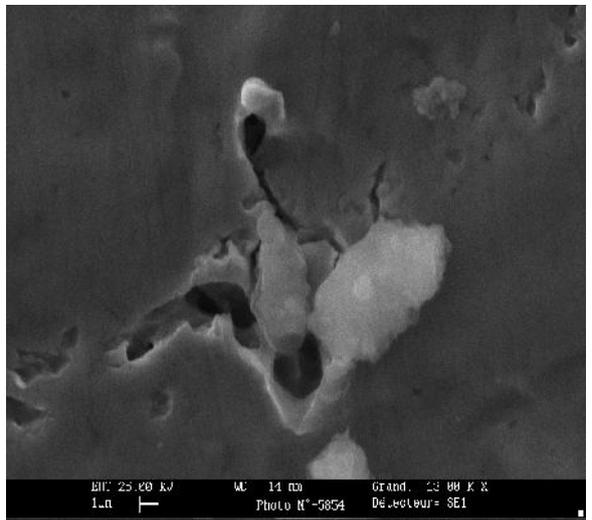


Figure II-65 : Mono - impact observé. Zoom 3

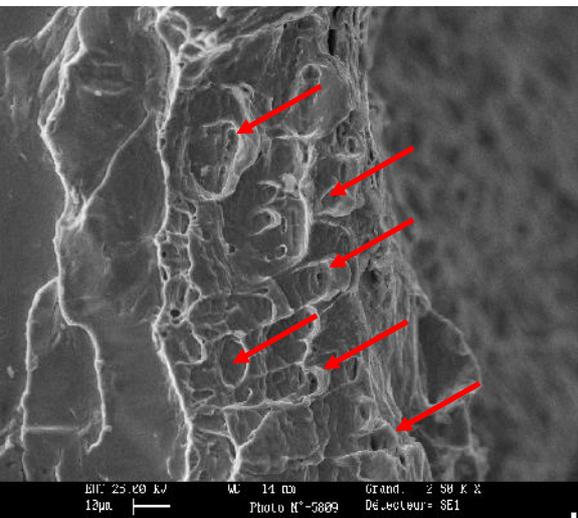


Figure II-66 : Déformation plastique au bord du cratère ;  $d_{tir}=60mm$  et  $t_{expo}=60s$

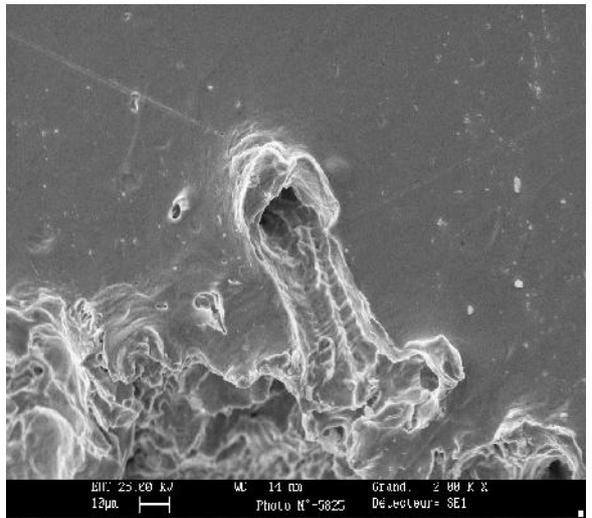


Figure II-67 : Chemin créé par le jet d'azote après impact ;  $d_{tir}=60mm$  et  $t_{expo}=32s$

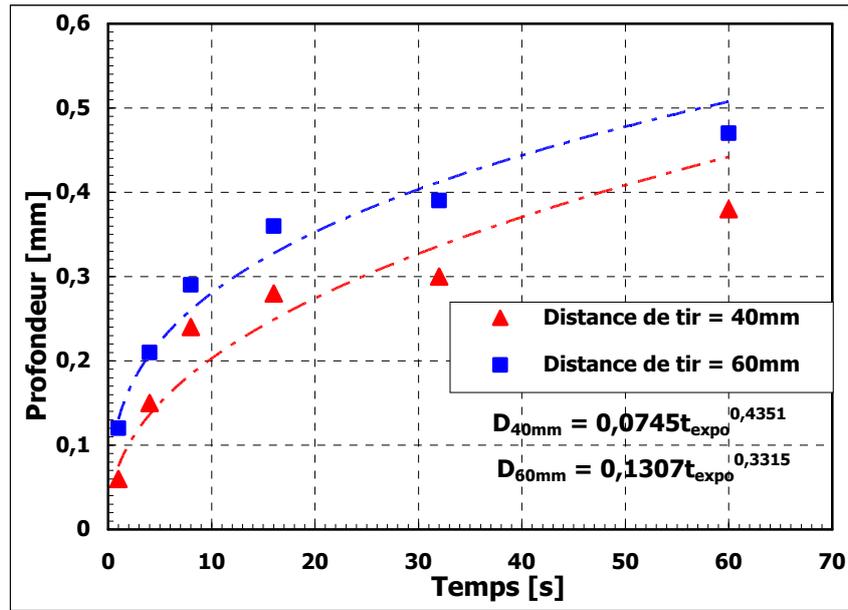


Figure II-68 : Evolution de la profondeur en fonction de la distance de tir et du temps d'exposition pour le cuivre OHFC

## IV. CONCLUSION

L'étude exploratoire entreprise en premier lieu nous a permis d'identifier, d'analyser et de cerner d'une manière simple, le mode d'action du jet sur différents matériaux. Chaque matériau testé durant cette première étude a révélé la présence de plusieurs formes d'endommagement complètement différentes (rupture par cisaillement, traction et érosion).

A l'issue de cette première analyse, nous avons mené une étude plus détaillée sur les surfaces métalliques en fonction de certains paramètres opératoires (distance de tir et temps d'exposition). Le choix a été porté sur deux catégories de matériaux : matériaux à haute et à faible contrainte d'écoulement. L'étude de ces matériaux impactés par le jet d'azote à travers les observations post mortem au microscopique à balayage, a montré la présence d'une multitude de formes d'endommagement. Suivant le matériau testé et le type de l'essai (statique ou dynamique), nous avons identifié des formes d'endommagement liées directement à l'impact par le jet : de la rupture fragile par clivage, de la rupture ductile, de l'écaillage, du faïençage et de la microfissuration (micro-impacts). L'écrasement et le repoussement de la matière, la formation de tunnels, et la croissance des cavités sont définis comme des endommagements secondaires relatifs respectivement à l'effet de souffle lors de l'évacuation latérale du jet, et à l'augmentation de la pression hydrostatique du jet au contact du matériau. La variété de ces modes de rupture doit être comparée à l'uniformité des modes de rupture obtenus pour ces mêmes matériaux lors des essais de référence à basse température (cf. III.1). En effet, une rupture ductile avait été observée dans tous les cas, alors que l'endommagement principal dû à l'impact du jet semble bien être dû à des mécanismes de rupture fragile. Il semble donc que les conditions thermomécaniques à l'impact du jet inhibent d'avantage la déformation plastique du matériau, même si la température n'est pas plus basse que dans les essais de référence.

Par ailleurs, des mesures de microdureté réalisées sur les aciers bas carbone E24 et inox 316L au voisinage de l'endommagement principal induit par le passage du jet, ont montré l'augmentation de la dureté de ces matériaux sur une zone moyenne de 200 $\mu$ m. Ceci représente un potentiel supplémentaire d'utilisation de cette technologie et ouvre une nouvelle voie d'exploitation au niveau des traitements de surface en terme de propriétés mécaniques (durcissement).

Cette étude expérimentale était un support et un outil efficace qui nous a permis d'une part, de déceler les mécanismes probables mis en jeu lors de l'interaction jet / matière, et

d'autre part, d'obtenir des informations cruciales quant à la nature et aux phases en présence dans le jet d'azote.

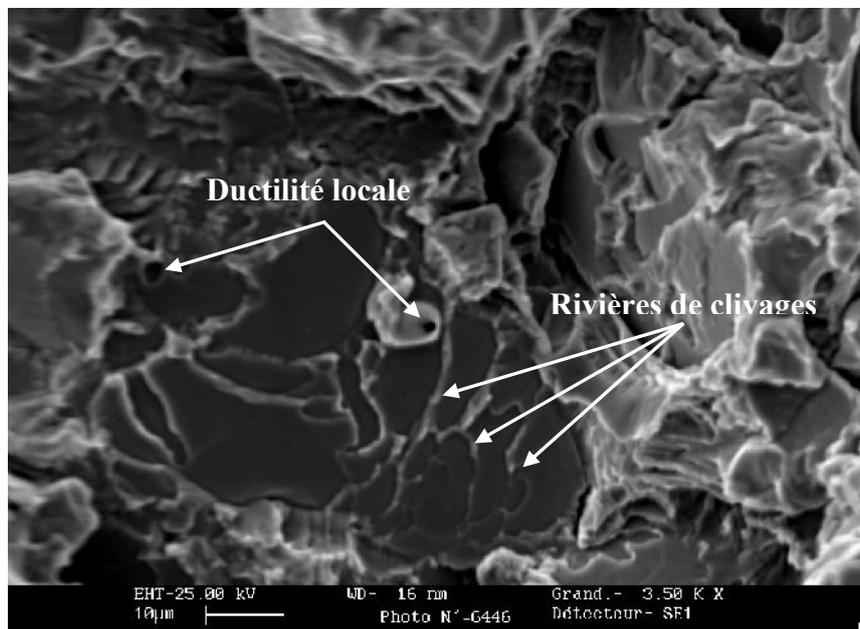
Dans le chapitre suivant, nous présentons et explorons les mécanismes d'interaction jet / matière identifiés et repérés durant cette étude expérimentale.

## CHAPITRE III

# **MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT DES SURFACES MÉTALLIQUES PAR IMPACT D'UN JET D'AZOTE**

## I. INTRODUCTION

L'étude entreprise dans le chapitre précédent, sur l'interaction entre un jet d'azote et les surfaces métalliques, a mis en évidence divers modes d'endommagement. Comme cela a été suggéré par nos micro-observations, plusieurs mécanismes peuvent se combiner et se chevaucher pour créer des formes d'endommagement variées et complexes. Cette interaction entre différents mécanismes d'endommagement constitue un obstacle majeur quant à la compréhension du mode d'action du jet d'azote sur une surface métallique. La Figure III-1 en est un exemple où peut être observé un endommagement spectaculaire et complexe, caractérisé par la manifestation d'une ductilité locale au sein d'un faciès de rupture par clivage.



**Figure III-1 : Mode de rupture combiné : faciès de rupture fragile avec rupture ductile locale (cavités)**

La complexité et le nombre important des modes d'endommagement recensés dans le chapitre précédent nous ont amenés à classifier ces endommagements selon leur fréquence d'apparition. Ainsi, nous suggérons que la surface impactée par le jet d'azote présente systématiquement un endommagement principal (rupture par clivage, rupture ductile), entouré (ou accompagné) dans sa périphérie par d'autres formes d'endommagement qualifiés de secondaires (microfissuration, écaillage, «effet tunnel», lignes de glissement, repoussement et écrasement de la matière). Cette classification des endommagements observés est relativement arbitraire et n'est pas systématiquement respectée selon le matériau impacté. Cependant, elle permettra d'une part de désenchevêtrer l'interaction des différents mécanismes à l'origine de

ces endommagements, et d'autre part de mieux cerner chaque mécanisme, afin d'apporter une meilleure compréhension quant à sa contribution à l'interaction jet / matière. Le présent chapitre expose les différents mécanismes à l'origine de l'ensemble des endommagements (principaux et secondaires).

## **II. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENTS SECONDAIRES**

### **II.1 Introduction**

Les différentes investigations microscopiques réalisées dans l'étude précédente ont suggéré que les endommagements secondaires sont induits par l'effet de souffle, l'évacuation latérale de l'azote, la chute locale de la température ainsi que l'augmentation de la pression hydrostatique de l'azote. Ces endommagements secondaires, dont la fréquence d'apparition est contrôlée par plusieurs facteurs (nature du matériau, type de l'essai, nature des phases en présence dans le jet d'azote), sont à l'origine de la dégradation de la surface en périphérie de l'endommagement principal. Ils présentent diverses formes telles que : la croissance de microcavités et la formation dans certains cas de tunnels, la fissuration (dans certains cas sous forme de faïençage) et l'écaillage.

### **II.2 Augmentation de la pression hydrostatique de l'azote**

Lors de l'impact entre le jet d'azote et la surface, l'azote libéré (encore dense) pénètre dans le matériau suite à la fissuration et à la décohésion du matériau, sous l'effet de la pression d'écoulement du jet. Cette infiltration de l'azote se fait grâce à la présence sur la surface impactée de cavités (dues à la ductilité du matériau ou d'anciens sites d'inclusions) et d'un réseau de fissures déjà présentes ou induites par le refroidissement. Elle s'achève par son confinement dans le matériau. Ce confinement de l'azote conduit à l'élévation de sa température pour atteindre celle du matériau. Comme sa température augmente, l'azote subit alors une transformation thermodynamique conduisant à un état gazeux, et induisant une augmentation de sa pression hydrostatique. Ce mécanisme est responsable en grande partie de la plasticité observée dans le matériau impacté. Il se manifeste sous deux formes principales d'endommagement : la première forme est l'expansion et la croissance de microcavités présentes initialement dans le matériau, et conduisant dans certains cas (suivant le matériau) à la formation de tunnels de passage de l'azote gazeux ; la deuxième forme est la propagation de fissures déjà amorcées.

Pour nous assurer de la viabilité de ce mécanisme, nous supposons qu'après impact par le jet d'azote, une masse  $m$  d'azote dense pénètre dans le matériau à travers des fissures et se trouve confinée dans une cavité de volume  $V$ , où elle se réchauffe rapidement au contact du matériau pour atteindre la température ambiante  $T$ . Ceci conduit, comme indiqué ci-dessus, à l'augmentation de la pression hydrostatique de confinement de l'azote. L'estimation de la valeur de cette pression peut être directement obtenue si nous considérons que l'azote gazeux suit la loi des gaz parfaits en première approximation :

$$P.V = m.R.T \quad (12)$$

où  $m$  est la quantité d'azote dense confinée dans le volume  $V$ . La densité moyenne ( $m/V$ ) de l'azote sous sa forme dense est de  $460\text{kg/m}^3$  estimée dans la partie IV.5 du premier chapitre.  $R$  est la constante de l'azote gazeux ( $296,8 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ), et  $T$  est la température ambiante ( $20^\circ\text{C}$ ). Nous constatons donc que la pression hydrostatique est de l'ordre de  $40\text{MPa}$ , et pourrait atteindre une valeur de  $78\text{MPa}$  dans le cas où l'azote est préalablement sous une forme liquide (pour une masse volumique de  $900\text{kg/m}^3$ ). Ces valeurs de la pression sont suffisantes pour induire la croissance de microcavités et assurer la propagation de fissures initialement présentes dans le matériau. Nous notons également que ce mécanisme est amplifié si l'on procède à un préchauffage de la surface avant son impact par le jet d'azote.

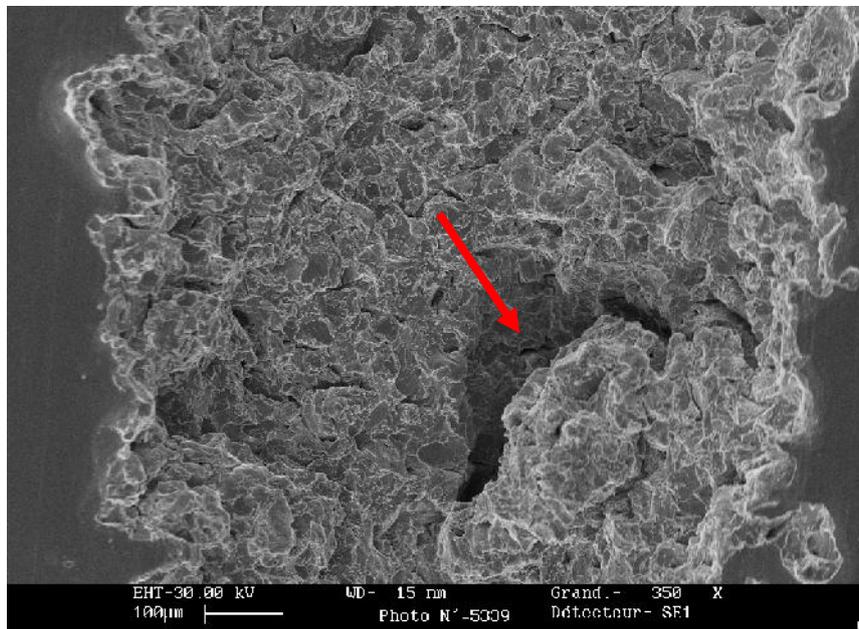


Figure III-2 : Creux créé par l'augmentation de la pression de l'azote gazeux

L'afflux d'une masse constante (de l'ordre de  $90\text{g/s}$ ) d'azote dense dans un cratère durant les différents tests réalisés induit un mouvement volumétrique important de l'azote ga-

zeux (environ 75l/s) en raison de l'échauffement quasi-instantané de l'azote lors de son contact avec le matériau à température ambiante. Une pression de l'ordre de 100MPa est également prévisible, suffisante pour repousser la matière au bord du cratère par une déformation plastique locale. Nous notons toutefois que la déformation plastique ne semble pas être un phénomène courant lors de l'interaction jet/matière. Elle ne se produit que faiblement, lorsque la contrainte critique du mouvement des dislocations est atteinte localement.

### **II.3 La surpression induite par coup de bélier**

Les différentes observations microscopiques menées dans le chapitre précédent ont montré la présence de micro-impacts individuels au voisinage des endommagements principaux. L'apparition de ces derniers est reliée directement aux impacts de gouttelettes d'azote (liquide ou hypercritique). Ces gouttelettes se forment à partir d'une certaine distance de tir par un phénomène de recondensation de l'azote et de dispersion de la phase dense du jet (liquide ou hypercritique qui se trouve dans l'axe du jet). La Figure III-3 présente deux exemples de micro-impacts parmi plusieurs observés lors des tests réalisés sur les différents matériaux. En général, la collision entre un liquide et une surface solide engendre une onde de choc qui se propage le long du fluide. Ce phénomène est connu sous le nom de choc acoustique guidé. Ce dernier apparaît lorsqu'un liquide dont la vitesse est inférieure à celle du son dans ce même fluide entre en collision avec un matériau (où le nombre de mach  $M$  est inférieur à 1).

