Approche multi-physique des relations Procédés Jets fluides - Propriétés Matériaux. De l'étude des phénomènes à la valorisation et au transfert au monde socioéconomique.

Abdel Tazibt

▶ **To cite this version:**

Abdel Tazibt. Approche multi-physique des relations Procédés Jets fluides - Propriétés Matériaux. De l'étude des phénomènes à la valorisation et au transfert au monde socioéconomique.. Physique [physics]. Université de Lorraine; École doctorale C2MP - Chimie mécanique matériaux physique (Lorraine), 2020. tel-03206345

HAL Id: tel-03206345
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03206345

Submitted on 23 Apr 2021

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

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

Ecole doctorale C2MP

MEMOIRE D'HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Présentée par

TAZIBT Abdel (Abou-EL-Foutouh)
CRT TJFU, Institut Carnot ICEEL

Approche multi-physique des relations

Procédés Jets fluides - Propriétés Matériaux.

De l'étude des phénomènes à la valorisation et au transfert au monde socioéconomique

---

Soutenue publiquement le 10 décembre 2020 à Metz devant le jury composé de :

Rapporteurs	JODOIN Bertrand	Professeur, Université d'Ottawa, Ontario, Canada
	RICHARD Caroline	Professeure, Université de Tours
	LAFON Pascal	Professeur, Université de Technologie de Troyes
Examinateurs	GERARDIN Christine	Professeure, Université de Lorraine
	SARDIN Michel	Professeur émérite, Université de Lorraine
	HEIM Frédéric	Professeur, Université de Haute Alsace
	EL-MANSORI Mohamed	Professeur, Arts et Métiers ParisTech, ENSAM AIX
	BOURSON Patrice	Professeur, Université de Lorraine
Invités	MASIELLO Raffaël	Directeur du CRT TJFU, Bar le Duc
	CHEHAIBOU AbdelKrim	Directeur d l'Institut de Soudure, Yutz
	GROSDIDIER Thierry	Professeur, Université de Lorraine
Garant HDR	AILLERIE Michel	Professeur, Université de Lorraine

Sommaire

Cher Lecteur, Rapport de Soutenance

Introduction générale 3

Chapitre 1 : Le dossier personnel 6

1. Etat civil 7
2. Titres et diplômes 7
3. Parcours professionnel 8
4. Réalisations majeures 8
5. Activités d'enseignement et d'administration 10
6. Bilan des activités de recherche 12
   - 6.1 Parcours scientifique 12
   - 6.2 Activités et thèmes de recherche 13
   - 6.3 Axes de recherche, en résumé 14
     - *6.3.1 Contexte et motivation* 14
     - *6.3.2 Axe 1 : Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant* 15
     - *6.3.3 Axe 2 : Etude des interactions multi physiques jets fluides complexes - matériaux* 17
   - 6.4 Encadrement scientifique 21
     - *6.4.1 Encadrement de thèses* 21
     - *6.4.2 Encadrement de post-doctorants* 22
     - *6.4.3 Encadrement de masters recherche* 23
   - 6.5 Participation à des jurys (thèses, masters recherche, ingénieurs) 25
7. Présentation synthétique des activités de valorisation et de transfert 26
   - 7.1 Synthèse des activités de valorisation : projets collaboratifs européens et nationaux 26
   - 7.2 Présentation synthétique des activités de transfert 38
8. Expertise et rayonnement 45
   - 8.1 Expertise technologique aux niveaux international et régional 45
   - 8.2 Membre de Comité de lecture international 45
   - 8.3 Participation à l'organisation de conférences et salons internationaux 45
   - 8.4 Coordinateur des CRTs lorrains auprès du DRRT (CPER 2015/2020) 46
   - 8.5 Rédaction de mémoires de recherche industrielle et partenariale 46
9. Production scientifique 46
   - 9.1 Articles dans des revues internationales avec comités de lecture 46
   - 9.2 Communications dans les congrès, conférences 47
   - 9.3 Communications dans des revues spécialisées et médias de masse, Prix du Poster 48
   - 9.34 Brevets, Enveloppe Soleau 48

Chapitre 2 : Le dossier recherche 49

Introduction aux travaux de recherche 50

Axe I – Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant 51

- I.1 Micro-Jet d'Eau Abrasif à basse pression 51
- I.2 Jet d'Eau Laser de puissance sous haute pression 54
- I.3 Jet d'Azote cryogénique supercritique sous haute pression 62

Axe II – Etude des interactions jets fluides complexes - matériaux 70

- II.1 Interactions jet d'eau laser de puissance - matériaux métalliques 70
- II.2 Interactions jet d'azote supercritique - matériaux métalliques et polymères 76
- II.3 Interactions jet d'azote supercritique - matériaux ligneux poreux 82
- II.4 Interactions jet d'azote supercritique - matériaux à base polymère 86

Conclusions des travaux de recherche 92

Chapitre 3 : Le projet de recherche 94

1. Contexte scientifique, enjeux et objectif 95
2. Programmes de recherche et de transfert, valorisation par les brevets 96

Références bibliographiques 102

Annexes : 3 Publications, 2 Brevets, Lettre du Dir du Carnot ICEEL, 3 Rapports (Rapporteurs) 106

Cher Lecteur,

L'Université de Lorraine rassemble des unités de recherche et de développement technologique très importantes qui lui ont permis de se voir attribuer en 2007 le label CARNOT par le ministère de la recherche.

Cet environnement Carnot, fédérant l'Université de Lorraine, le PRETT (Pôle de Recherche et de Transfert de Technologie), le CNRS d'une part et le caractère novateur, multidisciplinaire et transversal des domaines de recherche adossés aux applicatifs abordés d'autre part, ont été le terreau fertile qui a favorisé ma démarche, inspiré ma motivation et alimenté le contenu de ce mémoire qui présente de fait des résultats interdisciplinaires à différentes échelles des domaines du savoir.

Au-delà des aspects scientifiques, j'ai voulu que ce mémoire soit un témoignage de l'apport de la collaboration entre les équipes académiques et un centre de ressources technologiques. Il est préparé dans le contexte des Instituts Carnot qui inscrivent une part importante de la recherche française à finalité appliquée dans un continuum, de l'amont (recherche) vers l'aval (transfert).

Je vous souhaite d'y trouver autant de plaisir à le parcourir que d'enthousiasme que j'y avais mis à le construire et à l'écrire !