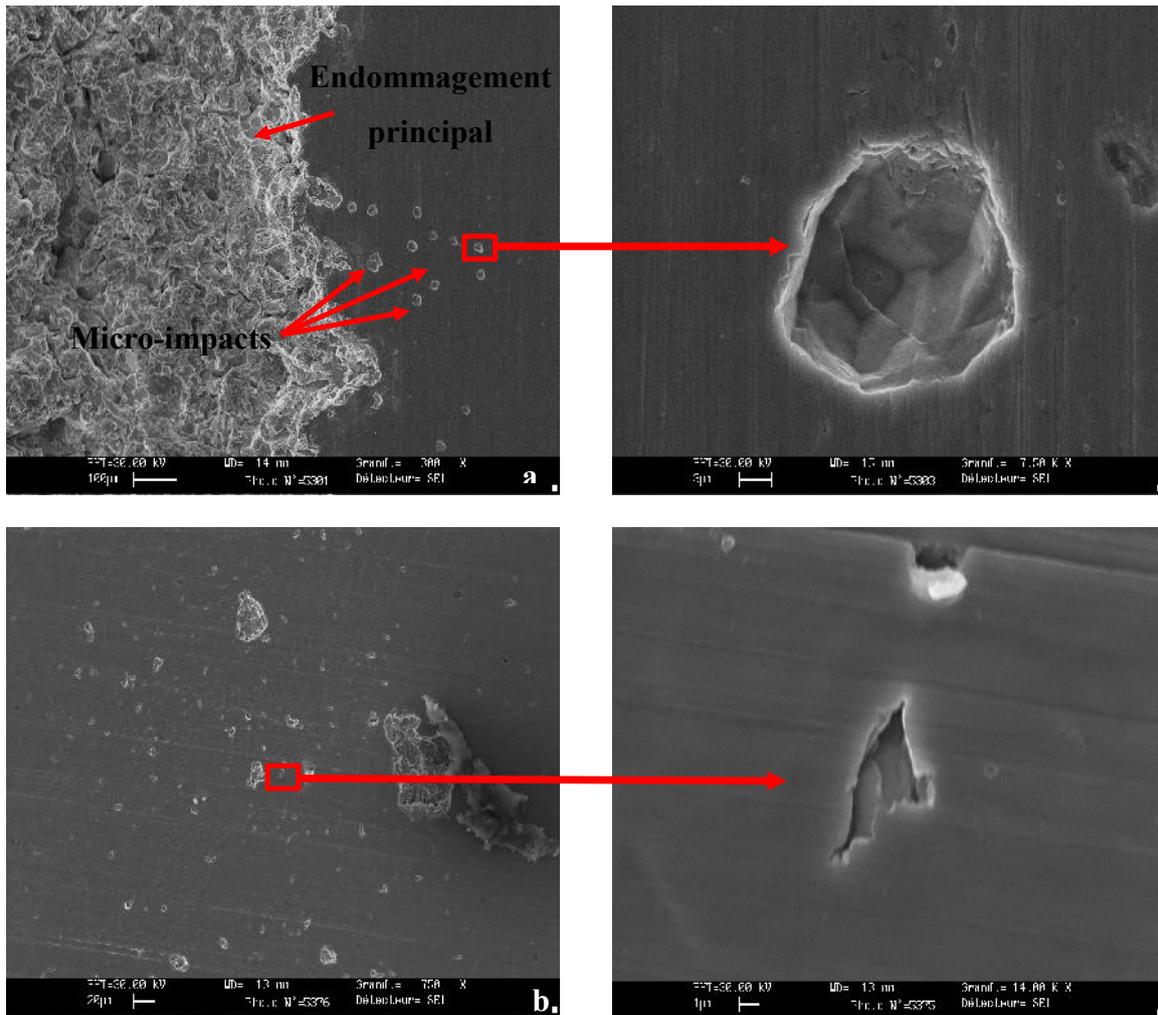


Figure III-3 : Exemples de micro-impacts repérés lors de l'étude précédente : a) dans l'acier E24 pour une  $d_{tir}=70\text{mm}$  ; b) dans l'acier inox 316L pour une  $d_{tir}=60\text{mm}$

Les phénomènes mis en jeu lors de l'interaction gouttelette / matériau ont été étudiés dans le cas du jet d'eau [11]. La transposition de ces travaux dans le cas des impacts induits par le jet d'azote est intéressante. Ces travaux ont montré que l'impact d'une gouttelette se déroule généralement en trois étapes. La Figure III-4 présente une vue schématique de l'ensemble de ces étapes. Au cours de la première étape, on assiste à un comportement compressible caractérisé par la génération d'une onde de choc. Le liquide de la périphérie de la gouttelette est piégé derrière l'onde de choc qui se propage dans le fluide. L'onde de choc générée produit une surpression importante connue sous le nom de « coup de bélier » et dont la valeur est donnée par l'expression suivante :

$$P = \rho.C.U \quad (13)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du fluide,  $C$  est la vitesse du son dans le fluide, et  $U$  est la vitesse du jet.

Durant la deuxième étape caractérisée par un écoulement latéral de la gouttelette, une onde de détente se libère de son interface périphérique et se dirige vers le centre de l'impact. La propagation de cette onde fait chuter la pression derrière son front, de la valeur de la surpression due au « coup de bélier » jusqu'à une pression de stagnation. La dernière étape de l'interaction gouttelette / matériau est le phénomène de cavitation à l'intérieur de la gouttelette [3].

En général, l'impact induit par une gouttelette sur une surface solide, génère trois types d'ondes [3] :

- une onde surfacique de Rayleigh qui présente un effet destructeur important. Elle prend naissance à la périphérie de l'aire de contact avec le liquide et se propage à la surface du matériau ;
- une onde longitudinale (de compression) qui prend naissance à l'interface liquide / solide et se propage dans le matériau. Elle est rapide avec un effet peu destructeur ;
- une onde transversale de cisaillement.

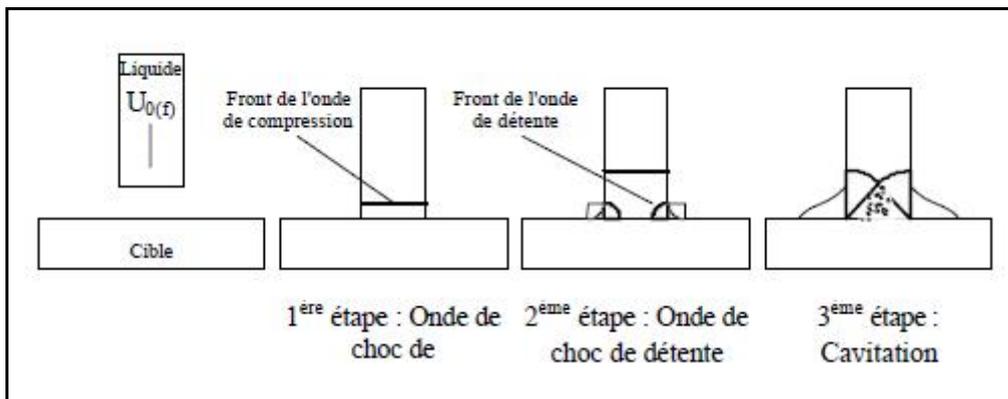


Figure III-4 : Etapes de l'impact fluide [11]

Dans le cas du jet d'azote où la présence de gouttelettes d'azote s'avère très probable, le mécanisme décrit ci-dessus pourrait expliquer l'apparition des micro-impacts observés sur la Figure III-3.

Pour bien apprécier ce mécanisme, nous allons admettre l'équation 6 pour donner une estimation de la surpression « coup de bélier » induite par l'impact d'une gouttelette. Si l'azote présente une phase dense, la surpression engendrée par l'impact est de 17MPa avec une densité moyenne de l'azote de  $460\text{Kg/m}^3$ , une vitesse du jet de 150m/s et une vitesse du son dans l'azote de 250m/s [4] (pour une température d'azote comprise entre -100 et -130°C). Cette valeur de la surpression peut atteindre la valeur de 35MPa dans le cas où l'azote est

sous forme liquide. Ces ordres de grandeur montrent la crédibilité de ce mécanisme, qui s'avère capable d'altérer les matériaux fragilisés par la chute de température.

## II.4 La fissuration

La fissuration est un mode d'endommagement caractéristique de l'action du jet sur les surfaces fragiles. Parmi tous les matériaux métalliques testés, seul l'acier E24 présente cette forme d'endommagement. Ceci est dû en grande partie au caractère fragile de ce matériau à très basse température. Lors de son passage, le jet d'azote fait chuter brusquement la température autour (de -100 à -130°C) de la zone en contact direct avec le jet. Suite à cette baisse de température, cette zone affectée thermiquement subit une contraction, qui sera bloquée par les zones plus éloignées, où la température est restée pratiquement inchangée, ce qui peut être considéré comme un essai de traction localisé, provoquant la création et l'apparition de ces fissures. Ce gradient thermique bidimensionnel (à la surface et en profondeur) génère des contraintes mécaniques, qui peuvent conduire à la fissuration brutale suite au dépassement de la valeur de la ténacité du matériau, définie dans ces conditions comme le facteur d'intensité de contraintes ( $K_{IC}$ ).

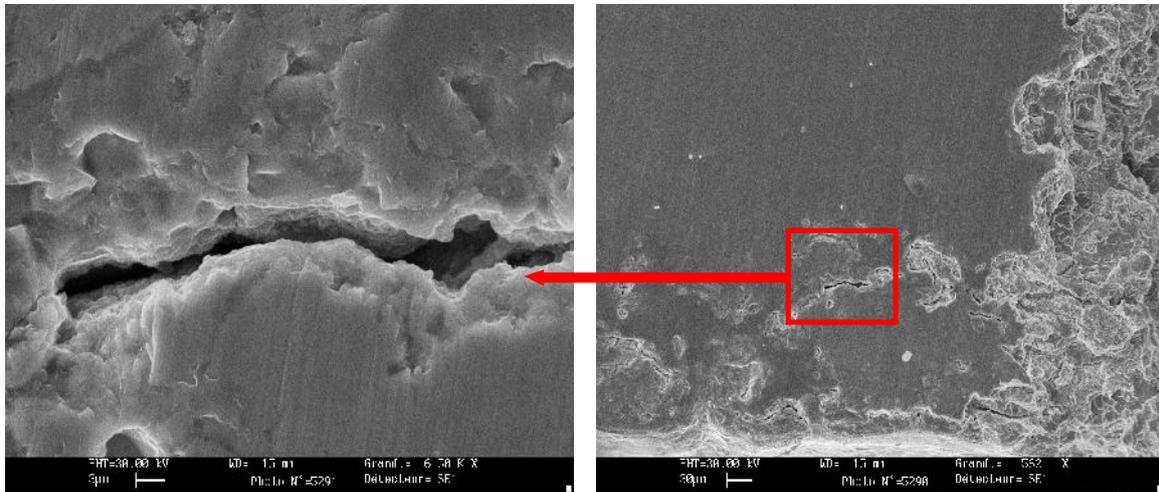


Figure III-5 : Apparition de fissures au voisinage de l'endommagement principal (acier E24)

L'expression des contraintes engendrées par le gradient thermique  $\Delta T$ , subi par le matériau durant le choc thermique induit par le jet est donné par l'équation (14) ;

$$\sigma = -\frac{E \cdot \alpha}{1 - 2\nu} \Delta T \quad (14)$$

où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation linéaire,  $\nu$  est le coefficient de poisson,  $\Delta T$  est la différence de température de la surface du matériau et la température acquise après contact avec le jet d'azote.

Lors de son contact avec le jet d'azote, la température de la surface du matériau évolue suivant la loi de diffusion de Fourier, pour atteindre la température de  $-110^{\circ}\text{C}$  au bout de 40 secondes (cf. Figure I-13). La cinétique de l'évolution de la température de la surface du matériau permet d'estimer que l'écart de température induit par le choc thermique au moment de l'impact du jet varie entre  $10$  et  $15^{\circ}\text{C}$ .

La Figure III-6 montre l'évolution de la contrainte thermique en fonction du gradient thermique en surface du matériau, et fournit un ordre de grandeur de ces contraintes. Pour l'acier E24, pour un gradient de  $10^{\circ}\text{C}$ , la valeur de la contrainte thermique est de  $60\text{MPa}$ , ( $90\text{MPa}$  pour un écart de température de  $15^{\circ}\text{C}$ ). Ce niveau de contraintes est susceptible d'activer la fissuration du matériau.

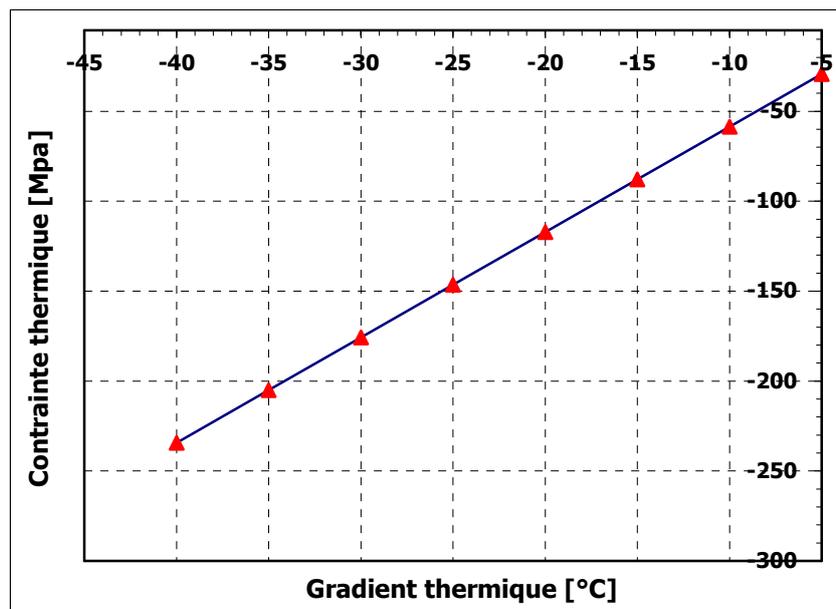
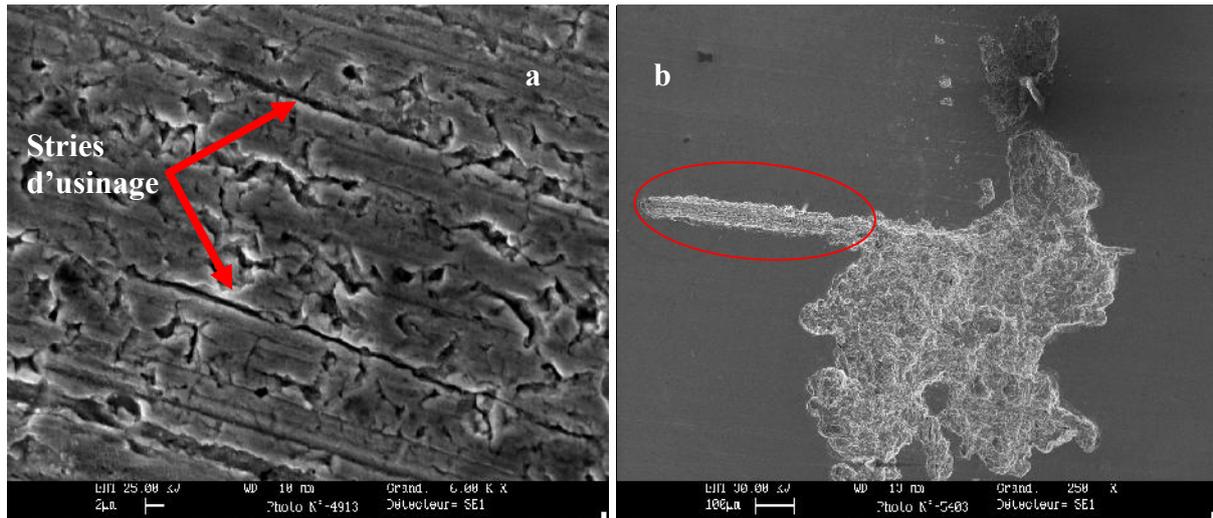


Figure III-6 : Evolution de la contrainte thermique en fonction du gradient thermique pour l'acier E24

L'amorçage des fissures peut dans certain cas être favorisé par la présence de défauts de surface ou d'inclusions dans le matériau.



**Figure III-7 : a) Fissures alignées sur des stries d'usinage dans une éprouvette en acier E24 oxydée et non polie ; b) Propagation d'une fissure le long d'un défaut préexistant**

Comme le suggère la Figure III-7, l'apparition d'un réseau de fissures à la surface du matériau (au voisinage de l'endommagement principal) est amorcée auprès de défauts de surface, en l'occurrence les stries d'usinage. De plus, les inclusions (carbures ou sulfures de manganèse MnS) présentes dans le matériau constituent des sites potentiels d'amorçage des fissures (voir la Figure III-8, Figure III-9 et la Figure III-10) en raison de la différence de module d'Young entre ces inclusions quasi-élastiques et la matrice (incompatibilité des déformations). Pesci [12] a étudié l'effet des inclusions MnS sur l'évolution de l'endommagement d'un matériau bainitique à très basses températures. L'étude de la distribution des contraintes internes autour de ces inclusions a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches tels que [13] et [14]. Néanmoins, une estimation de la valeur de ces contraintes demeure un problème ouvert à la recherche (Taupin et al [15], Berbenni et al [16]). Elle permettrait de fournir des critères de fissuration fondés sur l'état de contraintes d'incompatibilité local.

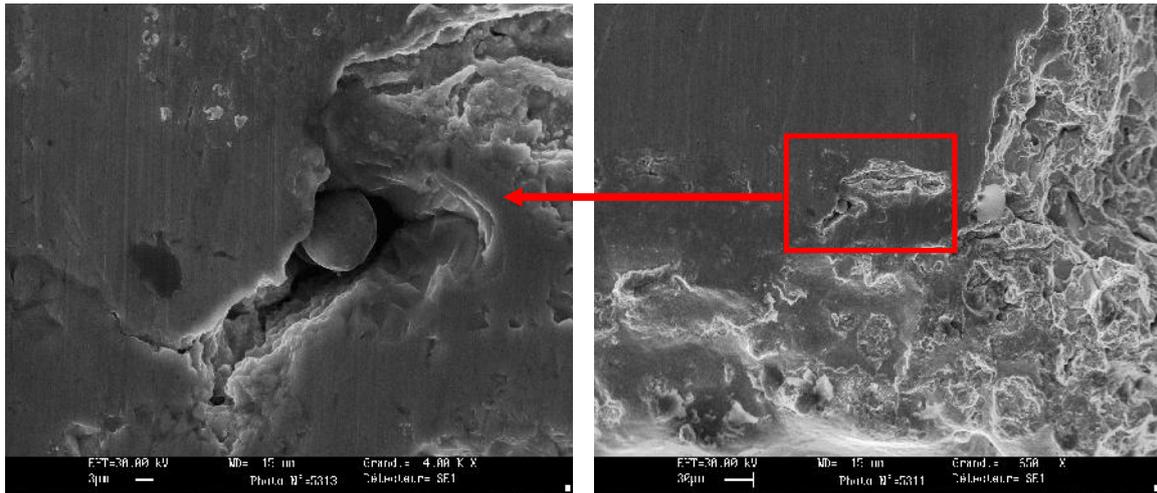


Figure III-8 : Décohésion du matériau du fait d'une inclusion MnS sphérique (acier E24)

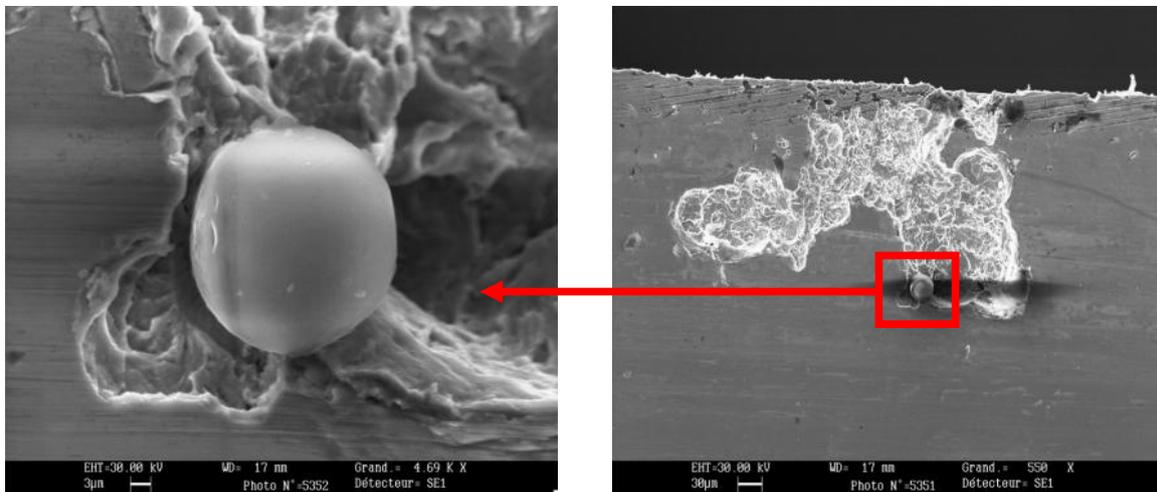


Figure III-9 : Une inclusion de MnS sphérique identifiée dans l'acier inox

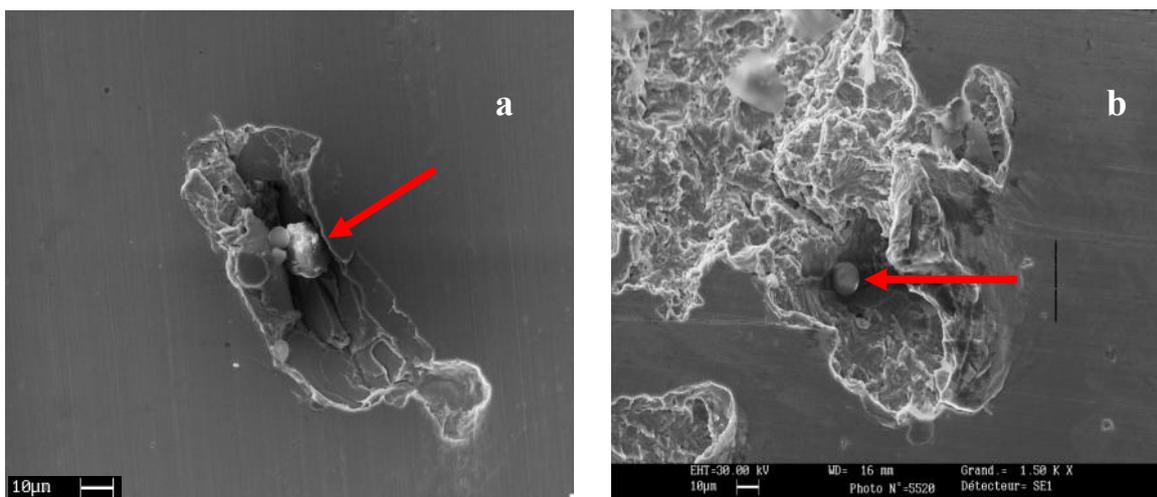


Figure III-10 : a) amorçage d'une fissure autour d'une inclusion de carbure (inox 316L) ; b) inclusion de MnS dans l'acier E24

Dans certaines zones, la présence d'un réseau de fissures interconnectées (sous forme de pièces de puzzle) a été observée. Ce phénomène est connu sous le nom de faïençage dans le cas des pièces métalliques sollicitées en fatigue thermique.