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Direction de la Recherche et de la Valorisation
S/Direction de l'Administration de la Recherche (SDAR)
Contact : Mme Isabelle MARECHAL
drv-hdr@univ-lorraine.fr
03.72.74.04.55 (ou 04.57)

RAPPORT DE SOUTENANCE

Concernant l'HDR en **Mécaniques des Matériaux**

Présenté par **Monsieur TAZIBT Abou-EL-Foutouh (Abdel)**

En date du 10 décembre 2020 à 14h00 à l'Université de Lorraine, Technopôle, Metz, Amphithéâtre de CentraleSupelec **et par visioconférence avec certains membres du jury**

Mr Tazibt a présenté la synthèse de ses travaux de recherche dans le cadre d'une présentation d'une durée de 45 min. L'exposé a été considéré unanimement comme très original et très complémentaire au rapport, ne se limitant pas à la restitution de celui-ci. Les résultats présentés ont mis en évidence la grande capacité du candidat à décrire un phénomène d'expérimentation empirique de manière analytique et théorique. Il a su développer une approche méthodologique très originale et su fournir un travail scientifique très conséquent à la fois théorique et expérimental de très grande qualité dans un environnement industriel concurrentiel. Ses travaux ont abouti à la mise en œuvre de nombreuses collaborations tant au niveau académique qu'au niveau industriel. Au niveau de la forme le jury a particulièrement apprécié le côté très pédagogique de l'exposé et la grande clarté des supports utilisés qui ont mis en évidence la capacité de synthèse du candidat. Par ailleurs Mr Tazibt a su apporter avec enthousiasme et passion des réponses très claires et pertinentes aux questions qui lui ont été posées.

Président du Jury - Nom, Prénom et signature:

Klein Frédéric

Membres du Jury - Nom, Prénom et signature:

Michel Dillenie

Christine Gérardin

Michel SARDIN

Patrick Bourson (p°)

Bertrand Jodoin (p°)

Pascal Lafon (p°)

Caroline Richard

Introduction générale

Ce mémoire résume mon parcours consacré à la recherche et au transfert de technologie dans les domaines des procédés non conventionnels Jets fluides complexes impactant adressant plusieurs problématiques matériaux. Je me suis particulièrement intéressé au développement de méthodes de valorisation de la recherche en partenariat avec des équipes académiques, appliquée à des cas industriels à fort potentiel de transfert. Ainsi, mon approche est multi-physique, elle s'inscrit dans un continuum de la recherche, avec pour objectif de comprendre les relations procédés jets fluides - matériaux, de l'étude des phénomènes à la valorisation et au transfert au monde socioéconomique. Pour illustrer ma démarche, je me suis appuyé sur quelques exemples applicatifs innovants à fort potentiel de transfert. Les thèmes abordés se rapportent à des domaines de recherche pluridisciplinaire et transversale qui a nécessité l'apport de plusieurs équipes, ceci grâce à l'environnement favorable dont j'ai bénéficié au Centre de Recherche Technologique - CRT TJFU (spécialisé en Techniques Jet Fluide et Usinage) mais aussi à l'Université de Loraine au travers notamment de l'Institut Carnot Energie et Environnement en Lorraine - ICEEL.

Ainsi, après un passage dans l'industrie, j'ai rejoint le monde de la recherche à travers les différentes collaborations que j'ai développées avec les équipes académiques notamment celles de l'Université de Lorraine - UL et du Centre National de la Recherche Scientifique - CNRS, mais aussi de l'Université de Haute Alsace. Ce parcours s'est construit progressivement autour d'une stratégie de recherche que j'ai dirigée et animée au CRT CRITT-TJFU, en liaison avec ces différentes équipes universitaires et des industriels. Sur le plan scientifique et technologique, le contexte de mes travaux est original : pour obtenir une propriété donnée du jet fluide (physique, mécanique, optique, hydrodynamique, cinématique, etc.) ou du matériau traité (mécanique, énergie de surface, topologie, chimie, etc.), nous utilisons des installations jets fluides industrielles mais les méthodes de traitements sont souvent méconnues ou non maitrisées. Cette problématique soulève des verrous qui sont relatifs tant à la compréhension des phénomènes induits lors de l'interaction jet - matériau qu'à la formulation du jet complexe impactant.

Le fil conducteur cristallise donc la relation Procédé - Matériau qui met effectivement en exergue le caractère transversal du jet fluide complexe et les problématiques multi-matériaux qu'il adresse. A mon sens, la démarche scientifique la mieux adaptée pour faire ressortir ma contribution a consisté à structurer ce document en deux parties décrivant deux axes de recherche : (i) Développement d'outils jets fluides complexes impactant, (ii) Interactions Jets Fluides - Matériaux. L'articulation conçue autour de l'interaction jet – matériau a pour objectif de montrer les apports des outils jets fluides et des méthodes de recherche développées lorsque l'on adresse plusieurs problématiques matériaux. Ce choix est motivé par l'intérêt des approches théoriques et appliquées multidisciplinaires adoptées ainsi que les justifications scientifiques proposées pour appréhender les mécanismes du transfert technologique.

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres décrivant, de façon synthétique, mon parcours personnel suivi du dossier recherche et mon projet. Dans le premier chapitre, je présente mon dossier personnel en mettant en avant mes travaux les plus aboutis en matière de valorisation de la recherche académique et de transfert. Ceux-ci sont précédés d'une section consacrée à mes activités d'administration, d'encadrement de chercheurs et d'enseignement mais à une moindre mesure. J'ai conclue avec une proposition pédagogique innovante motivée par la particularité du domaine scientifique et technologique abordé. Le deuxième chapitre résume mon dossier de recherche en deux parties interdépendantes :

- Dans la première partie, j'ai présenté des méthodes d'étude de milieux fluides complexes impactant en identifiant les variables et les grandeurs multi-physiques caractéristiques par

type de jet : micro jet d'eau abrasif à basse pression, jet d'eau sous pression guidant un laser de puissance, un jet d'azote cryogénique supercritique. Les modélisations issues de ces approches ont conduit au développement de quelques concepts d'outils jets fluides inédits que nous avons ensuite déclinés en prototypes utilisés dans des projets applicatifs et de transferts.

– La deuxième partie aborde quelques approches traitant des interactions des jets avec les matériaux notamment en termes de modifications superficielles (microstructure, mécanique, chimie et physique) susceptibles d'être activées sous la sollicitation d'un jet donné, développé dans la première partie. Pour cela, nous avons illustré notre démarche à travers quelques exemples d'études de cas à fort potentiel de transfert, à savoir : le jet d'eau laser pour traiter les alliages d'acier et de titane (découpe, anticorrosion, microstructure), le jet d'azote supercritique pour modifier les substrats métalliques (microstructure, ablation), décaper un revêtement multi-matériaux, conférer aux matériaux ligneux (bois) des propriétés physiques et chimiques antibactériennes, texturer un polymère biocompatible pour le rendre peu propice à la fixation de cellules biologiques en vue de la fonctionnalisation de prothèses valvulaires.

Ce chapitre se termine par la présentation de mon projet de recherche qui comprend deux volets. Le premier volet est consacré à la poursuite des travaux actuels abordés dans les deux axes qui seront enrichis par un nouveau thème de traitement dont la faisabilité de la recherche a été apportée dans le cadre d'un récent stage de master recherche (thème confidentiel faisant actuellement l'objet d'une demande de brevet). Le second volet portera sur un troisième axe s'inscrivant dans la même logique que les axes précédents mais apportant une autre approche de l'interaction jet - matériau. Il traitera de l'étude et développement de surfaces par dépôt de couches successives de matière par projection dynamique à froid dite Cold Spray mais couplée à un jet d'azote supercritique. Ce nouvel axe adressera les nouvelles problématiques matériaux relatives à (i) la métallisation des polymères et composites pour la conduction électrique (protection antifoudre en aéronautique, blindage électromagnétique), la tenue anticorrosion en milieux agressifs (haute température, acide, pression), la fabrication additive de pièces de grandes dimensions.

Les méthodes de valorisation que nous avons développées sont originales, elles étendent les champs de la connaissance dans les domaines des matériaux et des fluides complexes impactant. Mes travaux ont été entrepris dans un continuum de recherche et de transfert, favorisé par les Instituts Carnot qui sont mis en place par le ministère depuis 2005. Ainsi, j'ai choisi d'aborder des thèmes applicatifs qui sont à fort potentiel de transfert en y apportant une meilleure compréhension des mécanismes de modification des matériaux traités ainsi qu'une maitrise des phénomènes fluidiques complexes pouvant, pour certains cas d'étude, conduire à des concepts innovants d'outils. Pour ce faire, j'ai pris, en guise de point d'entrée, la levée de verrous scientifiques par un réexamen des connaissances fondamentales dans le cadre de thèses et de stages de masters recherche. Et pour illustrer ma démarche, j'ai prolongé le raisonnement en présentant, en arrière-plan, quelques résultats précis à l'échelle d'une thèse comme par exemple « *état supercritique* », « indice de réfraction », « densité », « *topographie* », « stress thermique », « *chimie de surface* ».

Enfin, à travers ce mémoire, j'ai tenté de montrer ma démarche mêlant stratégie, direction et encadrement de la recherche technologique au CRT CRITT-TJFU mais aussi animation des chercheurs en les amenant d'un point de départ « A » à un point d'arrivée « B ». La direction et l'animation se conjuguent avec la polyvalence technologique relatives aux jets fluides, pédagogique et administrative que j'ai acquises : chaque sujet de recherche ou de transfert est traité en mode projet (identification et formalisation de la problématique, faisabilité de la recherche, montage du projet, coordination ou participation, réalisation des travaux, gestion administrative et financière, rédaction de rapports, valorisation). Mais ce cheminement n'a pas toujours été simple : sans la collaboration avec les équipes académiques et ma passion pour la recherche et l'innovation, mon goût pour la technologie et l'animation, cette aventure humaine n'aurait pu être possible !

Chapitre 1

Le dossier personnel

1. Etat civil

Nom	Tazibt
Prénoms	Abdel
Date de naissance	05/08/1964
Situation familiale	Marié, 3 enfants
Nationalité	Français
Situation professionnelle	Directeur recherche et innovation
Etablissement	CRITT TECHNIQUES JET FLUIDE ET USINAGE (TJFU)
Fédération recherche	Institut Carnot en Energie et Environnement en Lorraine, ICEEL
Affectation	Laboratoire Jets Fluides Complexes Impactant & Matériaux
Tutelles	PRETT (Pôle de Recherche et de Transfert de Technologie), UMS 3653 UL, CNRS
Adresse professionnelle	CRITT TJFU 2, avenue de la grande terre F-55000 Bar le Duc
Téléphone	+33(0)3 29 79 96 72
E-mail	a.tazibt@critt-tjfu.com
Web	www.critt-tjfu.com – www.iceel.eu

2. Titres et diplômes

1995 Doctorat en Mécanique,
Université des Sciences et Techniques de Lille
Soutenue le 20 janvier 1995 à l'Université des Sciences et Techniques de Lille.
« Etude théorique et expérimentale du processus d'accélération de particules abrasives dans un Jet d'eau sous très haute pression – Interaction avec le matériau à découper »

Jury :

F. Parsy, Professeur	Dir de recherche à l'UST Lille, Président
B. Desmet, Professeur	UVHC Valenciennes, Rapporteur
A. Molinari, Professeur	UPV Metz, Rapporteur
N.E. Abriak, Professeur HdR	Mines de Douai, Directeur de thèse
J. C. Roth, Professeur	UPV Metz, Examinateur
A. Schmitt, Docteur	Dir du Dépt. Productique Mines de Douai, Examinateur
D. Boulnois	Dir Adjoint, Mines de Douai, Invité
B. Thery, Ing. chercheur	Mines de Douai, Invité

1992 Diplôme d'Etudes Approfondies (DEA) en Mécanique et Energétique,
INPL - Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.
Laboratoire GRRS – Groupe de Recherche Rhéologie et Structures
« Comportement des milieux granulaires bidimensionnels enfermés dans un silo. Calcul de contraintes, Ecoulement gravitaire »