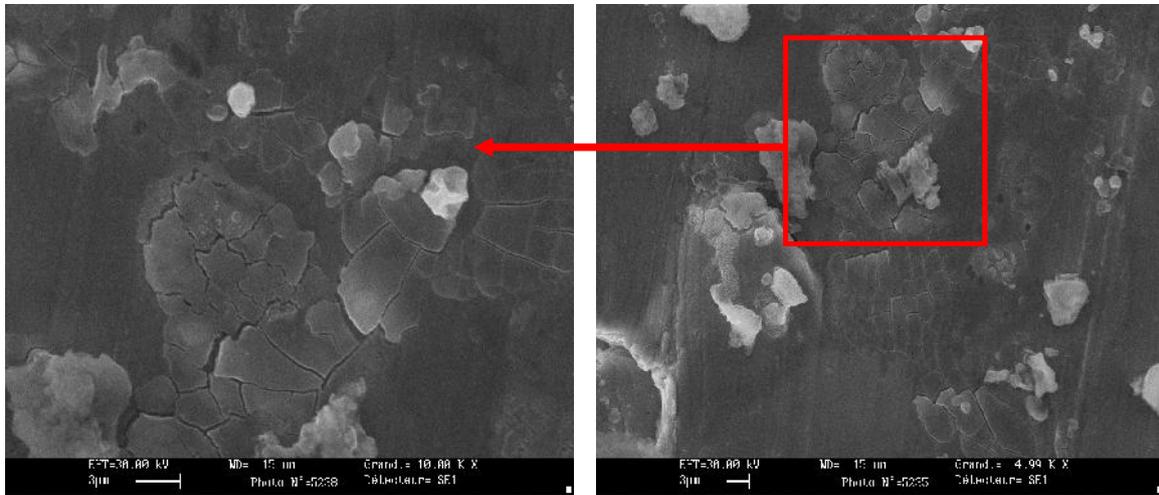


Figure III-11 : Faïençage repéré dans l'acier E24

Le procédé de fonderie sous pression est un exemple où le faïençage est la cause la plus fréquente de la fin de vie de l'outil. En pratique, les outillages de Fonderie Sous Pression d'Aluminium sont soumis à des cycles alternés de chauffage (contact avec l'aluminium liquide) et de refroidissement (éjection, poteyage<sup>6</sup>). A chaque instant du cycle, la dilatation (ou la contraction) de la surface, est contrariée par le cœur de l'outil, ce qui génère en surface des déformations et des contraintes mécaniques d'origine thermique pouvant dépasser la limite élastique du matériau. Les contraintes mécaniques et les déformations plastiques sont d'autant plus élevées que la différence de température entre la surface et le cœur du moule est importante. La répétition des cycles de production implique la répétition de ces sollicitations mécaniques d'origine thermique (appelées sollicitations thermomécaniques). Ainsi, à terme, la fissuration de la surface du moule se produit. Cette fissuration démarre après un grand nombre de cycles de

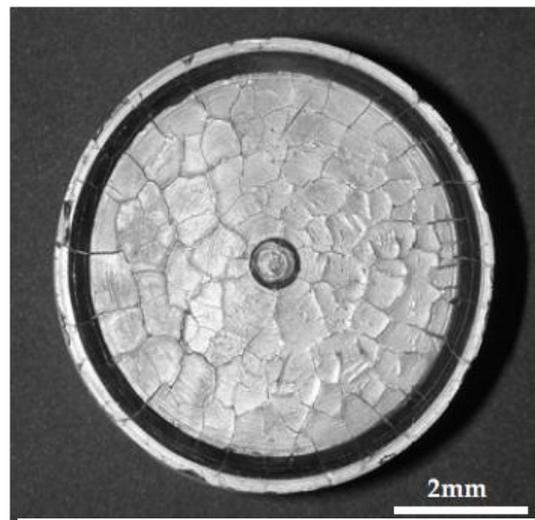


Figure III-12 : Faïençage observé sur piston industriel [15]

<sup>6</sup> Une solution liquide composée d'eau (98%) et d'hydrocarbures (reste), a pour but d'une part, de faciliter le remplissage et le démoulage des pièces, et d'autre part, de protéger le moule contre les chocs thermiques [11].

production (amorçage le plus souvent vers les 100 000 cycles), et croît ensuite de façon plus rapide jusqu'à la mise au rebut de l'outil (mécanisme de propagation) [17].

## **II.5 L'écaillage**

### **II.5.1 Etat de l'art de l'écaillage**

Dans la littérature, cet endommagement des matériaux métalliques est défini comme un phénomène de ruine macroscopique, présentant des formes de dégradations diverses et qui se manifeste suivant deux mécanismes principaux. Ces deux mécanismes, cités ci-dessous, ne concernent pas les matériaux revêtus, ni ceux qui présentent une éventuelle oxydation au niveau de leur surface.

#### **II.5.1.1 Ecaillage induit par la propagation d'une onde de choc non-soutenue**

Il s'agit d'un mécanisme où l'écaillage est induit par l'impact plan d'un projectile (appelé impacteur) sur une structure solide (appelé cible). C'est le résultat de la mise en traction très rapide d'une partie du matériau par le croisement de deux ondes de détente [21].

Afin de mieux comprendre le déroulement de ce phénomène, on considère l'impact de deux plaques semi-infinies (pour ne pas prendre en compte les effets de bord), ce qui permet une représentation unidimensionnelle de la propagation des ondes [18]. De ce fait, le diagramme de Lagrange (Figure III-13) fournit d'une part, une description de la propagation des ondes dans le plan (x,t) et d'autre part le déplacement des surfaces libres de l'impacteur et de la cible. On en déduit ainsi la vitesse de la face arrière de la cible. Une seconde représentation des événements traduit le trajet de chargement dans le plan (pression, vitesse d'impact), où l'on retrouve les états atteints après le passage de l'onde de choc et des faisceaux d'ondes de détente.

On suppose que la formation d'une écaille est conditionnée par l'incapacité du matériau à supporter une pression supérieure à la pression d'écaillage  $p^{\text{écaillage}}$ .

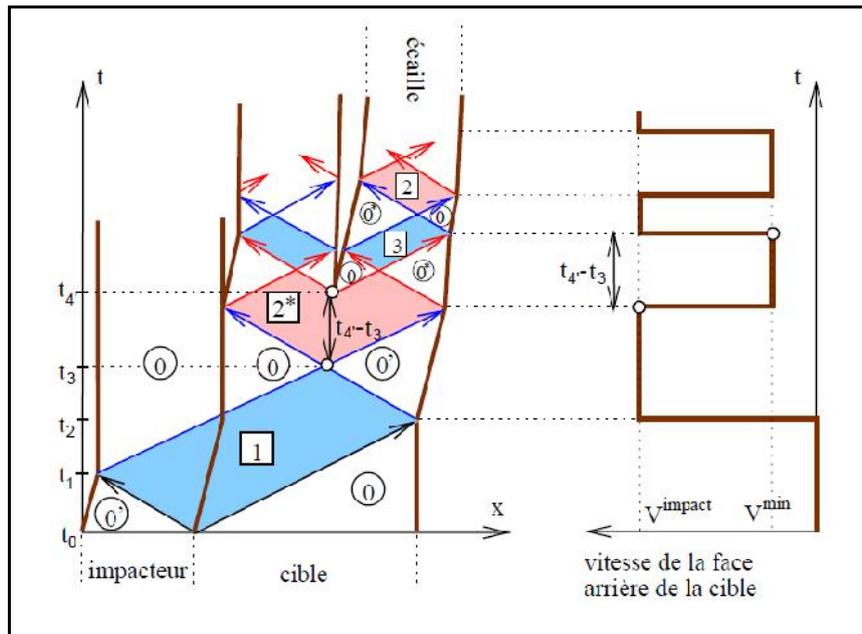


Figure III-13 : Diagramme de Lagrange dans le cas d'un matériau élastique et avec écaillage. Les flèches noires correspondent à l'onde de choc qui suit l'impact, les flèches rouges à des ondes de compression, et les bleues à des ondes de détente. Le diagramme de droite donne l'évolution au cours du temps de la vitesse de la face arrière [19]

Lorsque l'impact a lieu à l'instant  $t_0$ , une onde de choc se propage de part et d'autre de l'interface projectile / cible en portant le milieu qu'elle traverse dans l'état 1 (compression à la pression  $p^{\text{choc}}$ ), à partir des états initiaux de la cible et de l'impacteur notés respectivement 0 et 0'. Sur le diagramme (pression, vitesse impact) de la Figure III-14, l'état 1 correspond à l'intersection des ondes de choc de l'impacteur et de la cible [19].

Ces ondes se réfléchissent sur les surfaces libres des plaques (à  $t_1$  pour l'impacteur et  $t_2$  pour la cible) en ondes de détente ramenant progressivement la cible à une pression nulle (état 0 ou 0'). Lorsque les deux ondes de détente se croisent au centre de la cible, ce dernier est subitement mis en tension (à  $t_3$ ), la pression est cette fois limitée à  $p^{\text{écaillage}}$  (état 2\* où on atteint la contrainte critique de rupture supposée). A partir de cet instant ( $t_3$ ), l'écaillage se forme jusqu'à  $t_4$ , où elle présentera deux nouvelles surfaces libres conduisant à la génération d'ondes de compression, qui accompagnent la relaxation des contraintes de traction. Ces ondes de compression, qui se propagent dans l'écaillage, vont notamment conduire à sa réaccélération [18].

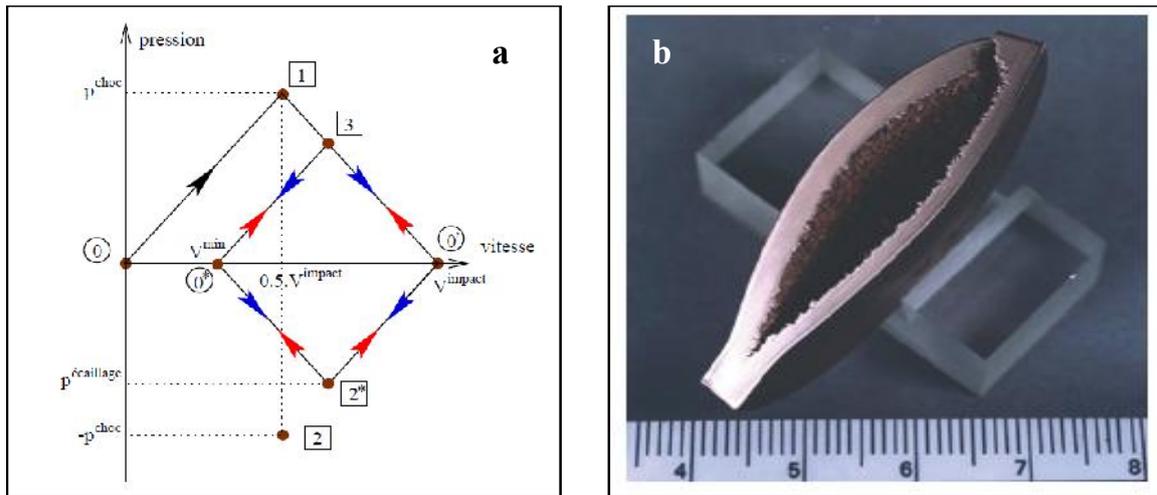


Figure III-14 : a) diagramme (pression, vitesse impact) pour un matériau élastique et avec écaillage pour un point se situant dans la partie de l'écaillage [19] ; b) exemple de ce type d'écaillage : écaillage d'un échantillon de cuivre [18]

Pour une analyse plus précise et une discussion plus approfondie du phénomène de dégradation des matériaux par ce type d'écaillage, le lecteur est invité à se référer aux ouvrages [20] et [21].

### II.5.1.2 Ecaillage induit par fatigue des roulements à billes

Le cas d'écaillage traité dans cette section est la détérioration par fatigue d'un roulement à billes. En fonctionnement normal sous charge, les surfaces actives du roulement sont soumises à des sollicitations cycliques très sévères dues aux passages répétés des billes sur le chemin de roulement. Elles sont donc sollicitées en fatigue.

Ces sollicitations alternées donnent lieu à des contraintes de compression et de cisaillement importantes. Elles finissent par créer des fissurations dues à la fatigue de la matière en sous-couche, qui se propagent vers la surface pour conduire finalement à l'écaillage.

La fatigue en sous-couche démarre au voisinage des micro hétérogénéités présentes dans le matériau. Sous l'effet de la sollicitation mécanique, les différences de module d'Young entre matrice et micro-hétérogénéités sont à l'origine d'incompatibilités de déformation.

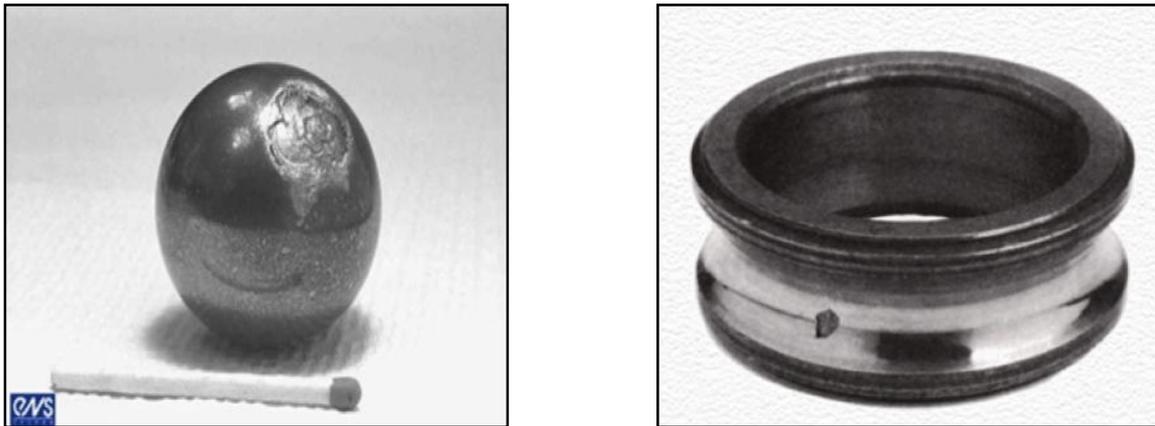


Figure III-15 : Ecaillage observé dans un roulement à bille: à gauche écaillage d'une bille; à droite écaillage du chemin d'une bague [22]

Selon les conditions de fonctionnement, l'écaillage observé peut être classé de la manière suivante :

- écaillage profond amorcé en profondeur : il a généralement pour origine une inclusion dure présente à la profondeur de Hertz (ou toute autre micro-hétérogénéité) ;
- écaillage profond amorcé en surface : il démarre généralement au voisinage d'une indentation ou de tout autre défaut géométrique de surface (rayure de rectification ou trace de choc dû au montage).

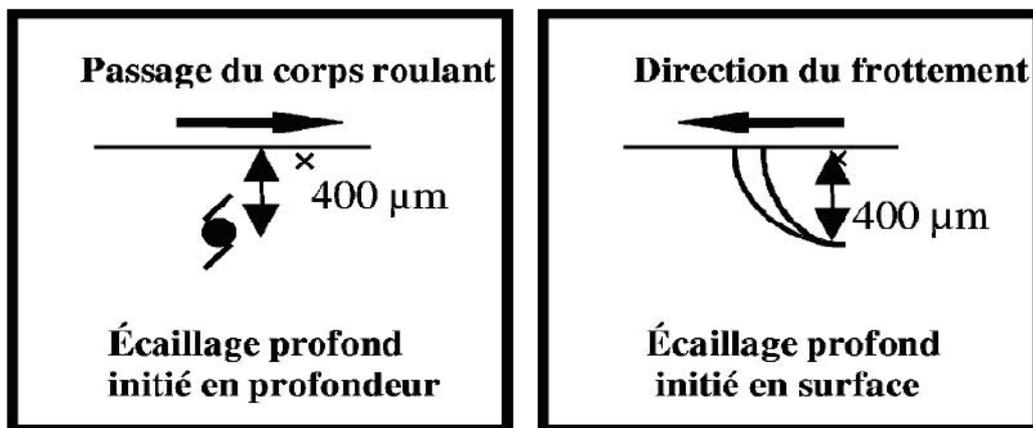


Figure III-16 : Schématisation des différentes formes d'écaillage

### II.5.2 Ecaillage induit par impact du jet d'azote sur une surface métallique

L'écaillage relevé après l'impact d'un jet d'azote sur les différents matériaux métalliques présente une forme qui pourrait ressembler au deuxième exemple d'écaillage cité dans le paragraphe ci-dessus. Néanmoins, la taille (microscopique dans le cas du jet d'azote) de l'endommagement et les mécanismes responsables sont bien différents. De plus, l'écaillage

rencontré lors de l'impact par jet d'azote est loin d'être dû à un phénomène de fatigue mécanique ou thermique, compte-tenu des caractéristiques thermomécaniques des essais réalisés avec le jet d'azote.