3. Parcours professionnel

Depuis 2007	Directeur recherche et innovation du CRITT TJFU Directeur du Laboratoire Jets Fluides Complexes & Matériaux, Carnot ICÉEL Responsable des programmes de recherche industrielle et des collaborations avec les équipes académiques Responsable des stages de formation par la recherche (Doctorats, Masters) *« Traitements des matériaux par les procédés jets fluides complexes impactant »*
Depuis 2017	Expert technologique au Commissariat d'Investissement à l'Innovation et à la Mobilisation Economique - C2IME Metz *Maturation technologique et accélération des projets industriels*
Depuis 2015	Responsable scientifique du laboratoire commun SURFO'3M en partenariat avec le CRITT M2T (Nancy) et le Centre Technique des Industries de la Fonderie (Sèvre) *« Surfaces Fonctionnelles, Métallurgie et Mécanique des Matériaux »* *Recherche et transfert dans le domaine du traitement à froid des matériaux par projection de jet d'azote cryogénique supercritique, Cold spray, jet d'eau haute pression*
2015-2020	Coordinateur auprès de la Délégation Régionale de la Recherche et de la Technologie – DRRT, dans le cadre du Contrat de Projet Etat Région - CPER 2015/2020 Programme 6 « CPER Transfert'innov » des CRT lorrains
2000-2006	Enseignement de la mécanique des fluides en ambiance extrême et des matériaux, DESS EMI, ENSEM - INP Lorraine, ENSAM Chalons en Champagne
1999-2006	Responsable du département Usinage non conventionnel Jet fluide, CRITT TJFU
1996-1998	Post doctorat, Université des Sciences et Techniques de Lille - Ecole des Mines de Douai *« Mécanique des micro-jets poly phasiques en écoulement supersonique »*

4. Réalisations majeures

2000-2006
- Elaboration de contenus pédagogiques destinés aux élèves ingénieurs du cursus académique Génie des Matériau et Productique (*Procédés non conventionnels de fabrication* : *jets fluides complexes impactant, usinage jet fluide des matériaux*).
- Conception et réalisation de Travaux Pratiques conduits sur des installations jets fluides industrielles du CRITT TJFU.
- Intégration du cours « Procédé jet d'eau » dans le programme académique du cycle ingénieur à l'Université Polytechnique de Milan, Italie.

2005 Réalisation d'une expertise technologique et industrielle aux USA pour la région Lorraine. L'expertise avait pour objet d'établir un diagnostic de la technologie

azote liquide sous haute pression du point de vue « Procédé jet fluide de fabrication », et de vérifier le potentiel de transfert dans les industries américaines. Dans ce contexte, j'ai interviewé et visité cinq industriels : - **LA NASA** (Décapage de l'isolant thermique des boosters de la navette spatiale, Cap Canaveral, FLORIDE), - **LA NAVY** (Décapage des ponts de porte-avions, Norfolks, VIRGINIE), - **New Mont Gold** (Décapage des échangeurs thermiques dans une installation d'extraction et de raffinage de l'or, New Mont, NEVADA), - **Fluor Handford** (Opérateur du Département d'Etat pour la décontamination nucléaire de sites radioactifs, Pasco, WASHINGTON), - **Vulcan Engineering** (Nettoyage automatisé de carapaces de noyaux de moteurs d'automobiles en fonderie Birmingham, ALABAMA). Ce diagnostic a fait l'objet de la rédaction d'un rapport.

Intégration (unique en Europe), au sein du laboratoire TJFU, de la technologie américaine de jet d'azote cryogénique supercritique sous haute pression.

Photo du générateur de jet d'azote liquide haute pression intégré au CRITT TJFU en 2006

2005 Participation à la rédaction du dossier de labellisation par le ministère (DATAR) du pôle de compétitivité MATERALIA Lorraine Champagne Ardenne (anciennement MIPI).

2007 Création du laboratoire Jets fluides complexes impactant pour le traitement des matériaux. Le laboratoire est intégré à l'Institut Carnot en Energie et Environnement en Lorraine (ICEEL) auquel j'ai participé dans la phase de rédaction du dossier de labellisation par l'ANR (partie thématique « Technologies industrielles » de la Fédération PRETT (Pôle de Recherche et de Transfert de Technologies »).

2015 **1)** Création, dans le cadre du CPER 2015/2020, du laboratoire commun « Surfo3m » (Surfaces Fonctionnelles, Métallurgie et Mécanique des Matériaux) autour de la thématique « Ingénierie des Surfaces & Interfaces ». Le laboratoire commun regroupe les compétences multidisciplinaires du centre TJFU, CRITT METALL 2T, CTIF, Institut de Soudure. Il a pour objet de concentrer en un même lieu (TJFU, Bar le Duc) les équipements technologiques de traitement et de fonctionnalisation à froid des matériaux, des surfaces et interfaces, à savoir le Jet d'azote cryogénique supercritique sous haute pression, le Cold spray, le Jet d'eau.

Thématiques de recherche du LabCom « Surfo3m » :

- **Etude et élaboration de fluides complexes impactant**
- **Etude des traitements et fonctionnalisation à froid des matériaux, des surfaces et interfaces, par projection de jets fluides complexes**

2) Signature d'un accord cadre de partenariat avec le groupe Américano Japonais NitroCision-IHI, positionnant ainsi TJFU en qualité de centre d'essais pour l'Europe dans les domaines industriels impliquant la technologie azote.

2017 — Inscription des thématiques du Laboratoire Commun « Surfo3m » dans le schéma régional grand Est relatif au volet recherche et innovation des structures CRT (Centres de Ressources Technologiques).

De 2006 à aujourd'hui — **1)** Développement de nombreuses collaborations scientifiques avec les équipes académiques et les industriels. Ces collaborations multidisciplinaires ont permis au CRITT-TJFU de peser sur l'environnement de recherche et de transfert au niveau régional, national et international.

2) Développement de nombreuses applications basées jet fluide notamment dans les domaines de la mécanique, aéronautique, aérospatial, automobile, médical, cosmétique, bâtiment, agroalimentaire.

5. Activités d'enseignement et d'administration

Dans le cadre de mes missions au CRITT TJFU, mes activités portaient principalement sur le ressourcement, la valorisation de la recherche, le transfert, l'animation des chercheurs mais aussi l'administration. L'enseignement fait partie, à la fois, de mes activités de transfert et également, à moindre mesure, de la formation académique en collaboration avec les universités partenaires.