Dans le cas du jet d'azote, l'écaillage produit est un endommagement complexe induit par une combinaison de mécanismes. L'origine de cet endommagement, est l'apparition de fissures transversales à la surface du matériau suivant le mécanisme décrit dans le cf. II.4. L'effet de souffle du jet et le confinement de l'azote dans les fissures vont conduire, selon le premier mécanisme d'augmentation de la pression hydrostatique de l'azote (II.2) et à l'ouverture de certaines fissures suivant le mode I. De cette manière, les fissures transversales se propagent dans le matériau suivant un plan parallèle à la surface jusqu'à la formation d'une écaille (voir Figure III-17).

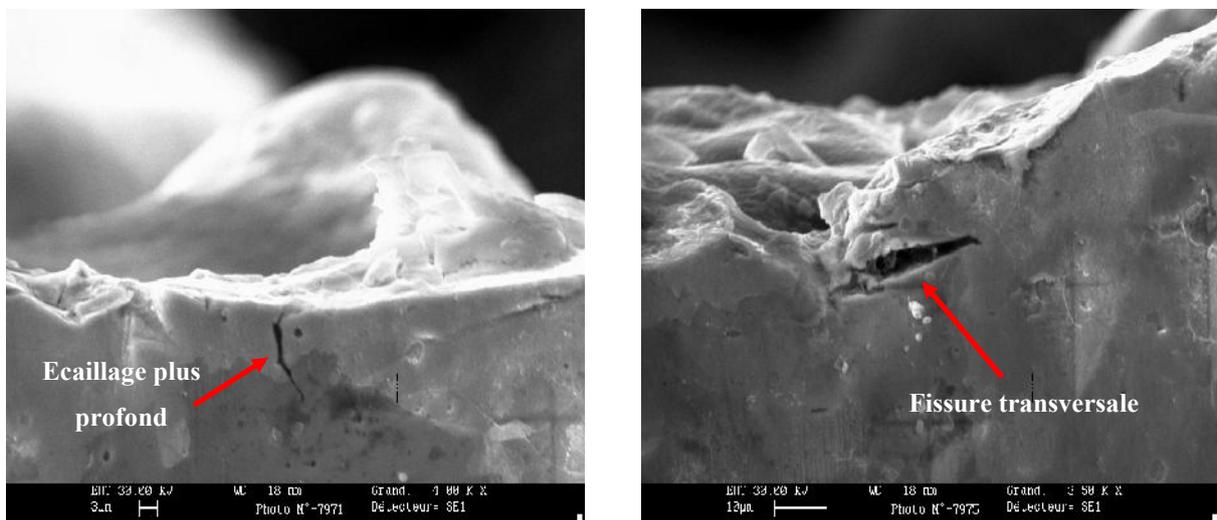


Figure III-17 : Fissures observées en dessous du cratère formé après le passage du jet (acier E24)

### III. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENTS PRINCIPAUX

#### III.1 Rupture par développement d'ondes de traction thermo-élastique

L'ensemble des essais réalisés dans le chapitre précédent a montré que le mouvement des dislocations semble plus gêné dans les conditions du jet d'azote que dans un bain d'azote liquide classique, bien que la température reste beaucoup plus élevée dans le jet (-100 à -130°C) que dans le bain d'azote (-180 à -196°C). En raison des propriétés thermo-élastiques du matériau, la chute soudaine de la température donne naissance à des ondes de traction se propageant dans le matériau. Nous montrons ci-dessous que le niveau de contrainte obtenu de cette manière peut atteindre des valeurs assez importantes, et suffisantes pour créer et assurer la propagation de fissures. Deux modèles [23] et [24] ont été adoptés pour donner une estimation de la contrainte de traction induite par le choc thermique dans une direction normale à la surface. Le phénomène est réduit à un problème unidimensionnel de refroidissement soudain d'un matériau thermo-élastique semi-infini.

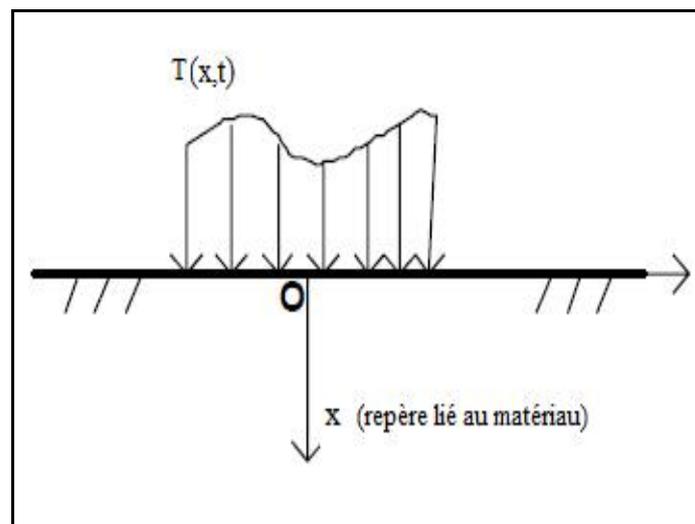


Figure III-18 : Vue schématique du problème de dépôt de chaleur

Les deux modèles décrivent le même problème de la propagation des ondes de traction dans le matériau mais en prenant des conditions aux limites différentes. Singh et al [23] considèrent qu'il s'agit d'un dépôt surfacique de chaleur (négatif) par conduction, à la surface d'un matériau initialement au repos. En revanche, Fressengeas et al [24] estiment que l'apport de chaleur se produit par rayonnement et se localise dans une couche mince en dessous de la surface. Cette dernière condition semble fournir une schématisation plus réaliste du problème. Toutefois, lorsque l'épaisseur de cette sous-couche tend vers zéro, les deux modèles doivent

coïncider. L'utilisation conjointe des deux modèles permettra d'estimer la contrainte induite par la propagation des ondes de traction, indépendamment de toute considération sur la nature du dépôt du flux de chaleur (surfaccique ou volumique), par conduction ou rayonnement.

Dans un repère cartésien, où le matériau est dans le demi-espace  $x \geq 0$ , seuls les déplacements perpendiculaires au plan  $x=0$  (qui coïncide avec la surface) sont autorisés et s'écrivent suivant l'équation (15) :

$$u_z = u_y = 0 \text{ et } u_x = u(x, t) \quad (15)$$

Le champ de température relatif est exprimé sous la forme :

$$T = T(x, t) \quad (16)$$

Dans ce problème unidimensionnel, nous nous intéressons au calcul de la déformation  $\varepsilon = \varepsilon_x$  et de la contrainte qui se développe suivant la direction du flux de chaleur à savoir  $\sigma = \sigma_x$ .

Si on suppose que la surface du matériau initialement à la température ambiante est soumise à un flux de chaleur constant (négatif), les équations fondamentales pour décrire ce problème linéaire thermo-élastique sont l'équation d'équilibre, l'équation constitutive et l'équation de la chaleur. Elles peuvent être écrites comme l'indique le système d'équations (17) :

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial^2 \varepsilon}{\partial t^2} - \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \frac{\partial^2 \varepsilon}{\partial x^2} &= \frac{\beta}{\rho} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \\ \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{K}{\rho C_p} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\beta \cdot T_0}{\rho C_p} \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} &= \frac{P}{\rho C_p} \end{aligned} \right\} \text{ avec } \beta = \frac{E \alpha}{(1 - 2\mu)} \quad (17)$$

Les expressions de la déformation et de la contrainte sont fournies par les équations (18) :

$$\varepsilon = \frac{\partial u}{\partial x} \quad \text{et} \quad \sigma = (\lambda + 2\mu)\varepsilon - \beta T \quad (18)$$

où  $\rho$  est la mase volumique du matériau,  $E$  est le module d'Young,  $T_0$  est la température initiale du matériau,  $\lambda$  et  $\mu$  sont les coefficients de Lamé,  $\beta$  est le coefficient d'expansion thermique en MPa/K,  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique linéaire (en 1/K),  $C_p$  est la cha-

leur spécifique et  $K$  est la conductivité thermique.  $P$  représente l'énergie déposée par unité de volume en dessous de la surface et par unité de temps.

Le terme  $\frac{\beta T_0}{\rho C_p} \frac{\partial \varepsilon}{\partial t}$  dans l'équation (17), traduit le couplage thermomécanique dans l'équation de la chaleur.

Dans son modèle, Fressengeas et al [24] a démontré qu'il y a très peu de différence entre la solution tenant compte du couplage thermomécanique complet et la solution obtenue sans couplage dans l'équation de la chaleur. Ceci nous mène, dans une première approximation, à négliger le couplage thermomécanique dans cette équation. Le système d'équations (17) devient :

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial^2 \varepsilon}{\partial t^2} - \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \frac{\partial^2 \varepsilon}{\partial x^2} + \frac{\beta}{\rho} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} &= 0 \\ \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - K \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} &= P \end{aligned} \right\} \quad (19)$$

Le matériau initialement à la température relative  $T = 0$ , subit un refroidissement brutal au niveau de sa surface  $x=0$ . Selon le modèle de Singh et al [23], le refroidissement de la surface est assuré par un flux de chaleur (négatif) constant  $q$  suivant l'équation (20). Dans ce cas, le dépôt de chaleur est surfacique et le dépôt volumique d'énergie  $P$  est nul.

$$-K \frac{\partial T}{\partial x} = qH(x) \quad (20)$$

où  $H$  est la fonction échelon-unité de Heaviside.

En revanche, dans le modèle de Fressengeas et al [24] où le flux de chaleur par conduction est nul, l'énergie déposée  $P$  s'exprime suivant la formule :

$$P = \frac{A}{x_p} e^{-\frac{x}{x_p}} H(t) \quad (21)$$

où  $x_p$  est la profondeur de pénétration de l'énergie dans le matériau,  $A$  est une constante ( $A = \frac{q}{\rho}$ ). Les conditions aux limites à l'infini de ce problème permettant l'identification d'une solution du système d'équations (19) sont :

$$\sigma = 0 \quad \text{pour } x \rightarrow 0 \quad (22)$$

$$\frac{\partial T}{\partial x} = 0$$

$$\lim_{x \rightarrow \infty} T = \lim_{x \rightarrow \infty} \varepsilon = 0 \quad (23)$$

Une solution approchée de ce système d'équations aux dérivées partielles, a été obtenue à l'aide d'une méthode des perturbations<sup>7</sup> sous la forme d'un développement où le coefficient de couplage thermomécanique  $\eta$  joue le rôle d'un petit paramètre.

$$\left. \begin{aligned} \varepsilon &= \frac{A \beta K}{x_p C_p^2 (\lambda + 2\mu)^2} (\varepsilon_0 + \eta \varepsilon_1 + \dots) \\ T &= \frac{AK}{x_p C_p^2 (\lambda + 2\mu)} (T_0 + \eta T_1 + \dots) \end{aligned} \right\} \quad (24)$$

où  $\varepsilon_0$ ,  $\varepsilon_1$ ,  $T_0$  et  $T_1$  sont les termes du développement au premier et second ordre et

$$\eta = \frac{\beta^2 T_0}{C(\lambda + 2\mu)\rho}.$$

Si on remplace cette nouvelle expression de  $\eta$  dans l'équation (18), la contrainte  $\sigma$  exprimée dans (18) s'écrira sous la forme suivante :

$$\sigma = \frac{A \beta K}{x_p C_p^2 (\lambda + 2\mu)} (\sigma_0 + \eta \sigma_1 + \dots) \quad (25)$$

Avec

$$\sigma_0 = \frac{A \beta K}{x_p C_p^2 (\lambda + 2\mu)} (\varepsilon_0 - T_0) \quad \text{et} \quad \sigma_1 = \frac{A \beta K}{x_p C_p^2 (\lambda + 2\mu)} (\varepsilon_1 - T_1) \quad (26)$$

La transformée de Laplace est utilisée pour obtenir l'expression de la contrainte au premier ordre en  $\eta$ .

$$L \varepsilon_0(x, s) = \int_0^\infty \varepsilon_0(x, t) e^{-s t} dt \quad (27)$$

---

<sup>7</sup> La méthode des perturbation dite encore méthode du petit paramètre, est un puissant outil dans les mathématiques appliquées. Elle permet de trouver une solution approchée d'une équation mathématique ( $E_x$ ) dépendante d'un paramètre  $x$  lorsque la solution de l'équation ( $E_0$ ), correspondant à la valeur  $x = 0$ , est connue exactement. La méthode consiste à chercher la solution approchée de l'équation ( $E_x$ ) sous la forme d'un développement en série des puissances du paramètre  $x$ , cette solution approchée étant supposé être une approximation d'autant meilleure de la solution exacte, mais inconnue, que la valeur absolue du paramètre  $x$  est plus « petite ».

Cette estimation au premier ordre de la contrainte à partir de chaque modèle est suffisante pour donner un ordre de grandeur de la contrainte. L'équation (28) fournit cette estimation pour le modèle [24] :

$$\sigma \approx \frac{A \cdot \beta \cdot K}{x_p \cdot C_p^2 \cdot (\lambda + 2 \cdot \mu)} \sigma_0$$

avec

$$\begin{aligned} \sigma_0 = & \left[ \frac{\gamma}{\gamma^2 - 1} e^{t-\gamma} \operatorname{erf} \sqrt{t-x} + \frac{1}{\gamma^2 - 1} e^{\gamma^2(t-x)} \operatorname{erfc}(\gamma \sqrt{t-x}) \right. \\ & \left. - \frac{1}{2\gamma(\gamma-1)} e^{\gamma(t-x)} - \frac{1}{2\gamma(\gamma+1)} e^{-\gamma(t-x)} \right] H(t-x) \\ & - \frac{\gamma}{2\gamma(\gamma^2-1)} \left[ e^{t-x} \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{t}} - \sqrt{t}\right) - e^{t+x} \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{t}} + \sqrt{t}\right) \right] \\ & + \frac{1}{2(\gamma^2-1)} \left[ e^{\gamma^2 t - \gamma x} \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{t}} - \gamma \sqrt{t}\right) - e^{\gamma^2 t + \gamma x} \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{t}} + \gamma \sqrt{t}\right) \right] \\ & + \frac{1}{2\gamma(\gamma-1)} e^{\gamma(t-x)} + \frac{1}{2\gamma(\gamma+1)} e^{-\gamma(t+x)} - \frac{1}{\gamma^2-1} e^{\gamma^2 t - \gamma x} \end{aligned} \quad (28)$$

où  $\gamma$  est un nombre adimensionnel dont l'expression est donné par l'équation (29)

$$\gamma = \frac{K}{\rho C_p \sqrt{\lambda + \mu}} \frac{1}{x_p} \quad (29)$$

Pour  $q < 0$  et  $P < 0$ , les solutions au premier ordre montrent l'existence d'une onde de traction qui se propage à travers le matériau. La contrainte donnée par l'équation (28) présente un extrémum qui s'écrit donc sous la forme suivante :

$$\sigma_x^{\max} = \frac{\beta q}{\rho C_p U} = \frac{A \beta}{C_p U} \quad (30)$$

où  $U = \sqrt{\frac{\lambda + 2\nu}{\rho}}$  est la vitesse de propagation des ondes thermo-élastiques dans le matériau (célérité en m/s), lorsque la profondeur de pénétration  $x_p$  est assez petite (cf. Figure III-19).

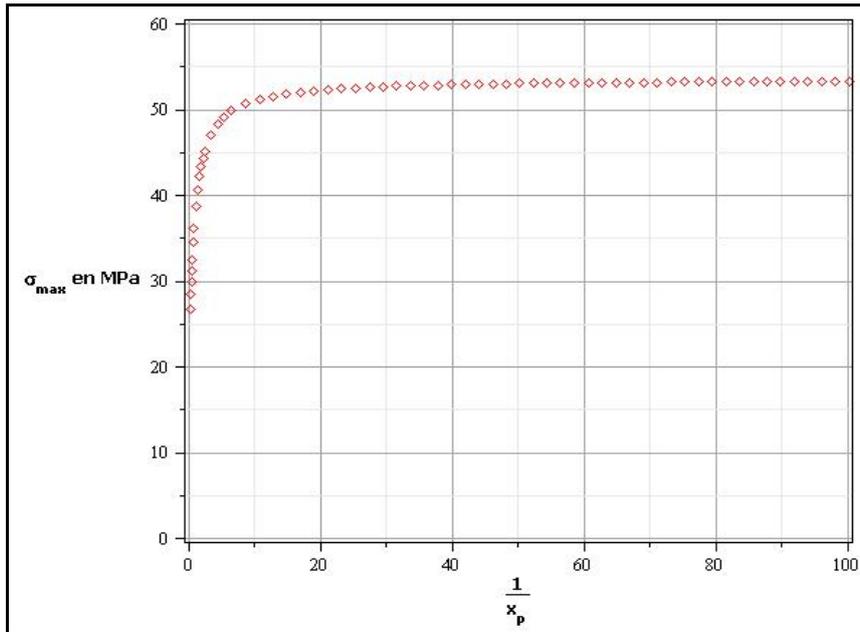


Figure III-19 : Profil de la contrainte thermo-élastique maximale calculée à partir de [23] et [24]

En admettant la valeur du flux de chaleur  $q=5.10^{-8} \text{ W/m}^2$  (estimé à partir des courbes de mesures de température réalisées dans le chapitre I cf.IV.4) et les données thermomécaniques de l'acier E24 (cf. Tableau III-1), une estimation de la contrainte maximale de traction obtenue à partir de l'équation (30) est de 54MPa. Assistée par la présence de défauts ou d'inclusions dans le matériau, cette valeur de la contrainte semble être suffisamment importante pour assurer l'amorçage et le déclenchement des fissures.

<b>E en GPa</b>	<b>K en W/(K.m)</b>	<b>C<sub>p</sub> en J/(Kg.K) à -110°C</b>	<b>ρ en Kg/m<sup>3</sup></b>	<b>ν</b>
<b>210</b>	<b>50</b>	<b>-300.10<sup>-5</sup></b>	<b>7600</b>	<b>0.285</b>

Tableau III-1 : Paramètres thermomécaniques de l'acier E24

### III.2 La décohésion et la fragmentation

Dans le but de délimiter l'étendue de la zone en profondeur (en dessous de l'endommagement principal) altérée par l'action du jet d'azote, une étude EBSD (Electron BackScattered Diffraction) a été réalisée sur une éprouvette en acier E24 testée dans le chapitre II cf. III.2.1.1 (essai dynamique pour une  $d_{tir}=70\text{mm}$ ). Pour ce faire, l'éprouvette a été découpée perpendiculairement à la rainure (endommagement principal), et la nouvelle surface obtenue a été soigneusement polie.

La Figure III-20 montre une image par diffraction des électrons rétrodiffusés de la microstructure de l'acier E24 observée en dessous de la surface, dans la zone d'endommagement principal. La zone affectée par le passage du jet s'étend jusqu'à  $600\mu\text{m}$  sous le cratère. On peut très facilement repérer la décohésion de cette zone, et une réduction par fragmentation de la taille des grains. La valeur de la taille des grains passe d'une valeur moyenne de  $30\mu\text{m}$  dans une zone loin du fond du cratère, à une valeur de  $5\mu\text{m}$  dans une zone au voisinage direct du cratère. En effet, comme le suggère la Figure III-20, juste en dessous de la surface impactée (cratère), la microstructure du matériau a été en grande partie disloquée, ce qui se traduit par une grande difficulté de l'indexation de la zone affectée. Nous notons également que la réduction de la taille des grains est obtenue sans déformation plastique significative, et sans modification apparente de la texture du matériau (cf. Figure III-21).

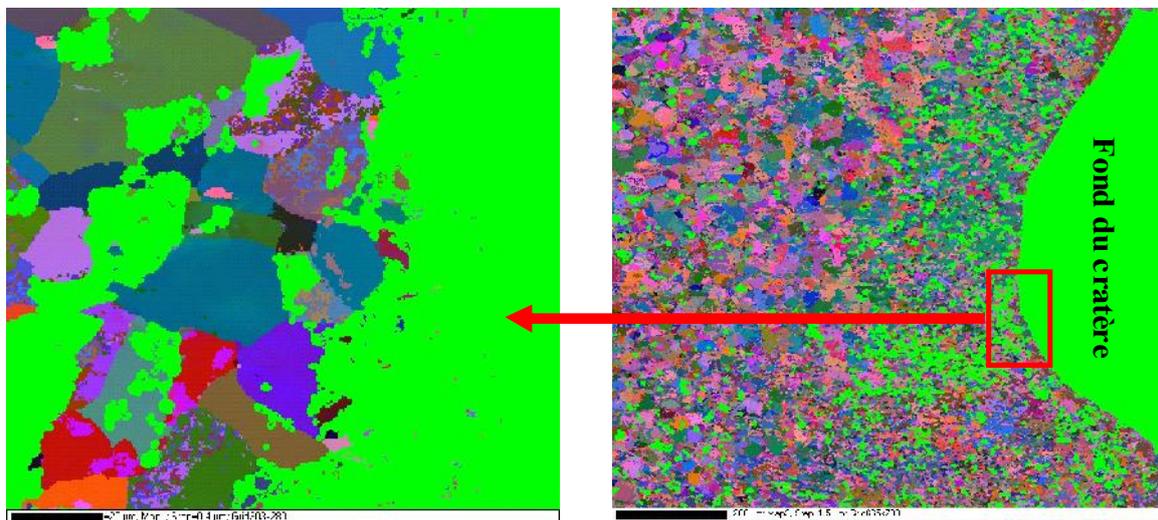


Figure III-20 : Image EBSD relevant la décohésion et la fragmentation des grains : la zone verte représente les points non indexés

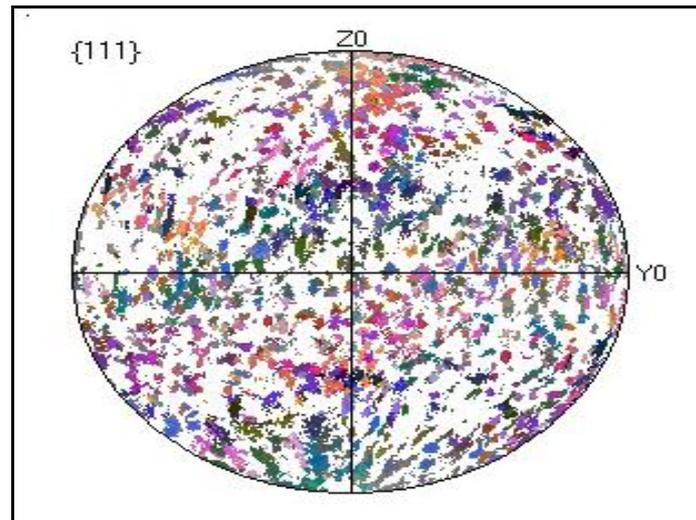


Figure III-21 : Figure de pôle<sup>8</sup> de {111} de la zone altérée

On note en fond de rainure un réseau de fissures qui achemine l'azote devenu gazeux au contact du matériau vers la profondeur (les sous-couches en dessous). L'acheminement continu sous pression de l'azote vers la profondeur du matériau conduit à sa migration vers des sites microstructuraux (défauts, fissure, cavité, impuretés...) énergétiquement plus favorables appelé «pièges». La décohésion liée à la fissuration est due partiellement à une mise sous contrainte des cavités sous l'effet d'une augmentation de la pression interne liée à la sursaturation en azote recombiné. Cette décohésion ne requiert l'application d'aucune contrainte extérieure, et elle se produit si la quantité de l'azote piégé est suffisante. L'amplitude de la fissuration dépend également de la présence de contraintes internes dans le matériau et de la nature, de la densité et de la répartition des sites de piégeage. La décohésion et le réseau de fissures présents sous le cratère peuvent aussi être dus à la contraction thermo-élastique et à l'état de traction qu'elle génère. A basse température, en l'absence de plasticité, le matériau semble en effet incapable d'accommoder la déformation qui en résulte.

Le mécanisme d'endommagement semble similaire au mécanisme de fragilisation des matériaux métalliques par l'hydrogène (Hydrogen Induced Cracking : HIC) décrit dans les références [25] et [26]. En général, la décohésion observée par ces auteurs se traduit par le piégeage de l'hydrogène sur des sites de faible énergie potentielle. La Figure III-22 illustre l'évolution de l'énergie potentielle d'interaction  $E^{pi}(r)$  entre le solide et la particule (gaz) en fonction de la distance ( $r$ ) à la surface. Elle met en évidence le minimum d'énergie  $E^{ads}$  dans

<sup>8</sup> Une représentation bidimensionnelle sous la forme d'une projection stéréographique, permettant le calcul de la Fonction de Distribution des orientations (FDO)

l'état adsorbé, avec éventuellement des minimums intermédiaires (états précurseurs) d'énergie  $E^p$  et les énergies d'activation (barrières) de désorption  $E^{\text{des}} - E^{\text{ads}}$ , de diffusion à la surface du solide  $E^s - E^{\text{ads}}$  et d'adsorption  $E^{\text{des}} - E^{\text{gaz}}$  (souvent négligeable).

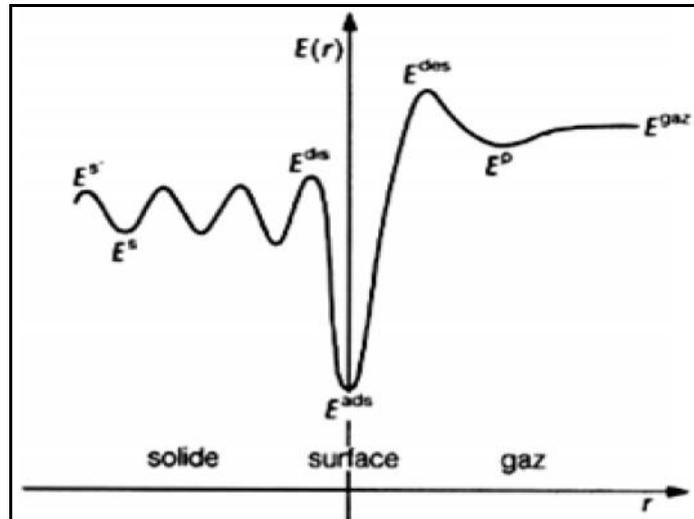


Figure III-22 : Représentation énergétique du phénomène d'adsorption

## IV. CONCLUSION

L'interaction entre le jet d'azote et la surface métallique fait appel à plusieurs mécanismes qui conduisent à des modes d'endommagement très complexes et variés (tunnel, fissuration, écaillage, faïençage, décohésion, clivage). La superposition de plusieurs modes de rupture dans le même test, constitue un obstacle majeur quant à la compréhension de l'ensemble de ces mécanismes. Une classification de ces modes d'endommagement en deux parties (endommagements principaux et secondaires) a été adoptée afin de mieux cerner chaque mécanisme.

L'étude de l'ensemble des mécanismes a révélé que le choc thermique est à l'origine de l'amorçage de la rupture thermo-élastique grâce au développement de contraintes de traction. Son influence sur l'évolution de l'endommagement des différents matériaux est importante.

Les estimations des contraintes ont été fournies dans chaque mécanisme, elles représentent un ordre de grandeur suffisant pour initier la rupture dans un matériau fragilisé par le choc thermique.

## CHAPITRE IV

# **DURCISSEMENT PAR FRAGMENTA- TION DES GRAINS ET DIFFUSION NON CONVENTIONNELLE DE L'AZOTE**

## I. INTRODUCTION

L'altération de la surface en dessous de la zone de passage du jet a été mise en évidence (chapitre III cf. III.2). En effet, une analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD de la zone située sous l'endommagement principal a révélé une réduction impressionnante de la taille des grains par fragmentation. Ce changement de la microstructure du matériau lié au passage du jet d'azote pourrait déboucher sur l'utilisation de cette technologie cryogénique pour le durcissement de surfaces, par un simple passage du jet.

Le but de ce chapitre est donc de définir précisément l'incidence de ce changement de la microstructure du matériau (taille de grains) sur l'évolution de sa dureté superficielle. Par ailleurs, nous verrons également si l'azote peut être transporté dans le matériau dans des conditions thermodynamiques défavorables à la diffusion.

## II. DURCISSEMENT DU MATERIAU ET DIFFUSION NON CONVENTIONNELLE DE L'AZOTE

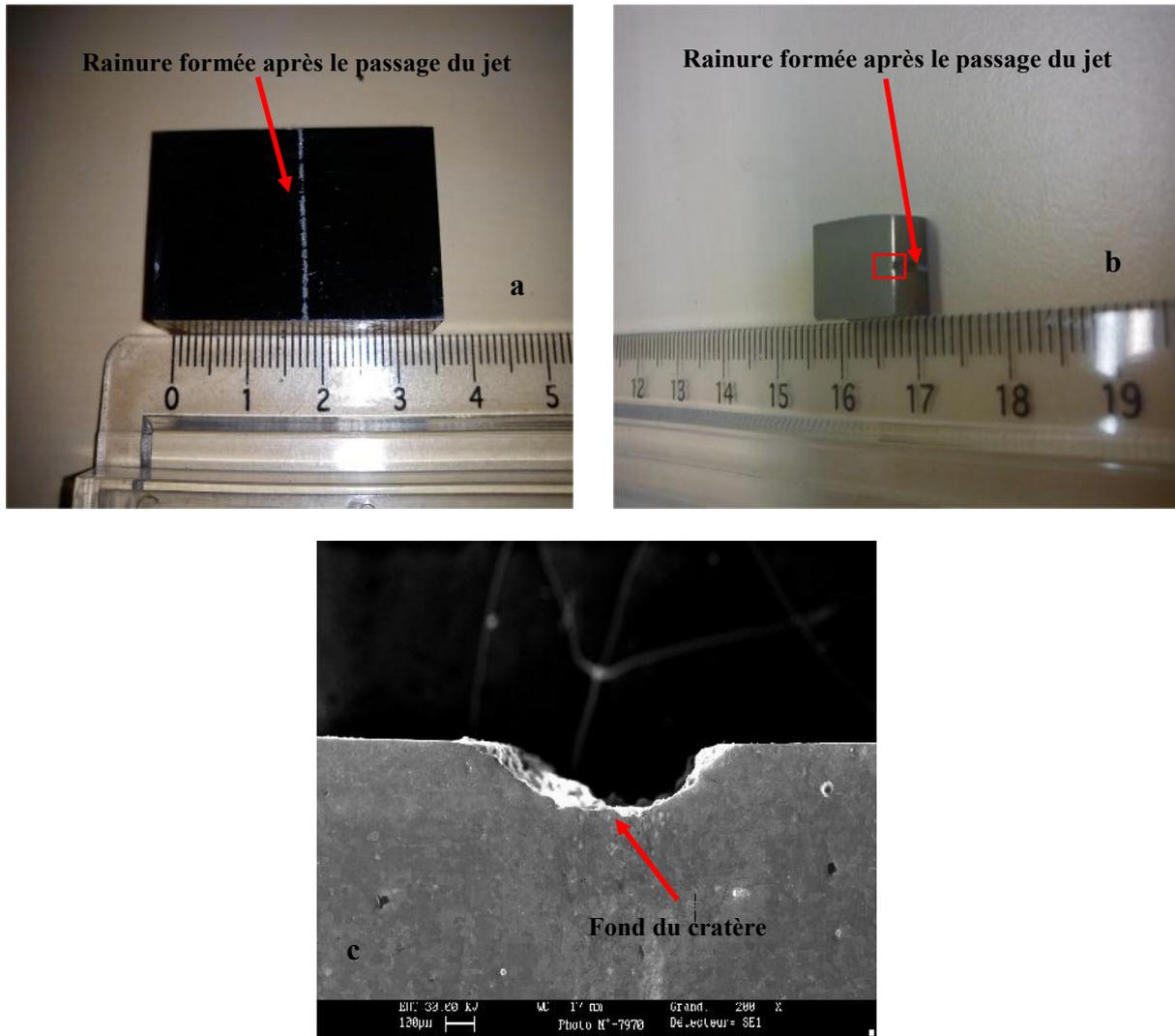
### II.1 Durcissement du matériau

Comme nous l'avons mentionné dans cf. III.2 du chapitre précédent, une analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD (Electron BackScattered Diffraction) a été réalisée afin de délimiter l'étendue de la zone en profondeur (sous l'endommagement principal) altérée par l'action du jet d'azote.

Les deux éprouvettes analysées sont celles testées lors de l'étude de l'impact par jet d'azote cité dans cf. III.2.1.1 du chapitre II, et nous notons que le choix de ces éprouvettes a été établi en s'appuyant sur la valeur de la distance de tir qui permettait un maximum d'endommagement :

- une éprouvette en acier E24 impactée lors d'un essai dynamique avec une  $d_{tir}=80\text{mm}$  ;
- une éprouvette en acier inox 316L impactée lors d'un essai dynamique avec une  $d_{tir}=70\text{mm}$ .

Les éprouvettes sélectionnées ont été découpées perpendiculairement à la rainure (endommagement principal), et la nouvelle surface obtenue a subi un polissage électrolytique après le polissage mécanique (cf. Figure IV-1).



**Figure IV-1 : a) : Eprouvette typique en acier E24 des essais d'impact par jet d'azote ; b) : Eprouvette après la découpe transversale ; c) : La zone analysée par EBSD (observée par le MEB)**

L'observation de l'évolution de la microstructure de la zone située sous de la surface de passage du jet, a été effectuée avec un microscope électronique à balayage (MEB) de type Leica S440 équipé d'un système EBSD (pilote par le logiciel d'exploitation CHANNEL 5). L'échantillon a été placé en configuration EBSD incliné à  $70^\circ$  afin d'augmenter le rendement en électrons rétrodiffusés. Afin de générer les cartographies d'orientations locales, on utilise le HKL CHANNEL 5 TANGO qui permet de définir la moyenne des désorientations en excluant les désorientations supérieures à un angle limite correspondant à l'angle de désorientation seuil de définition d'un joint de grains. Dans notre étude, nous choisissons un seuil limite de désorientation d'un joint de grains égal à  $10^\circ$ .

### II.1.1 Eprouvette en l'acier E24

La Figure IV-2 montre une image de la microstructure de la zone située sous le cratère. La zone altérée par l'action du jet s'étend jusqu'à 600µm en dessous du fond du cratère, et apparaît comme une microstructure essentiellement disloquée mais sans déformation plastique apparente. Ceci est complètement cohérent avec le niveau de température induit par le jet (-140 à -120°C), et qui bloque le mouvement de dislocations.

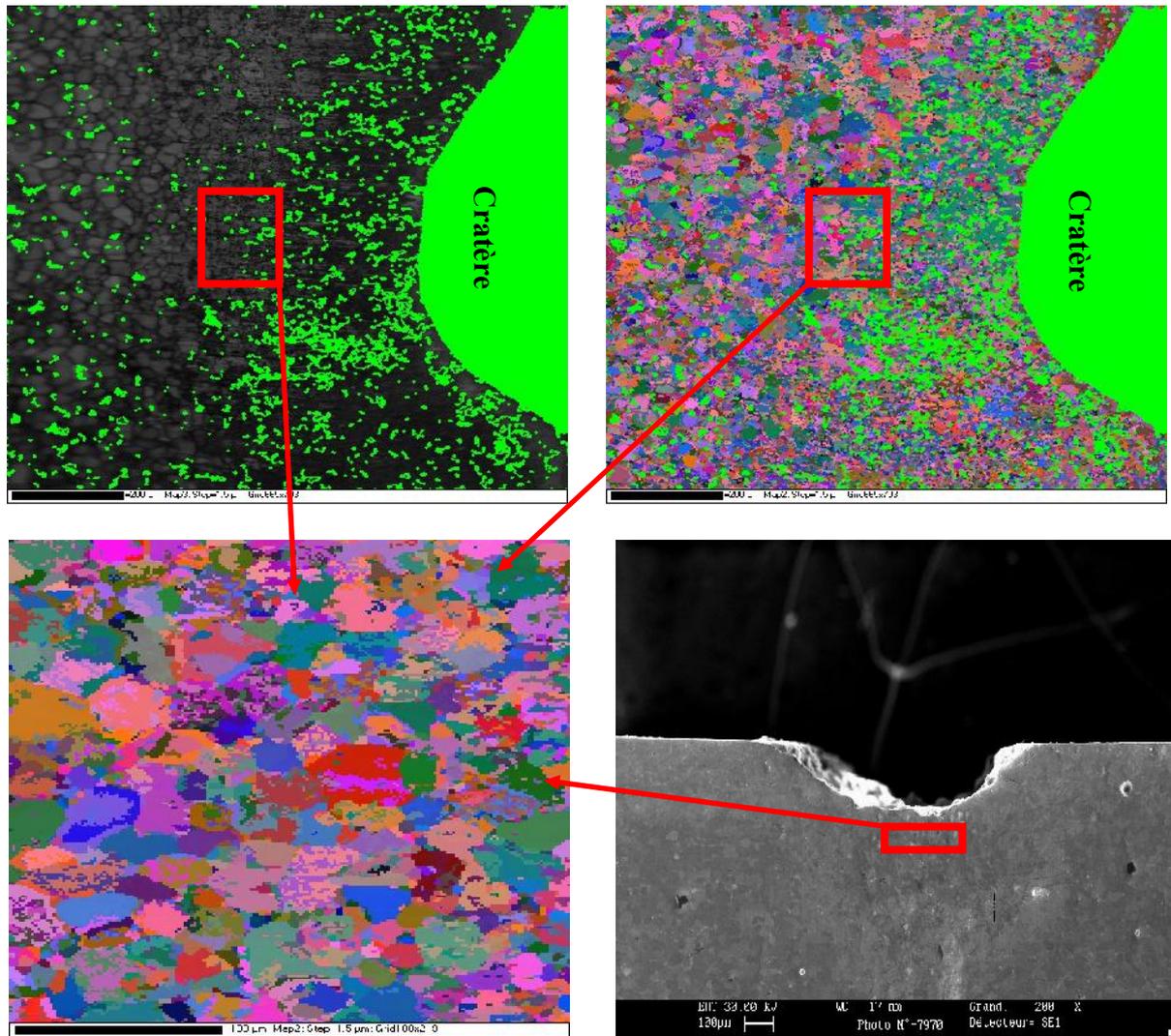


Figure IV-2 : Microstructure de la zone étudiée après une analyse EBSD

Cette zone affectée par l'action du jet s'identifie aisément à partir de la taille des grains qui passe d'une valeur moyenne de 30µm loin de la zone d'impact (taille de grains initiale avant impact), à une valeur inférieure à 5µm dans la zone altérée comme le montre la Figure III-20. Cette réduction de la taille des grains semble être obtenue par fragmentation des grains (cf. III.2 du chapitre III) sans aucune déformation plastique significative et sans modification de la texture cristallographique du matériau (cf. Figure III-21). L'écrasement de ma-

tière observé au voisinage direct du fond du cratère ne permet pas d'indexer correctement cette zone. Cette difficulté d'indexation, traduit l'incapacité du logiciel à distinguer le recouvrement des bandes au niveau des joints de grains (grains écrasés avec une taille inférieure dans certains cas à  $5\mu\text{m}$ ). Le taux d'indexation s'améliore en s'éloignant du fond du cratère.

Cette réduction de la taille des grains fait écho à un procédé d'affinement des grains à savoir le SPD (Severe Plastic Deformation). Ce dernier est un procédé capable d'affiner la taille des grains d'un métal polycristallin et de produire une taille de grains ultrafine (cf. Figure IV-3). Parmi ces méthodes SPD, l'extrusion angulaire à canaux égaux (ECAE) est un exemple connu par sa grande capacité à affiner la taille des grains d'un métal sans changer les dimensions de l'échantillon [28]. Nos résultats semblent montrer que l'on pourrait également obtenir la réduction de la taille des grains d'un matériau sur une profondeur limitée, par un simple passage du jet d'azote.