5.1 Activités d'enseignement

Dans la période qui correspondait à mon recrutement au CRITT TJFU, le procédé jet d'eau, étant non conventionnel et émergent, son enseignement ne faisait pas encore partie des programmes de formation académique. Ayant été pionnier, en France, à avoir mené, dans le cadre de ma thèse, des travaux de recherche fondamentale sur ce thème, j'ai œuvré à la conception d'un cours sur le jet d'eau par l'approche mécanique théorique et appliquée. Ce cours est, depuis, enseigné à l'université polytechnique de Milan, ce qui m'a encouragé à le structurer davantage et à le proposer ensuite aux formations universitaires françaises partenaires. A ce titre, j'ai enseigné ce cours, en tant que vacataire, dans le cadre du DESS EMI – ENSEM INP Lorraine (2000/2002), avec la partie théorique dispensée à la faculté des sciences de Nancy tandis que les Travaux Pratiques (TP) ont été conduits sur les installations du CRITT TJFU à Bar le Duc. Aussi, j'ai dispensé les TP aux étudiants du cursus ingénieur (ENSAM de Chalons, 2000/2006). Ainsi le temps fort de mon activité d'enseignement remonte à la période 2000/2006 :

- nombre d'heures de cours : 762 h. Soit une moyenne de 127 h/an sur la période 2000/2006
- nombre d'heures de TP : 1224 h. Soit une moyenne de 204 h/an sur la période 2000/2006

Contenu pédagogique du Cours : Le jet d'eau, un outil d'usinage non-conventionnel

- **Module 1 :** Théorie des écoulements monophasiques et diphasiques à très grande vitesse (domaine supersonique). Cas des jets d'eau sous très hautes pressions (jusqu'à 400 MPa) :

formulation des phases solide (particules abrasives) et liquide (eau), transfert de quantité de mouvement, équations de conservation, équations du mouvement (système d'équations différentielles du 2nd degré à 2 inconnus), modèles cinématiques du jet.

- **Module 2 :** Interaction d'un jet supersonique avec la matière à usiner : *énergie cinétique d'un flux diphasique impactant, énergie de coupe, corrélation de la quantité de matière enlevée, modélisation de l'usinage jet d'eau.*

- **TP 1 :** Caractérisation des jets sur installation industrielle en ambiance extrême : *étude de différents types d'écoulements, influences des paramètres de formation du jet sur la physique du jet en sortie de buse, caractérisation des différentes zones de détente du jet dans l'air, influence des ondes de choc sur la cohérence de l'écoulement : cas des jets libres et impactant.*

- **TP 2 :** Etude de cas avec expérimentations sur installations grandeur nature : *caractérisation du processus d'usinage en fonction des natures des matériaux : zone de cisaillement, zone de transition, zone de déformation plastique, influence des paramètres d'usinage sur les mécanismes de coupe, confrontation des modèles théoriques et l'expérimentation, explication des écarts.*

Apport pédagogique :

Au début des années 2000, les technologies jet fluide se démocratisent dans l'industrie particulièrement dans les secteurs de pointe aux enjeux grandissants (allégement, durabilité, réduction des déchets toxiques, flexibilité). Dans le même temps, les ingénieurs Procédés et Matériaux, sortant des écoles, ne sont pas formés à ces technologies industrielles ou du moins n'ont pas acquis les connaissances ou les compétences suffisantes en ce domaine leur permettant d'être opérationnels et proactifs. A mon sens, cela est dû, en partie, au fait que l'enseignement supérieur ne s'est pas adapté au nouveau contexte industriel imposé par les technologies non conventionnelles de fabrication par jet fluide. C'est pourquoi, le cours que j'ai élaboré pourrait constituer une base de réflexion qui permettrait d'enrichir le programme pédagogique universitaire du cycle ingénieur. Cet enseignement augmenterait l'employabilité des jeunes ingénieurs dans un contexte d'adaptation technologique permanente aux défis industriels mondialisés. En effet, l'approche multi physique que j'ai développée dans ce cours est originale, elle conduit l'étudiant à utiliser simultanément, de façon progressive, différentes matières déjà abordées dans d'autres cours (mécanique des milieux continus, mécanique des fluides, mécanique des matériaux, mathématiques) pour résoudre une problématique par une approche analytique simple ! Ainsi, le volume horaire économisé pourrait être consacré davantage à la compréhension des phénomènes physiques et mécaniques des processus en jeu qu'à la simulation numérique, ce pour éviter de transformer l'étudiant en « machine » traitant des données d'entrée et de sortie ! ***Est-ce le rôle de l'ingénieur dans un monde de plus en plus neuro ergonomique ?***

5.2 Activités d'administration

J'ai intégré le CRITT TJFU à l'occasion de l'appel à projet européen CRAFT de recherche collaborative en faveur des PME sur le thème du décapage de fils métalliques par jet d'eau. Après avoir remporté le projet, j'ai été chargé de la gestion administrative du projet collaboratif intégrant des partenaires nationaux et européens mais aussi des institutionnels (commission européenne). Ensuite progressivement, mes activités administratives se sont étendues à la responsabilité du département Jet d'eau et du service en charge du RDI Lorrain (Réseau de Diffusion Technologique) ATTELOR, où j'agissais en qualité de Conseiller technologique auprès des industriels. J'ai, par la suite, été en charge de l'administration des dossiers de recherche de TJFU dans le cadre du programme FRT (Fonds de Recherche Technologique) - CPER 2000/2006, en

liaison avec le DRRT Lorrain. Avec la labellisation du CRITT TJFU institut Carnot ICEEL en 2007, mes activités administratives ont évolué avec de nouvelles responsabilités :

- Responsable du département recherche & innovation et gestion administrative des dossiers de recherche industrielle en liaison avec la direction et les départements industrialisation et relation partenariale. Les chercheurs et les stagiaires sont mis sous ma responsabilité.
- Responsable de formation par la recherche (stagiaires de Masters, doctorants) et de la relation scientifique et administrative avec les laboratoires d'adossement académique.
- Direction du laboratoire Jets Fluides Extrêmes & Matériaux, membre du Carnot ICEEL, Adjoint du codirecteur des « Technologies industrielles ». Participation aux rendez-vous Carnot national.
- Coordination des CRT lorrains auprès du DRRT dans le cadre du CPER 2015/2020.
- Administration du dossier de Labellisation CRT de TJFU en liaison avec l'AFNOR.
- Suppléant du directeur du CRITT TJFU aux conseils d'administration de l'AFCRT et ICEEL.
- Relation avec les institutionnels (Etat, Région, Département, Europe) et transposition des règles européennes en matière de recherche et de l'innovation pour les CRT.

6. Bilan des activités de recherche

6.1 Parcours scientifique

Ma passion pour la recherche s'est construite tout au long de mes travaux de thèse. Elle s'est affirmée durant mon post doctorat, avec la sensation de faire de la recherche dans un cadre sans la pression de devoir cheminer vers l'honneur de se présenter devant un jury. Cette passion s'est aiguisée depuis. Après mon post doctorat, j'ai été embauché par le CRITT TJFU qui disposait d'une installation jet d'eau. Ce fut idéal et motivant pour poursuivre la recherche en ce domaine émergent. Mais le statut du CRITT, à cette époque-là, ne me permettait pas de mener des activités de recherche en liaison avec les laboratoires académiques qui m'avaient initié et donné goût à la recherche. Mais parallèlement et paradoxalement, il était possible de mener des collaborations scientifiques et techniques avec les universités européennes notamment dans le cadre des programmes européens PCRDT. J'ai saisi cette opportunité et monté mon premier projet collaboratif européen avec l'université polytechnique de Milan sur le thème du décapage de fils métalliques par jet d'eau, projet que j'ai coordonné et auquel j'ai participé activement à la définition et la réalisation du programme scientifique et technique.

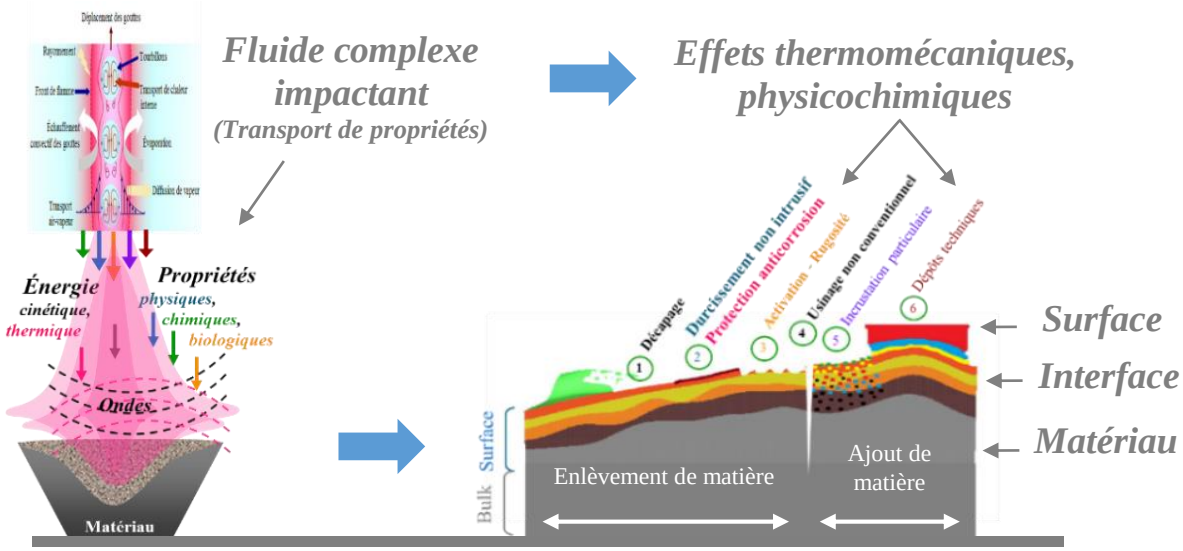
Cette expérience m'a permis, au-delà de l'apport multiculturel international, de m'initier à l'animation de chercheurs notamment de deux doctorants italiens, recrutés sur le projet sous la direction du Pr Michele Monno à l'Université Polytechnique de Milan. Mais le caractère confidentiel des travaux imposé par les entreprises partenaires ne m'avait pas permis de valoriser l'encadrement et les résultats. Pour ne rien arranger, la fin de ce projet européen, en 2002, fût le début d'une traversée du désert sur le plan de la production scientifique. Commença alors mon immersion dans un environnement technologique et industriel qui durera jusqu'en 2006. Ce passage industriel a forgé mon expertise technologique et ma connaissance de l'entreprise et de ses problématiques industrielles.

En 2007, j'ai intégré le périmètre académique de l'Université de Lorraine suite à la création de l'Institut Carnot ICEEL, où le laboratoire Jets Fluides Extrêmes & Matériaux de TJFU que je dirige, est devenu membre de cet Institut. Depuis cette année charnière, mes activités de recherche ont connu une nouvelle dynamique en termes de production scientifique, de collaborations académiques et industrielles mais aussi de valorisation de la recherche académique, de transfert et d'animation de chercheurs au sein de TJFU.

6.2 Activités et thèmes de recherche

6.2.1 Positionnement

Mes activités de recherche couvrent les thèmes allant des **fluides complexes impactant** aux **matériaux** en passant par les **surfaces** et **interfaces**, comme illustré sur la représentation schématique, ci-dessous. Ces thèmes s'inscrivent dans une logique scientifique portant sur la compréhension des phénomènes induits lors de l'interaction jet fluide matériau, allant de la formation du fluide impactant aux modifications apportées à la surface ou à l'interface avec des variabilités de propriétés dues à la nature du fluide qui les a générées.



Cette interdépendance thématique m'a conduit à traiter des domaines de recherche qui sont aux interfaces de la mécanique des fluides, microstructures, mécanique des matériaux et physique optique. Je devais rechercher les solutions se situant aux interfaces de ces disciplines. Pour cela, j'ai collaboré avec des équipes académiques multidisciplinaires, reconnues au niveau international, travaillant au développement d'outils jets fluides et à la compréhension des mécanismes d'interaction jet - matériaux :

Collaborations scientifiques au niveau national :

- Michel Aillerie, Patrice Bourson, LMOPS, SUPELEC, Metz
- Thierry Grosdidier, Albert Tidu, Claude Fressengeas, Eric Fleury, LEM3, UL, Metz
- Mohamed El-Ganaoui, Christine Gerardin, LERMAB, UL Longwy, Nancy
- Jamal Bougdira, Thierry Czerwiec, Mohammed Belmahi, équipe ESPRIT, IJL, UL, Nancy
- Jacques Pironon, Alexandre Chagnes, GEORESSOURCES, UL, Nancy
- Dominique Thomas, LRGP (Laboratoire Réactions et Génie des Procédés), Nancy
- Marc Hebrant, Jean-Claude Block, LCPME, UL, Nancy
- Alain Degiovanni, LEMTA, UL, Nancy
- Frédéric Heim, LPMT (Laboratoire Physique et Mécanique Textile), UHA, Mulhouse
- Vincent Roucoules, IS2M, UHA, Mulhouse
- Constantin Vahalas, ENCIACET, Toulouse

Collaborations scientifiques au niveau international :

- Henri Perrin, LIST, Luxembourg
- Slimane Gabsi, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabes, Tunisie
- Howard Hume, NLI (National Laboratotry of Idaho) - Nitrocision, Idaho Falls, USA
- Jason T. Lee, Division of Vascular Surgery, Stanford Univ. Medical Center, California
- Michele Monno, Departimento di Meccanica, Politecnico di Milano, Italie
- Mohamed Hashish, David Summers, Water Jet Technology Association, Missouri, USA