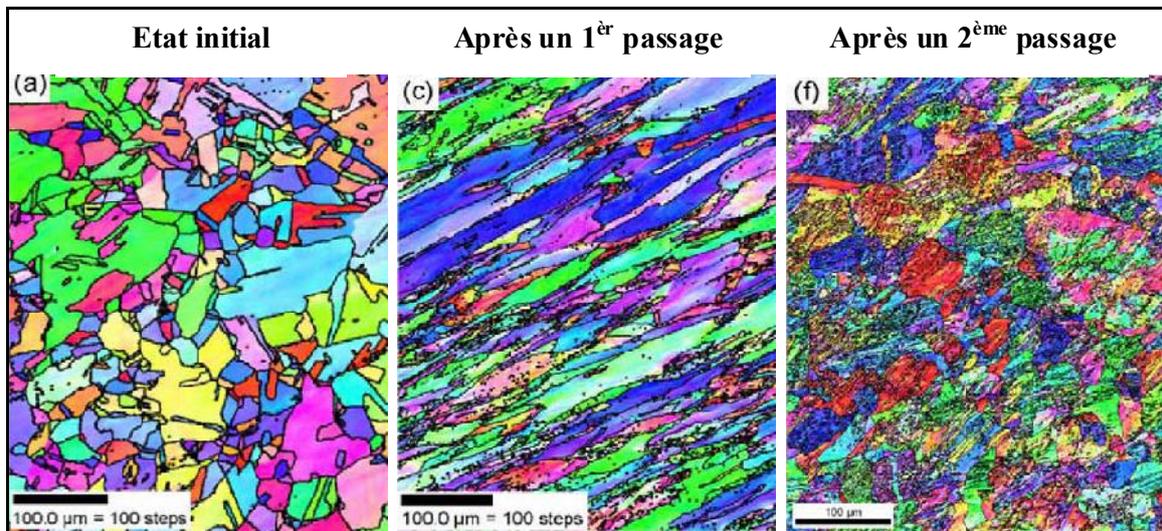


Figure IV-3 : Evolution de la microstructure par analyse EBSD du Cu pure après un premier et un second passage dans l'ECAE [28]

En vue d'estimer les effets sur la dureté de cette fragmentation et des changements de microstructure qui l'accompagnent, des mesures de micro-dureté ont été réalisées au LEM3 (centre Arts et Métiers Paristech de Metz) par le biais d'un indenteur de type ZWICK ZHV1 sur une zone qui s'étend jusqu'à  $750\mu\text{m}$  en dessous du fond du cratère. L'objectif est d'établir une corrélation éventuelle entre la modification de la microstructure du matériau (réduction de la taille des grains) observée après le passage du jet et l'évolution de la dureté. La Figure IV-4 confirme cette corrélation et suggère une augmentation de la dureté du matériau au voisinage direct du fond du cratère d'environ 30%. La dureté passe donc d'une valeur moyenne de dureté comprise entre 140 et 150HV en l'absence de tout impact par le jet d'azote, à une valeur de

200HV à 50 $\mu\text{m}$  du fond du cratère (après le traitement par le jet), ce qui représente une augmentation de 25% de la dureté initiale du matériau. Nous notons également que la zone affectée s'étend en profondeur jusqu'à 350 $\mu\text{m}$  sous le cratère.

Dans ce cas de figure, l'augmentation de la dureté du matériau est liée d'une part, au choc thermomécanique dû à la chute de la température, et d'autre part à un autre phénomène qui fera l'objet de la section suivante, à savoir la présence d'une concentration importante d'atomes d'azote dans la zone affectée par l'action du jet (particularité de ce procédé).

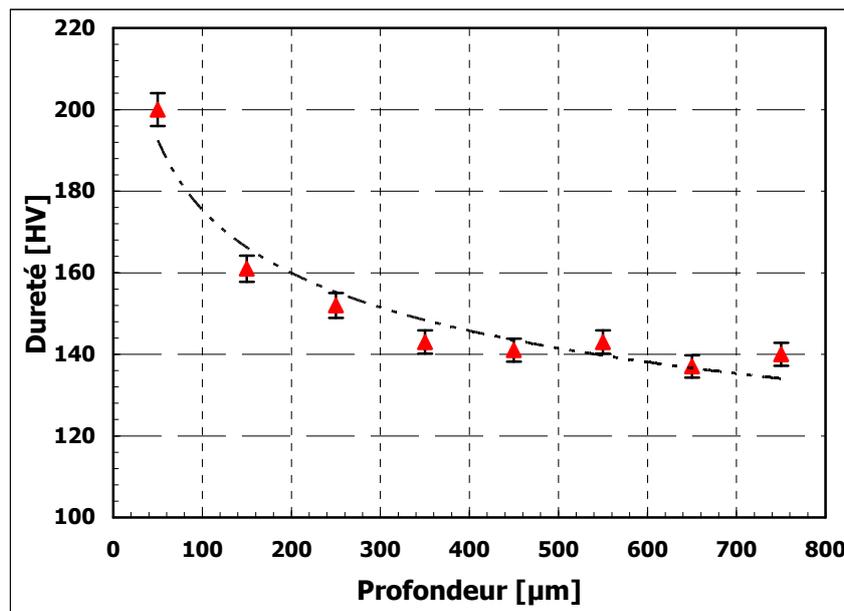
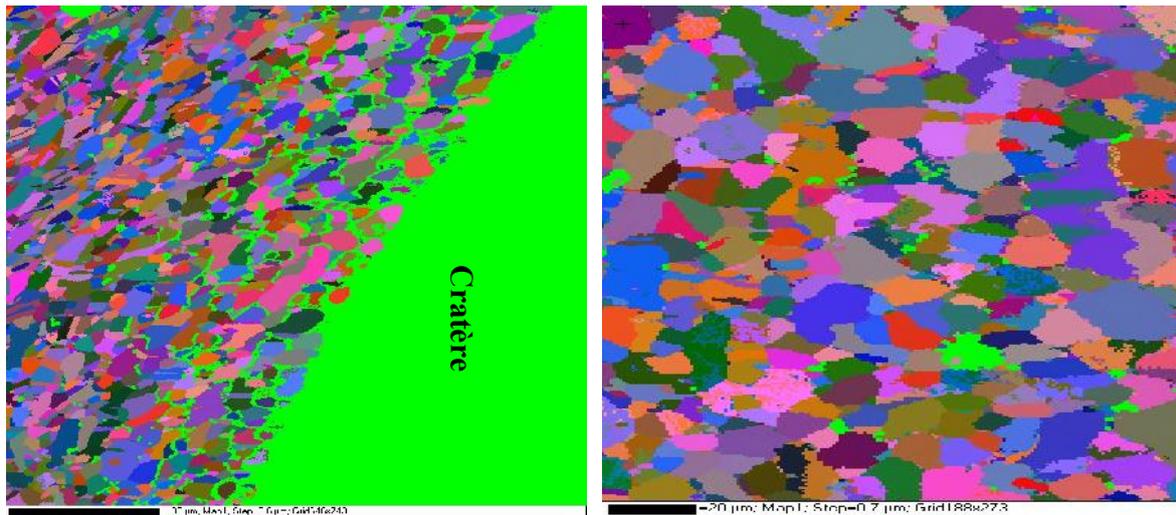


Figure IV-4 : Evolution de la dureté de l'acier E24 depuis le fond du cratère ( $x = 0\mu\text{m}$ ) vers le cœur du matériau. Charge indenteur=200g, temps de charge automatisé=10 secondes, objectif x 40

### II.1.2 Eprouvette en acier inox 316L

Dans le cas de l'acier inox 316L, les observations par diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD ont révélé un changement sur une zone beaucoup plus réduite au niveau de la microstructure après le passage du jet (cf. Figure IV-5).



**Figure IV-5 : Microstructure de la zone étudiée après une analyse EBSD**

Cette zone affectée par l'action du jet s'étend sur une profondeur d'environ 150µm en dessous du cratère (600µm pour l'acier E24), et elle est caractérisée par une réduction de la taille de grains par fragmentation, et une décohésion assez impressionnante du matériau, localisée essentiellement au niveau des joints de grains (au voisinage direct du matériau). Néanmoins, cette perturbation de la microstructure du matériau demeure moins importante que celle observée dans le cas de l'acier E24. On assiste probablement à un stade plus précoce de l'ensemble des phénomènes observés dans le cas de l'acier E24. L'ajustement des paramètres opérationnels du procédé (temps d'exposition, diamètre de la buse,...) pourrait permettre d'accentuer la décohésion et la fragmentation de la microstructure.

Au contraire de l'acier E24, les mesures de microdureté réalisées dans cette zone affectée par l'action du jet n'ont révélé aucun changement significatif de la dureté du matériau (la dureté en absence d'impact par le jet est de 250Hv).

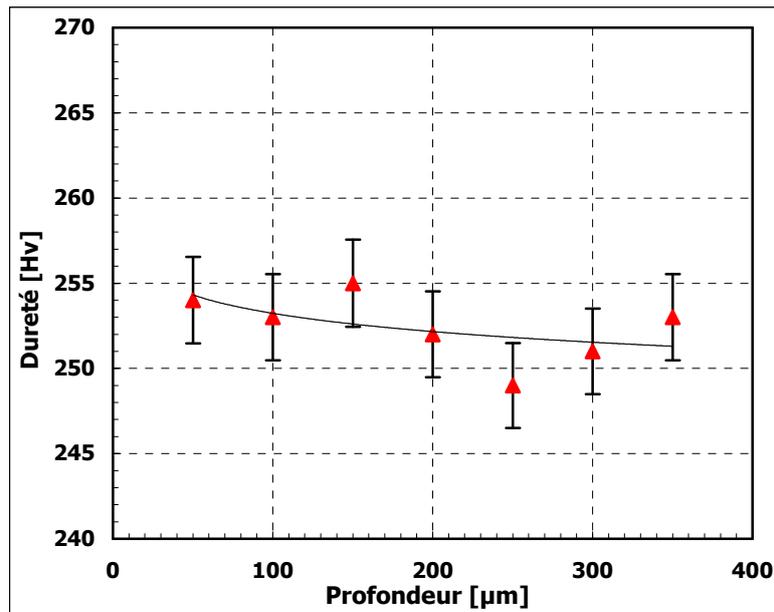


Figure IV-6 : Evolution de la dureté de l'acier inox 316L depuis le fond du cratère ( $x=0\mu\text{m}$ ) vers le cœur du matériau. Charge indenteur=200g, temps de charge automatisé=10 secondes, objectif x 40

### II.1.3 Bilan

Les différentes données fournies par l'analyse EBSD ont montré que l'endommagement de l'acier inox 316L en dessous du cratère est beaucoup moins important que celui observé dans le cas de l'acier E24. Les mesures de la microdureté réalisées ont révélé une augmentation de l'ordre de 25% pour l'acier E24. Par opposition, aucun changement au niveau de la microdureté n'a été repéré dans le cas de l'acier inox 316L. A l'issue de cette analyse, nous avons décidé que l'acier E24 ferait l'objet d'une série de mesures de la concentration des atomes d'azote (dans la zone en dessous du cratère).

## II.2 Diffusion non conventionnelle de l'azote : acier E24

La zone analysée par EBSD a fait l'objet de mesures de la concentration d'azote en profondeur (depuis le fond du cratère vers le cœur du matériau). Ces mesures ont été réalisées au LEM3/ENSAM de Metz, en utilisant un microscopique électronique à balayage JEOL 7001FLV avec un canon à émission de champ (FEG) de type Low Vacuum équipé d'une microsonde OXFORD INCA, et d'un spectromètre EDS de type SDD couplé à un spectromètre WDS Wave 700 (spectrométrie dispersive en longueur d'ondes). Le cristal analyseur LSM-80E a été utilisé pour la détection et la quantification de l'azote avec un courant de sonde très fort.

Avant de procéder aux mesures de la concentration d'azote dans l'acier E24, nous avons établi une courbe d'étalonnage à partir de 3 échantillons étalons (de référence) en acier contenant des fractions massiques d'azote connues et différentes, et servant à étalonner les spectres en concentration d'azote pour un dosage optimal.

A l'instar des résultats de mesure de la dureté présentés dans le paragraphe précédent, nous avons effectué deux séries de mesures de la concentration de l'azote dans cette zone affectée par l'action du jet (où la dureté a augmenté). Comme le montre la Figure IV-7, la première série de mesures a été réalisée sur une zone qui s'étend à environ 200 $\mu\text{m}$  en dessous du cratère formé par le passage du jet (avec un point de mesure tous les 5 $\mu\text{m}$ ). Comme nous pouvons le constater, cette figure (cf. Figure IV-7) fournit une information capitale à la fois sur la présence des atomes d'azote dans la zone étudiée et sur l'étendue de cette région de forte concentration d'azote. au-delà de 100 $\mu\text{m}$ , la concentration semble être stabilisée à sa valeur nominale dans l'acier E24. A l'issue de cette première série de mesures, nous avons décidé d'en mener une deuxième (cf. Figure IV-8) sur une zone plus réduite à 50 $\mu\text{m}$  en dessous du cratère et plus précise (un point de mesure tous les 1 $\mu\text{m}$ ). Ces mesures confirment la forte concentration d'azote. Elles indiquent une concentration de l'ordre de 0,02% en pourcentage massique, ce qui correspond à une concentration équivalente de l'ordre de 0,08% en pourcentage atomique.

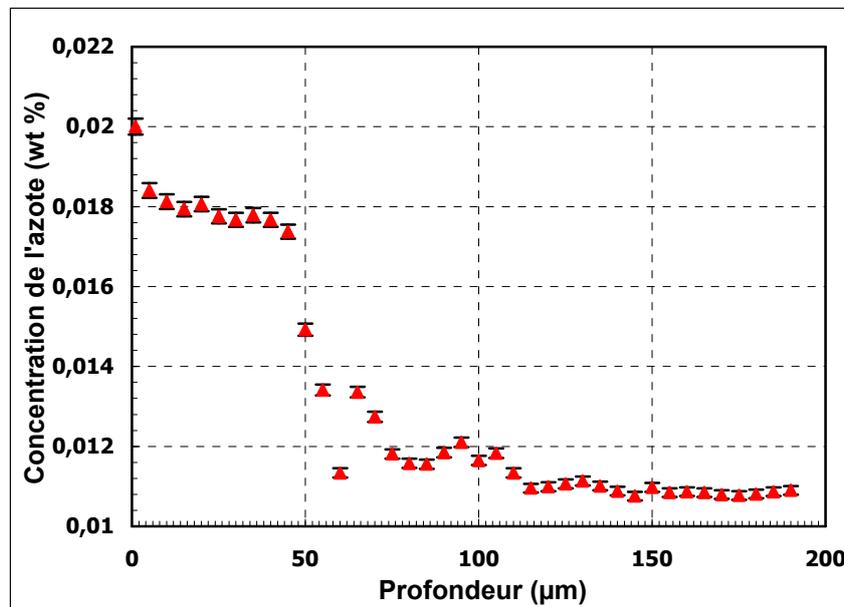


Figure IV-7 : Evolution de la concentration (en pourcentage massique) de l'azote de l'acier E24 sur une profondeur d'environ 200 $\mu\text{m}$  en dessous du fond du cratère ( $x=0\mu\text{m}$ ) après la première série de mesures

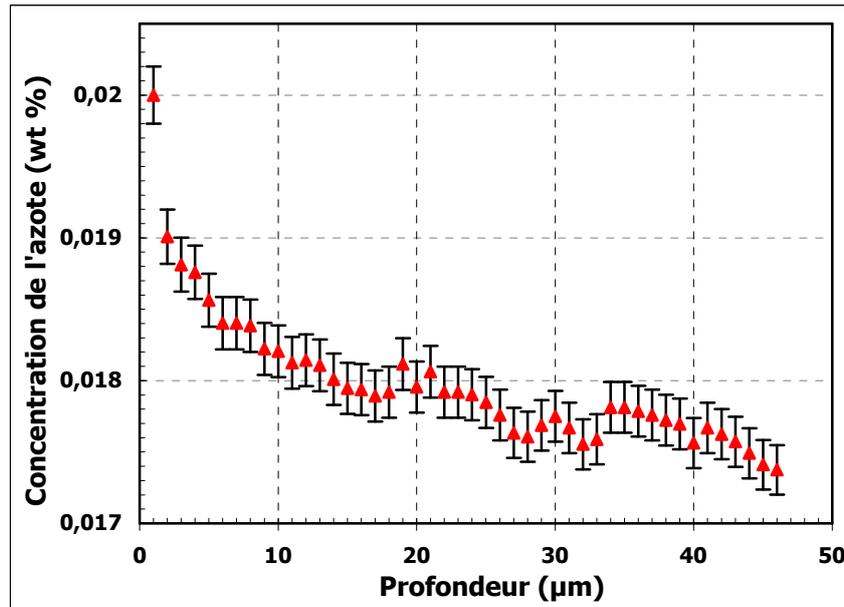


Figure IV-8 : Evolution de la concentration (en pourcentage massique) de l'azote de l'acier E24 sur une profondeur d'environ 50µm en dessous du fond du cratère ( $x=0\mu\text{m}$ ) après la seconde série de mesures

Malgré un temps d'exposition assez court (environ 10 secondes), cette concentration est à peine inférieure à celle obtenue par Murakami et al. [29] lors de leur travaux sur la nituration par plasma de la surface d'un échantillon en fer pur (de grains alpha) de structure CC (cf. Figure IV-9). Ces auteurs ont eu recours à une aluminisation<sup>9</sup> simultanée de l'échantillon afin de créer une interface  $\alpha(\text{FeAl})$  qui a plus d'affinité avec l'azote. L'échantillon a été ensuite placé sous une atmosphère protectrice ( $\text{N}_2 / \text{H}_2 / \text{Ar}$ ) à une température de 500°C pendant 4 heures [29].

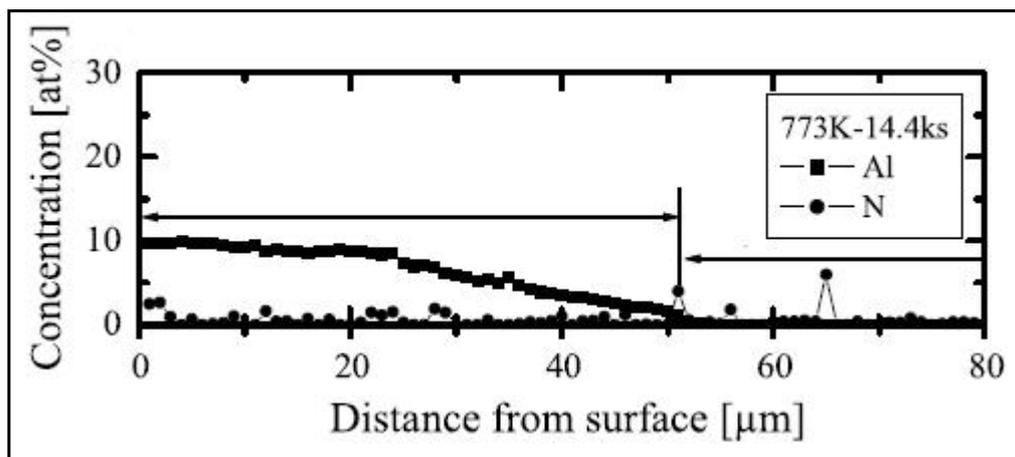


Figure IV-9 : Profils de concentration de l'aluminium (Al) et de l'azote (N) [29]

<sup>9</sup> Traitement thermochimique conduisant à la formation d'un produit intermétallique de type  $\alpha(\text{FeAl})$ . Ce dernier va réagir avec l'azote pour former un nitrure d'aluminium ( $\text{AlN}$ ).

Par ailleurs, la profondeur de pénétration de l'azote est beaucoup plus importante dans le cas d'un traitement par jet d'azote que celui atteint dans le cas de la nitruration par plasma. Ceci est probablement dû au mode de transport des atomes d'azote dans le matériau. Dans le procédé de nitruration par plasma, la diffusion conventionnelle conditionnée par les conditions thermodynamiques est le mode essentiel de transport des atomes d'azote. Lorsque la limite de solubilité de l'azote dans la matrice ferritique est atteinte, il y a formation de précipités majoritairement au niveau des joints de grains.

En revanche, dans le cas du jet d'azote où la température du matériau chute considérablement, les conditions thermodynamiques ne sont pas favorables à une diffusion classique des atomes d'azote. De plus, comme le suggère la Figure IV-10, la solubilité maximale des atomes d'azote dans le fer de structure cristalline CC est de l'ordre de 0,1% (en pourcentage massique) à 592°C, de 0,003% à 200°C et elle devient presque nulle à température ambiante. A ce niveau de température (-110°C) atteint, l'insertion des atomes d'azote dans le matériau est assurée dans un premier temps par l'adsorption dissociative [31] : les liaisons internes des molécules N<sub>2</sub> fortement liées à la surface du solide sont affaiblies, et l'énergie d'activation nécessaire à leur rupture est nettement diminuée. A la limite, une molécule peut être entièrement dissociée sur la surface pour libérer finalement de l'azote atomique.

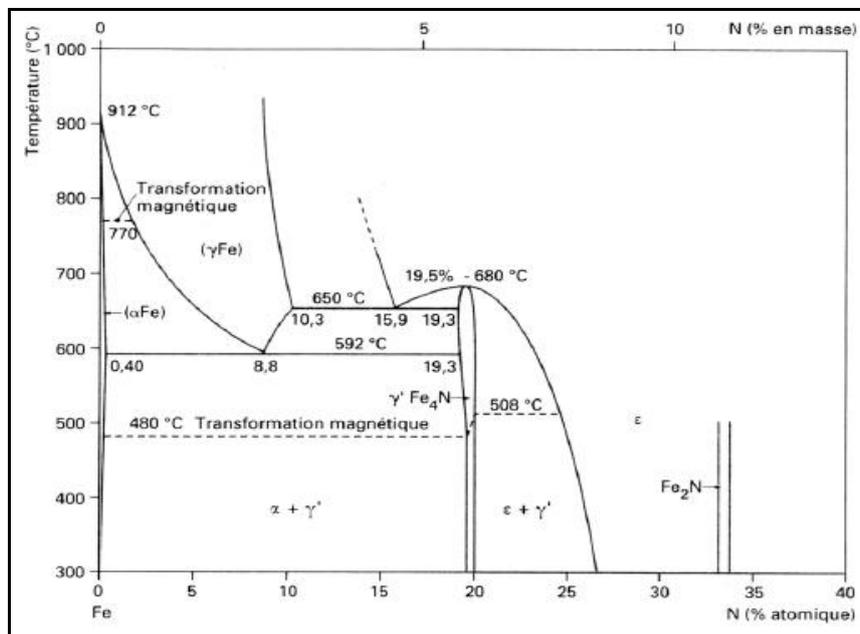
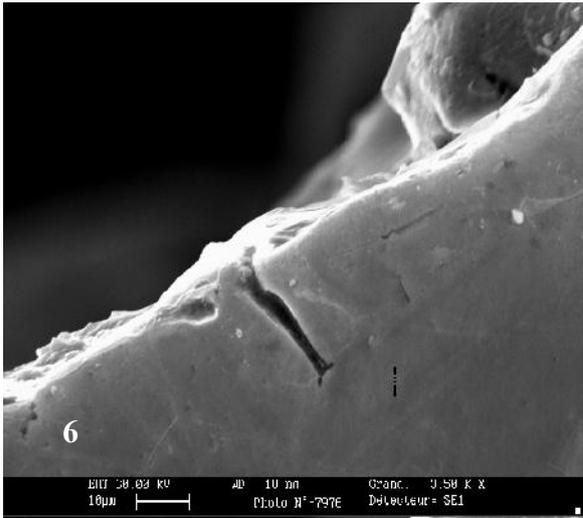
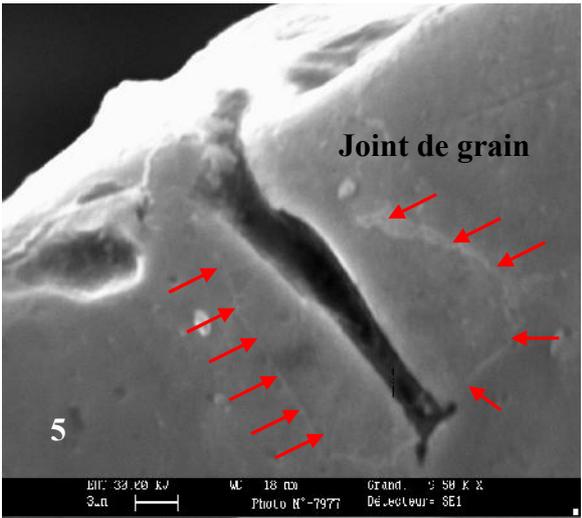
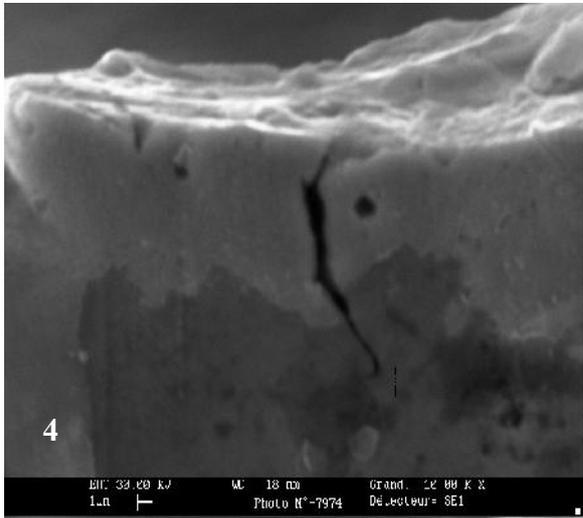
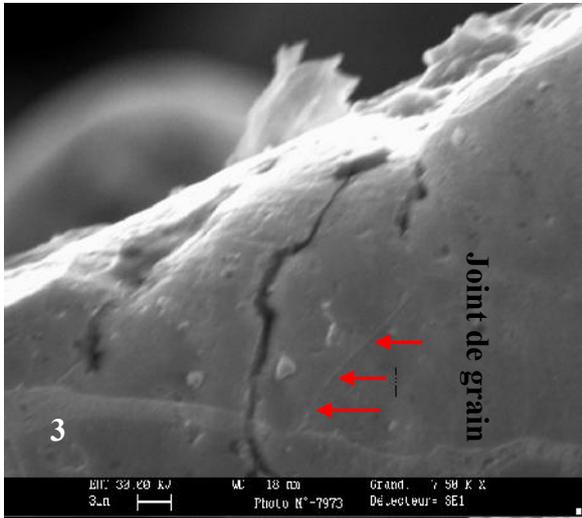
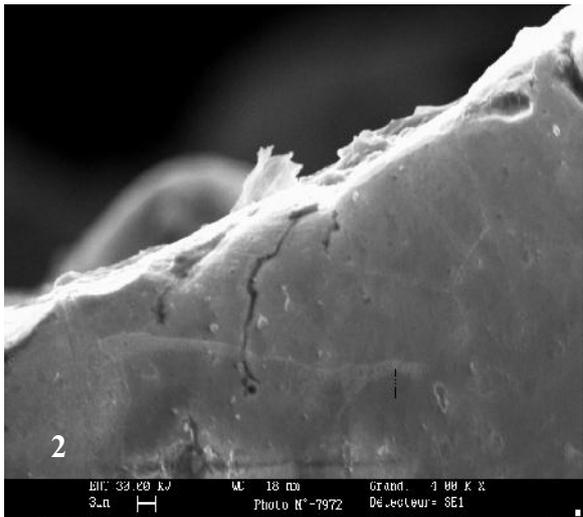
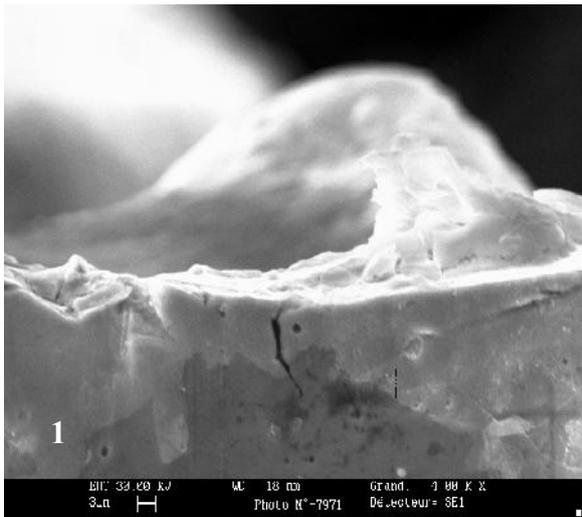
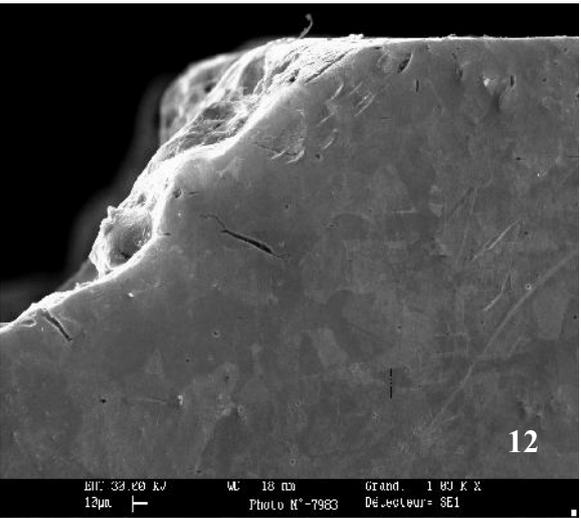
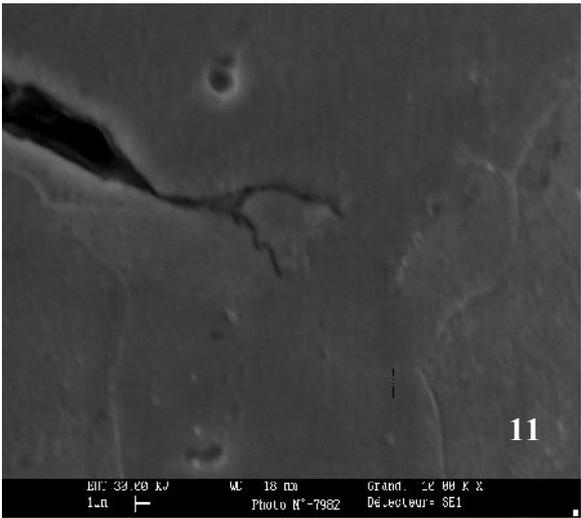
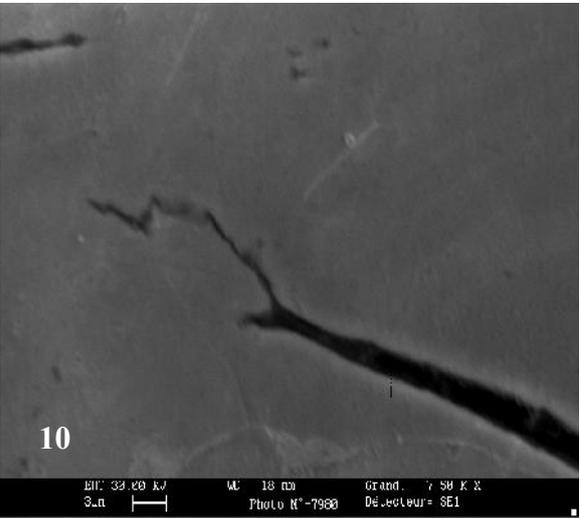
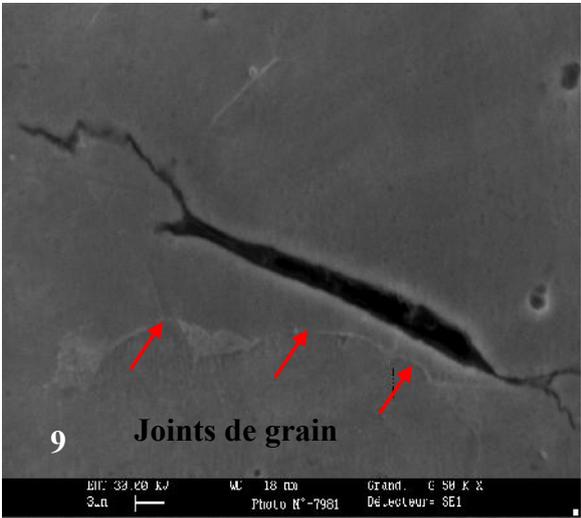
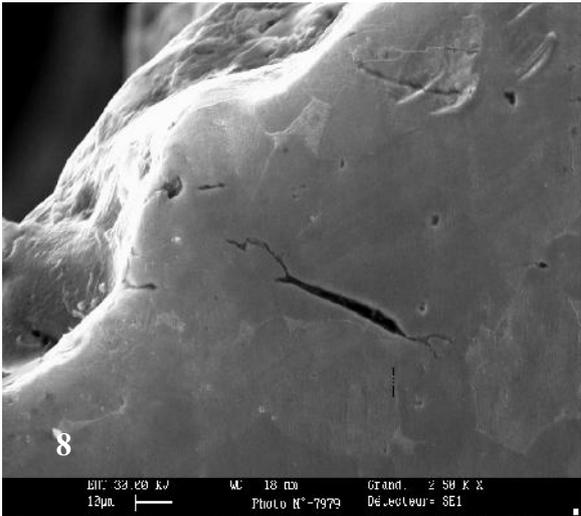
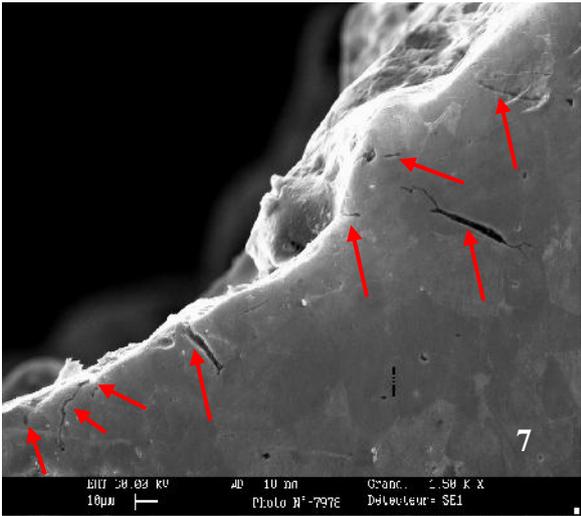


Figure IV-10 : Diagramme d'équilibre fer-azote [30]

La fragmentation des grains observée dans la zone affectée par l'action du jet (en dessous du cratère), est assurée en grande partie (comme le montrent les différentes photographies de la Figure IV-11) par la fissuration du matériau depuis sa surface vers son cœur. Cette

fragmentation suggère que le transport des atomes d'azote sous la pression d'écoulement du jet a eu lieu à travers le réseau de fissures qui en résulte (cf. Figure IV-11 (7)). Ces fissures, qui ont été mal indexées dans les différentes analyses par EBSD, jouent le rôle de conduites d'acheminement de l'azote depuis la surface du matériau vers les différentes profondeurs. L'insertion des atomes d'azote dans le matériau se produit suivant le mécanisme cité dans cf. III.2 du chapitre précédent. Nous notons que l'insertion des atomes d'azote dans le réseau peut permettre d'expliquer la nature compressive des contraintes résiduelles mesurées au niveau de la surface du matériau dans le cf. III.2.1.1/c du chapitre II.





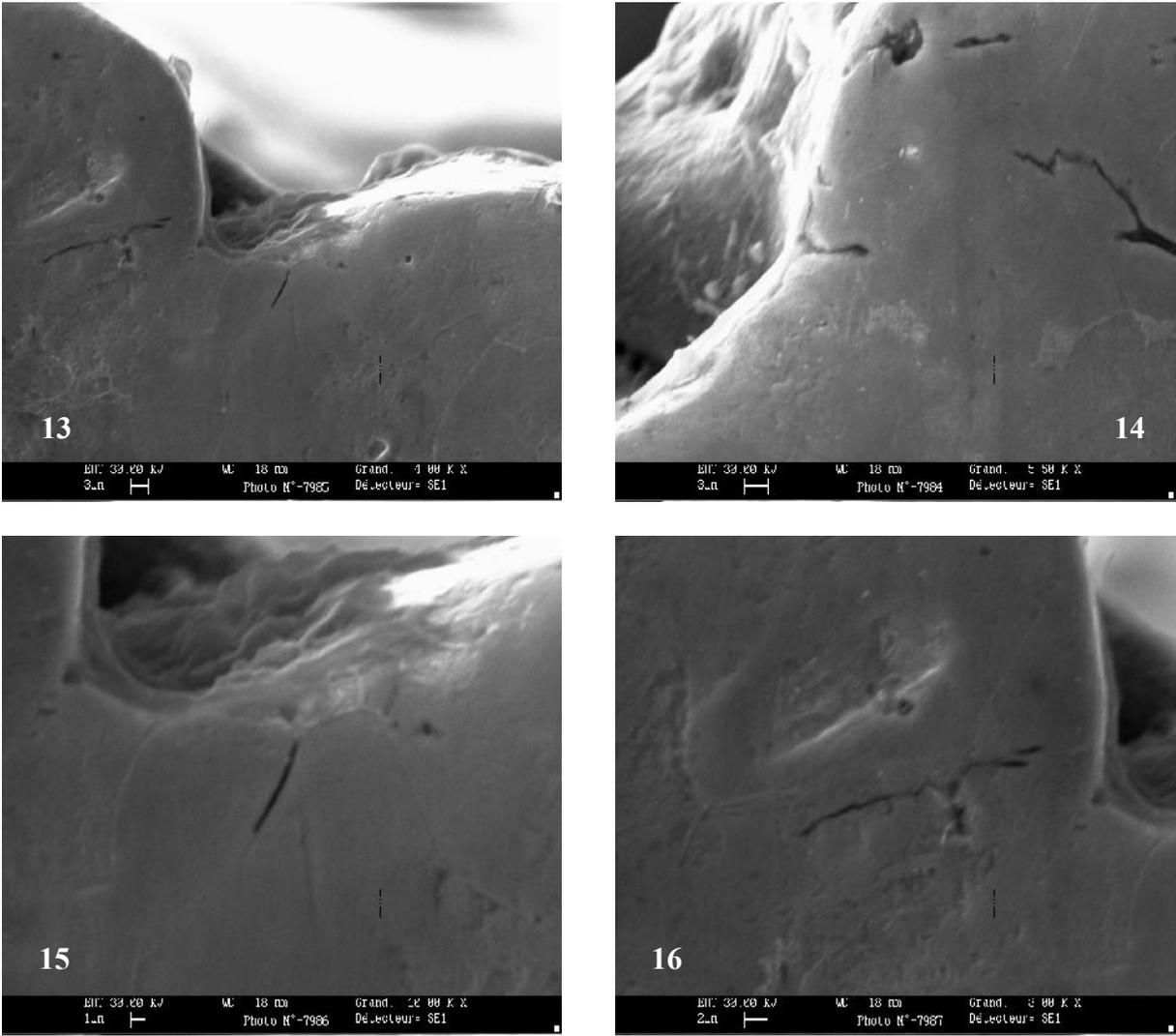


Figure IV-11 : Observations MEB de la zone affectée par le jet (en dessous du cratère) après une attaque chimique Nital 5%

### III. CONCLUSION

Les analyses réalisées par diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD sur l'acier E24 et l'acier inox 316L, ont révélé la présence d'une zone affectée par l'action du jet située en dessous du cratère formé. Néanmoins, le niveau et la qualité de l'endommagement atteint sont différents dans les deux échantillons, ce qui suggère que les paramètres opérationnels doivent être adaptés pour assurer un traitement identique des deux matériaux.