La valorisation de la recherche académique occupe une part importante de mes travaux que je me plaisais de mener pour répondre aux problématiques multi-matériaux des industriels. La finalité est de développer des solutions technologiques transférables dans le cadre de collaborations industrielles parmi lesquels :

Collaborations industrielles au niveau national :

- Alain Dravet, Franck Vouzelaud, **THALES SYSTEMES AEROPORTES, Paris**
- David Debreyer, **AVANTIS-group**, **AIRBUS, Toulouse**
- Patrick Alexandre **CROSSJECT, Dijon**
- Jacques Tschofen, **FORGES DE BOLOGNE, LISI AEROSPACE, Bologne**
- Justo Garcia, Bertrand Morel, **ORANO (Ex AREVA), Paris**
- Hubert Jeanson, R. Charles, **CEA LETI, Grenoble**
- Yann Kilburg, **MICHELIN, Clermont Ferrand**
- Pascal Bocage, **ARCELORMITTAL, Maizières-les-Metz**
- Eric Dardaine, **WIG France ENTREPRISES, Toul**
- Pascal Brandy, **FIGEAC AERO, Figeac**
- Alain Tournier, Régis Bénard, **SAINT GOBAIN PAM, Pont-à-Mousson**
- Jean-Michel Brossard, Emmanuelle Gaudichet, **VEOLIA Environnement, Paris**
- Mathieu Sabard, **ARKEMA, Honfleur**
- Philippe Meyer, **PROCER, Saint-Louis**

Collaborations industrielles au niveau international :

- Jean-Pierre Blanc, **MICRODATEC- SAPHINTEC SA, Suisse**
- Peter Richter, **IMPACT INNOVATION, Allemagne**
- Stefano Dallago, **TECNOCUT, Italie**
- Gary Palmer, Division Manufacture, **NITROCISION, Idaho Falls, USA**
- Masahito Mizumachi, **IHI South West Technology-NITROCISION, San Antonio, USA**
- Akira Sadaki, **IHI, Yokohama, Japon**

Les projets applicatifs et les transferts ainsi menés ont été favorisés par les collaborations que j'ai développées avec les CRT CTI du Grand Est :

- Abdel Chehaibou, Aurélie Albert, Peggy Gressel, Maxime EL-Kandaoui, Fabrice Scandella, David Macel, Cédric Gérardin, **INSTITUT DE SOUDURE, Yutz**
- Guillaume Ezo'o, Pascal Brenot, Alexandre Bastien, Jean-Paul Chobot, **CM2T, Nancy**
- Cyril Pelaingre, Claude Barlier, **CIRTES, Saint-Dié des Vosges**
- Éric Masson, Damien Fournier, **CRITT BOIS, Epinal**
- Clotilde Macke Bart, Olivier Mouquet, Centre Technique des Ind. de la Fonderie, **Sèvre**
- Jean-Marc Popot, Mohamed Boudifa, **CRITT MDTS, Charleville Mézières**
- Ismail Tahtaci, **ICAR** (Centre Technique de la Céramique Réfractaire), **Lunéville**
- Denis Garcia, Matrie-Alice Skepper, **CERFAV, Vannes-le-Châtel**
- Jean-Paul Gaufillet, Frédéric Mermet, Vincent Pesquet, **IREPA LASER, Illkirch**

6.3 Axes de recherche, en résumé

6.3.1 Contexte et motivation

Les thèmes relatifs à l'étude des fluides complexes impactant et aux interactions jets - matériaux, sont au cœur de mes activités, ils inscrivent le centre TJFU dans les thématiques nationales et européennes de la recherche académique et de transfert. J'ai œuvré à leur construction progressivement avec comme points d'orgues en termes d'apports : - la collaboration avec le National Laboratory of Idaho, à travers sa start-up américaine Nitrocision qui a conduit à

l'acquisition, en 2006, de la technologie azote supercritique (unique en Europe), - création, en 2015, du laboratoire commun SURFO'3M (Surfaces Fonctionnelles, Métallurgie et Mécanique des Matériaux) et prise de la responsabilité scientifique, en partenariat avec le CRITT M2T, le CTIF et l'Institut de Soudure, dans le cadre du CPER 2015/2020. Ce projet a conduit à l'acquisition de la technologie de projection dynamique à froid « Cold Spray » et la concentration au sein du centre TJFU des moyens technologiques très avancés en projection à froid de jets fluides complexes (jet d'azote, jet d'eau, Cold Spray) adressant des problématiques multi-matériaux.

Cet environnement structurant a été facilité par l'intégration, en 2007, de TJFU au périmètre de l'Université de Lorraine, à travers son Institut Carnot ICEEL dont TJFU est membre. Dans ce contexte, j'ai initié des collaborations notamment avec le LMOPS (photonique), le LEM3 à Metz (matériaux métalliques) et son partenaire universitaire de Trois rivières (Canada), le LERMAB à Longwy/Nancy (matériaux poreux ligneux pour la Construction), le LPMT à Mulhouse (matériaux polymères biocompatibles pour le Médical), le Centre des matériaux à Mines ParisTech (matériaux élaborés par dépôt Cold Spray), Nitrocision-IHI à San Antonio (source azote liquide haute pression). Tous ces aspects contribuent à la valorisation de la recherche académique et au transfert dans des domaines à fort potentiel applicatif.

J'ai rassemblé, dans ce mémoire, les travaux les plus aboutis des sujets que j'ai développés. Ceux-ci ont été construits progressivement dans une logique répondant à des contextes académiques et de transfert multi-applicatif que le caractère transversal des jets fluides a rendu possibles. Ces travaux sont structurés autour de deux axes interdépendants ayant pour fil rouge la relation outil jet fluide complexe impactant propriétés matériaux issues de l'interaction jet – matériau :

Axe 1 : Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant
Axe 2 : Etude des interactions jets fluides complexes - matériaux

Ces deux axes sont détaillés plus loin dans le chapitre 2. Le lecteur peut trouver, ci-après, une présentation synthétique qui lui permettrait de se faire une idée sur le cheminement suivi et l'approche développée :

6.3.2 - Axe 1 : Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant

Dans ce premier axe, sont résumés nos travaux relatifs au développement de méthodes de construction d'outils jet fluide adressant des problématiques multi-matériaux. Pour ce faire, nous avons utilisé les lois fondamentales de la mécanique des fluides et de l'optique pour décrire les phénomènes qui régissent les fluides considérés. Ceux-ci sont encadrés, du point de vue scientifique, puis corrélés par l'expérimentation en considérant des cas réels de jets. Ainsi, notre approche multi-physique a conduit au développement de trois exemples d'outils prototypes transférables dans les industries du traitement des matériaux :

- Axe 1.1 - Outil micro-jet d'eau abrasif à basse pression :

Les travaux relatifs au développement de cet outil ont été menés pour répondre à la problématique de micro-perçage de matériaux durs et fragiles tels que le silicium ou le saphir. Ces matériaux sont difficiles à usiner par les méthodes traditionnelles notamment pour réaliser des micros trous de diamètre inférieur à 400 µm qui est la valeur seuil obtenue par les méthodes traditionnelles (sablage). Les applicatifs adressés sont principalement ceux des microsystèmes électroniques ou microfluidiques utilisés par exemple pour la caractérisation moléculaire des chaines ADN.