Dans le cas de l'acier E 24, nous avons assisté à la décohésion et la fragmentation de la matière au voisinage direct du fond du cratère, dans une zone qui s'étend sur une profondeur d'environ 600 $\mu\text{m}$  où la taille des grains est réduite. Par opposition, dans le cas de l'acier inox 316L, la zone affectée par l'action du jet est beaucoup plus réduite, et elle s'étend sur une profondeur d'environ 150 $\mu\text{m}$ . Dans cette zone, nous avons observé une décohésion localisée au niveau des joints de grains dans la zone située au voisinage direct du fond du cratère. Une réduction de la taille des grains par fragmentation a été également identifiée.

Des mesures de la microdureté ont été également réalisées dans la zone (affectée par l'action du jet) en dessous du cratère formé dans ces deux échantillons. Une augmentation significative de la dureté d'environ 25% a été observée dans le cas de l'acier E24. En revanche, aucun changement n'a été repéré au niveau de la dureté de l'acier inox 316L.

Des mesures de la concentration des atomes d'azote ont été également réalisées dans la zone de l'acier E24 située en dessous du cratère. Elles ont révélé la présence d'une forte concentration atomique de l'azote au voisinage du fond du cratère. Ce mode de transport des atomes d'azote vers la profondeur n'est pas assuré par la diffusion conventionnelle (classique). Il est rendu possible par l'adsorption dissociative de l'azote moléculaire, qui a lieu sans difficulté aux basses températures. Il est en grande partie dû à un phénomène de piégeage des atomes d'azote, favorisé par la présence d'un réseau de fissuration important dans le matériau suite à sa fragilisation.

---

## CONCLUSION GÉNÉRALE

---

Le présent travail de thèse aborde un procédé original de traitement des surfaces métalliques par projection d'un jet d'azote sous haute pression et à basse température. Il répond à un véritable besoin de connaissances pour la maîtrise et le développement d'une technologie naissante. Il envisage l'utilisation d'un jet d'azote comme un outil de nettoyage, de décapage et de traitement des surfaces. Il fait partie du projet JAZOLTHOP (Jet d'Azote sous Très Haute Pression et à basse Température) où chaque partenaire scientifique et industriel apporte une contribution originale afin de lever le voile sur un ensemble de phénomènes complexes et corrélés, encore inexplorés au commencement de ce projet. Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'interaction du jet d'azote avec différentes surfaces impactées, en particulier des surfaces métalliques, et nous avons présenté les mécanismes d'action du jet sur le matériau. Ce travail aborde pour la première fois les aspects thermomécaniques du procédé, ainsi que le comportement du matériau impacté dans un environnement original.

Etant donnée l'absence dans la littérature de travaux réalisés dans ce sens, nous avons jugé utile de consacrer la première partie de ce manuscrit à la présentation du procédé et aux différentes caractéristiques thermo-physiques du jet d'azote, en nous appuyant sur des travaux de simulation numérique réalisés par nos partenaires (vitesse du jet, pression statique et température dans l'axe du jet) [4] et des mesures expérimentales que nous avons effectuées (température à l'impact, force à l'impact). Cela nous a permis de déterminer d'une part l'évolution des caractéristiques du jet en fonction de certains paramètres tels que la distance de tir et le temps d'exposition et d'autre part, d'avoir plus de renseignements quant à la nature de la ou

des phase(s) en présence dans le jet (à partir des mesures de force à l'impact). Ces mesures ont montré l'inhomogénéité du jet en fonction de la distance de tir.

Nous avons ensuite abordé les mécanismes d'interaction entre le jet et les surfaces impactées par une étude préliminaire et exploratoire réalisée sur différents types de matériaux test (PVC, PMMA et grès). La comparaison de la morphologie des impacts réalisés dans cette étude préliminaire à ceux induits par le jet d'eau pure [8] et [9]), a mis en évidence des différences importantes entre ces deux procédés. En effet, le mode d'action du jet d'azote est complètement différent de celui du jet d'eau pure. Par ailleurs, durant cette étude préliminaire, chaque matériau testé a révélé la présence de formes d'endommagement extrêmement variées, telles que l'érosion, la rupture par cisaillement ou par traction. Ces premiers essais nous ont permis d'identifier certaines caractéristiques du mode d'action du jet : effet de souffle, contraintes de cisaillement et contraintes de traction.

A l'issue de cette première analyse, nous avons mené une étude plus détaillée sur les surfaces métalliques en fonction de certains paramètres opératoires (distance de tir et temps d'exposition). Dans ce cadre, le choix a été porté sur deux catégories de matériaux : matériaux à haute et à faible contrainte d'écoulement. L'étude des matériaux impactés au travers d'observations post mortem au microscope à balayage, a confirmé la présence d'une multitude de formes d'endommagement selon le temps d'exposition et la distance de tir. Suivant le matériau testé et le type de l'essai (l'essai «statique», où le jet d'azote est immobile par rapport à la surface impactée ou l'essai «dynamique», où le jet d'azote se déplaçant à vitesse d'avance constante parallèlement à la surface impactée)), nous avons identifié : la rupture fragile par clivage, la rupture ductile, l'écaillage, le faïençage et la microfissuration (micro-impacts). L'écrasement et le repoussement de la matière, la formation de tunnels, et la croissance des cavités sont définis comme des endommagements secondaires, dus respectivement à l'effet de souffle lors de l'évacuation latérale du jet et à l'augmentation de la pression hydrostatique du jet au contact du matériau. Par ailleurs, des mesures de micro-dureté réalisées sur les aciers bas carbone E24 et inox 316L au voisinage de l'endommagement principal induit par le passage du jet, ont montré l'augmentation de la dureté de ces matériaux dans les zones situées au voisinage direct du passage du jet.

Les essais expérimentaux réalisés sur les quatre matériaux testés ont permis de mettre en évidence l'évolution de la performance du jet en fonction de la distance de tir (matériaux à haute et à faible contrainte d'écoulement) et en fonction du temps d'exposition (uniquement pour les matériaux à faible contrainte d'écoulement). De plus dans le cas des matériaux à hau-

te contrainte d'écoulement, les résultats obtenus montrent qu'il existe une distance de tir optimale à partir de laquelle la profondeur et la largeur de la saignée sont maximales. Ces essais expérimentaux ont révélé également que l'efficacité du jet lors de l'impact est concentrée au voisinage de son axe de symétrie (zone de concentration de la phase dense).

Des estimations des ordres de grandeur des contraintes ont été fournies pour chaque mécanisme d'endommagement afin de montrer qu'elles sont suffisantes pour initier la rupture dans un matériau fragilisé par le choc thermique. L'étude de l'ensemble des mécanismes a confirmé, d'une part, la superposition de plusieurs modes de rupture dans le même test, et d'autre part, que le choc thermomécanique est à l'origine de l'ensemble de ces phénomènes. Le mécanisme d'endommagement principal est la décohésion du matériau due aux contraintes thermo-élastiques de traction engendrées par le choc thermique.

Afin d'examiner l'étendue de l'action du jet en profondeur, une analyse EBSD a été réalisée en dessous du cratère formé sur une éprouvette en acier E24 découpée transversalement. Cette analyse a révélé la décohésion et la fragmentation de la matière au voisinage direct du fond du cratère, dans une zone affectée par l'action du jet d'azote qui s'étend sur une profondeur d'environ 600 $\mu$ m, et où la taille des grains est réduite. Des mesures de la microdureté ont été également réalisées dans cette zone. Elles ont révélé une augmentation significative de la dureté d'environ 25%. Des mesures de la concentration des atomes d'azote ont été également réalisées dans cette zone. Elles ont révélé la présence d'une forte concentration atomique de l'azote au voisinage du fond du cratère. Le transport des atomes d'azote vers la profondeur est rendu possible par l'adsorption dissociative de l'azote moléculaire [31], qui a lieu sans difficulté dans le fer aux basses températures. Outre le fait d'avoir lieu jusqu'à grande profondeur, ce transport est ultra-rapide, car il a lieu pendant le passage du jet dans un intervalle de temps inférieur à une minute. Aux basses températures qui règnent dans le matériau, il ne peut pas être dû à la diffusion. Nous pensons qu'il est en grande partie dû à un phénomène de piégeage des atomes d'azote, favorisé par la fragilisation du matériau et la présence d'un réseau de fissuration important. Ce phénomène ouvre un potentiel supplémentaire à l'utilisation de cette technologie, ainsi qu'une nouvelle voie d'exploitation au niveau du traitement de surfaces, en termes de propriétés mécaniques (durcissement).

Enfin il est clair que, malgré notre travail exploratoire, il reste beaucoup à faire pour assurer la maîtrise et le développement de ce procédé. Parmi les points à développer nous proposons :

- des mesures de débit massique à différentes pressions de consigne, afin de déterminer l'évolution de la vitesse d'écoulement du jet,
- des mesures de champs de température dans le jet et à l'impact à l'aide d'une caméra thermique convenablement calibrée,
- une étude d'impact sur des matériaux métalliques préchauffés à différentes températures (quantification du choc thermique), ce qui permettra de mieux apprécier le mécanisme de l'augmentation de la pression hydrostatique,
- une étude de l'insertion de l'azote sur des matériaux de structures cristalline CFC (tels que l'acier 316L où la solubilité de l'azote est beaucoup plus importante que les matériaux CC) en modulant les paramètres opérationnels (pression de consigne, temps d'exposition, diamètre de la buse, distance de tir).

Pour conduire à la mise au point effective d'un procédé de durcissement de surface, l'étude devra comprendre à la fois une variation systématique des différents paramètres opérationnels, et l'utilisation d'une grande variété de matériaux différents.

## IV. Bibliographie

- [1] A. Cornier, «Développement d'un Module d'Enlèvement de Matière par Granulation utilisant le Jet d'Eau Haute Pression : Application au Démantèlement de Pneumatique», Thèse de Doctorat soutenue le 04/06/2004 à l'ENSAM, Paris.
  
- [2] R. Span, E W Lemmon, R T Jacobsen, W Wagner, A Yokozeki, «A reference Equation of State for the Thermodynamic Properties of Nitrogen for Temperatures from 63.151 to 1000K and Pressures to 2200MPa», Journal of Physics. Chem. Ref. Data, Vol. 29 (2000), No 6.
  
- [3] T. Mabrouki, «Exploration Expérimentale et Modélisation Numérique des Impacts Fluidiques : Contribution à l'Etude du Décapage par Jet d'Eau Pure HP», Thèse de Doctorat soutenue le 6 Juin 2000 à l'ENSAM, Paris.
  
- [4] P. Dubs, «Etude d'un jet d'azote supercritique utilisé dans un prototype industriel de traitement de surface à faible impact environnemental», Thèse de doctorat soutenue le 05/11/2010 au LEMTA UMR CNRS 7563, université de Nancy.
  
- [5] M. D. Ducos, F. Richard, O. Matile, R. Warnecke, H. Hume, T. Debionne, «New LN2 Cryogenic Process to Strip Parts Thermal Spray Coated», International Thermal Spray Conference & Exposition 2008: Thermal Spray Crossing Borders (DVS-ASM), pp. 695-700.
  
- [6] S. Lafaye «Propriétés Mécaniques de Friction et de Déformation des Surfaces de Polymères Solides», Thèse de doctorat soutenue le 28/11/2002 à l'université Louis Pasteur Strasbourg1.
  
- [7] J.M Hutchinson, «Relaxation processes and physical aging. In : The physics of glassy polymers» (2d edition), London : Applied Science Publishers Ltd, (1997), Chapman & Hall.
  
- [8] J.E. Field, J-J. Camus, D.A. Gorham, D.G. Rickerby, «Impact Produced by Large Water Drops», 4<sup>th</sup> International Conference Rain Erosion Association Phenomena, RAE Farnborough, pp. 395-420.

- [9] J. Foldyna, L. Sitek, B. Svehla, S. Svehla, «Utilization of Ultrasound to Enhance High-Speed Water Jet Effects», 4th Conference on the Applications of Power Ultrasound in Physical and Chemical Processing, vol. 11 (2004). pp. 131-137.
- [10] Jean P. Mercier, G. Zambelli, W. Kurz, «Introduction à la Science des Matériaux», 3<sup>ème</sup> édition.
- [11] F.P. Bowden, J.E. Field, «The Brittle Fracture of Solids by Liquid Impact, by Solid Impact and by Shock», Proc. Roy. Soc. Lond. Ser. A 282, pp : 331-352.
- [12] R. Pesci, «Etude micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement et de l'endommagement de l'acier de cuve 13MND5 à basses températures», Thèse de doctorat soutenue le 10/06/2004 à l'ENSAM de Metz.
- [13] Z. Hashin, «The inelastic inclusion problem», International Journal of Engineering Science 7, pp : 11-36.
- [14] J.D. Eshelby, «The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems», Proceedings of the Royal Society of London A 241, (1957), pp : 376-396.
- [15] V. Taupin, S. Berbenni, C. Fressengeas, O. Bouaziz, «On particle size effects: An internal length mean field approach using field dislocation mechanics», Acta Materialia, vol. 58 (2010). pp : 5532-5544
- [16] S. Berbenni, M. Cherkaoui, «Homogenization of multicoated inclusion-reinforced linear elastic composites with eigenstrains: Application to thermoelastic behaviour», Philosophical Magazine, vol. 90 (2010). pp : 3003-3026.
- [17] F. Medjedoub, «Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium», Thèse de Doctorat soutenue le 10/05/2004 à l'école des mines d'Albi.
- [18] L. Signor, «Contribution à la caractérisation et à la modélisation du micro-écaillage de l'étain fondu sous choc», Thèse de doctorat soutenu le 03/07/2008 à l'université de Poitier.

- [19] A. Suffis, «Développement d'un modèle d'endommagement à taux de croissance contrôlé pour la simulation robuste de rupture sous impact», Thèse de Doctorat soutenue le 21/06/2004 à l'INSA de Lyon.
- [20] T. Antoune, L. Seaman, D.R. Curran, G.I. Kanel, S.V. Razorenov, A.V. Utkin, «Spall Fracture», Springer 2002.
- [21] P. Chevrier, «Mécanique et mésomécanique de l'écaillage : essais expérimentaux et critères de rupture», Thèse de Doctorat soutenue le 23/10/1998 à l'université de Metz.
- [22] X. Chimentin, « Localisation et quantification des sources vibratoires dans le cadre d'une maintenance préventive conditionnelle en vue de fiabiliser le diagnostic et le suivi de l'endommagement des composants mécaniques tournants application aux roulements à billes», Thèse de Doctorat soutenue le 25/10/2007 à l'université de Reims Champagne Ardenne.
- [23] D. V. Singh, «Thermal Stress in a Semi-Infinite Medium due to Constant Heat Flux at the Surface », Arch. Budowy Masz., vol. 14 (1967), pp. 65-72.
- [24] C. Fressengeas, A. Molinari, «Transient stress induced by thermal shock, J. of Thermal Stresses», vol. 3 (1980). pp. 379 – 390.
- [25] I. M. Robertson, T. Tabata, W. Wei, «Hydrogen embrittlement and grain boundary fracture», Scripta metallurgica, vol. 18 1(984). pp. 841-846.
- [26] V. Smanio-Renaud, «Etude des mécanismes de Fragilisation par l'Hydrogène des aciers non alliés en milieu H<sub>2</sub>S humide : contribution de l'émission acoustique», Thèse de Doctorat soutenue le 11/12/2008 à l'INSA de Lyon.
- [27] H. Wise, B.J. Wood, «Reactive collisions between gas and surface atoms», Advances in atomic and molecular physics, vol. 3 (1967). pp : 291-353.
- [28] J. Beyerlein, L. Tóth, «Texture evolution in equal-channel angular extrusion», Progress in Materials Science, vol. 54 (2009). pp : 427–510.
- [29] K. Murakami, N. Nishida, K. Osamura, Y. Tomota, T. Suzuki, «Plasma nitridation of aluminized high purity iron», Acta Materialia vol. 53 (2005). pp : 2563-2579.

- [30] D; Ghiglione, C. Leroux, C. Tournier, «Pratiques des traitements thermochimiques – Nitruration, nitrocarburation et dérivées», Techniques de l'ingénieur, vol. MD, M1222 (1996). pp : 1-44.
- [31] G. Ertl, S.B. Lee and M. Weiss, «Kinetics of nitrogen adsorption on Fe(111)», Surface Science 114, 512-526, 1982.

## **Mécanismes d'endommagement et de traitement des surfaces métalliques par un jet d'azote à basse température**

Un jet d'azote à basse température et généré à haute pression est utilisé pour le décapage et le traitement de surfaces. Ce procédé est en cours de développement. Il se présente comme une écotecnologie au regard des procédés de décapage conventionnels. L'interaction jet/matière impactée dépend de nombreux paramètres : paramètres liés à la formation et à la nature physique du jet d'une part, paramètres mécaniques et thermiques de la cible d'autre part. Ces différents éléments se composent pour produire une grande variété de modes d'endommagement (rupture par clivage, fissuration, écaillage, fragmentation des grains, expansion de cavités, déformation plastique et rupture ductile). Pour comprendre les mécanismes physiques responsables de ces diverses formes d'endommagement, une étude expérimentale sur quatre matériaux métalliques est présentée. Cette étude a montré que le choc thermo-mécanique et l'effet de souffle dus à l'impact du jet peuvent expliquer la superposition de plusieurs modes d'endommagement dans le même test. Le mécanisme d'endommagement principal est la décohesion du matériau due aux contraintes thermo-élastiques de traction engendrées par le choc thermique. La fragmentation des grains et le transport ultrarapide de l'azote dans une couche profonde sous la surface impactée et leurs relations avec le durcissement de la couche superficielle sont explorés dans le cas de l'acier E24. Les résultats suggèrent qu'un tel traitement de surface pourrait être efficace pour le durcissement du matériau.

**Mots clés :** jet d'azote à basse température, choc thermique, endommagement, traitement de surface, durcissement.

---

## **Damage and treatment mechanisms of metal surface by nitrogen jet impact at low temperature**

Nitrogen jets have been used recently for matter removal as well as surface treatment. The process consists in projecting onto a surface a low temperature jet obtained from releasing the liquid nitrogen stored in a high pressure tank through a nozzle. This work is aimed at understanding the highly complex jet/material surface interaction mechanisms. Depending on the impacted material, the thermo-mechanical shock and blast effect induced by the jet can activate a wide range of damage mechanisms, including cleavage, crack nucleation and spalling, as well as plastic deformation, void expansion and localized ductile failure. The test parameters (standoff distance, dwell time, operating pressure) play a role in selecting the dominant damage mechanism, but combinations of these various modes are usually present. The main damage mechanism is the decohesion of the material due to thermo-elastic stress generated by the thermal shock. The fragmentation of grains and high-speed transport of nitrogen in a deep layer below the impacted surface and their relationship with the hardening of a surface layer are explored in the case of the steel E24. The results suggest that such surface treatment may be effective for the hardening of the material surface.

**Keywords :** nitrogen jet at low temperature, thermal choc, damage, surface treatment, hardening.