Le verrou scientifique réside dans l'équilibre mécanique du mélange micro particules / micro jet d'eau, à basse pression statique, difficile à obtenir à cause du faible Venturi généré dans la chambre de mélange. L'autre verrou est inhérent à la méconnaissance, a priori, des termes décrivant l'énergie

cinétique du milieu diphasique (jet d'eau abrasif). En effet, pour obtenir un perçage par érosion pure, le terme d'énergie cinétique de la phase solide (particules) doit être supérieur à celui de la phase liquide (jet d'eau). Sur le plan scientifique, l'état de l'art n'aborde pas ces points durs. Notre démarche qui s'appuie sur une approche analytique du processus de mélange et d'accélération des particules, a permis de proposer, dans une première étape, un encadrement des variables et des paramètres opératoires à l'échelle d'une géométrie miniaturisée de l'outil. Dans une seconde étape, nous avons calculé le terme relatif à d'énergie cinétique de la phase solide (particules) de façon à ce que celui-ci soit au moins égal à celui de la phase liquide (jet d'eau). Cette maitrise analytique du processus a permis d'obtenir les conditions opératoires de perçage sans détérioration du matériau. Ces travaux ont été initiés dans le cadre de mon post doctorat (Pr N.E. Abriak et F. Parsy) à l'Ecole des Mines de Douai - LML de Lille. Ces travaux ont été poursuivis au TJFU sur des cas applicatifs dans le cadre d'une collaboration avec le CEA LETI de Grenoble. L'industriel recherchait une solution alternative à la méthode de perçage par sablage. Quelques variantes d'outils micro-jet de laboratoire ont été conçues et fabriquées. Les tests de validation ont permis de réaliser des micros trous dans des wafers de silicium fournis par le CEA. Les résultats ont fait l'objet d'un transfert industriel.

- Axe 1.2 - Outil hybride jet d'eau laser sous haute pression :

La pression environnementale en matière de réduction des déchets, nous a amené à rechercher des solutions technologiques propres pour les industriels en particulier utilisateurs du jet d'eau abrasif. Si cette technologie est connue pour son intérêt à ne pas altérer les matériaux découpés, elle génère, en revanche, près de 120 000 Tonnes de déchets (boues abrasives) en Europe, dont plus de la moitié contiennent des poudres d'Aluminium, un résidu toxique issu des matériaux découpés. Dans ce contexte, notre équipe a travaillé au développement d'un outil jet fluide ne recourant pas à l'usage de l'abrasif. Nous avons utilisé, en substitution de celui-ci, un laser guidé par un jet d'eau sous pression. Dans un tel outil hybride, le processus de découpe résulte de la combinaison de l'ablation par le laser et l'érosion par le jet d'eau du matériau ainsi ramolli par l'action thermique du laser.

Les verrous scientifiques inhérents sont ceux relatifs au couplage laser / jet d'eau dans un milieu fluide susceptible de passer par un régime turbulent au regard des hautes pressions en jeu, mais également en raison de l'absorption du laser considéré dans un tel jet d'eau. Aussi, l'état de contrainte résultant de telles pressions statiques, pose le problème de résistance mécanique du saphir constitutif du hublot de l'outil hybride. A notre connaissance, l'état de l'art en ce domaine est vierge hormis les travaux de Synova. Notre approche de modélisation du couplage est multi-physique, elle couple les lois de la physique optique et de l'hydrodynamique en ambiance extrême relatives à la haute pression statique du jet d'eau et à la puissance du laser. Au-delà des apports, en termes de prévision et de contrôle du couplage des deux milieux, nos travaux étendent le champ de la connaissance aux propriétés de l'eau sous très haute pression, et proposent des modèles multi-physiques originaux. Un prototype d'outil de laboratoire a été conçu et réalisé à destination des chercheurs et des industriels pour la démonstration du procédé et le transfert.

Nos travaux ont été menés dans le cadre de la thèse de L. Weiss que j'ai codirigée avec le Pr M. Aillerie (directeur de thèse) du LMOPS, et le projet collaboratif ADEME HYBRID-LJET que j'ai coordonné. Des travaux complémentaires sont envisagés avec l'utilisation d'une nouvelle génération de laser de puissance doublé en fréquence. Celle-ci permettrait de réduire substantiellement l'absorption du laser dans l'eau. Le transfert sera facilité par les apports attendus : (i) réduction des déchets (suppression des boues abrasives), (ii) préservation des caractéristiques des matériaux traités (absence de déformation et de carbonisation), (iii) obtention de microstructures superficielles intéressantes (texture, oxydes protecteurs anticorrosion, dureté).

- Axe 1.3 - Outil jet d'azote cryogénique supercritique sous haute pression :

Les travaux relatifs au développement d'un outil utilisant un jet d'azote cryogénique supercritique sous haute pression, concernent le domaine de la mécanique des fluides compressibles. Ils ont été initiés par notre équipe suite à l'acquisition, par TJFU, en 2006, d'un générateur d'azote liquide sous très haute pression (jusqu'à 3500 bars). Cette technologie américaine présentait, de premier abord, des potentialités intéressantes, en termes d'utilisation en décapage, ceci en raison de son faible impact environnemental (ne produit pas de déchets additionnels du fait du recyclage naturel de l'azote dans l'air après l'opération). L'état de l'art, en ce domaine, étant vierge, très vite les investigations expérimentales que nous avons effectuées, ont révélé d'autres apports tout aussi intéressants et inédits. Ces travaux ont été réalisés dans le cadre des thèses de H. Laribou (Pr C. Fressengeas, LPMM) et de P. Dubs (Pr R. Benelmir, LEMTA/LERMAB), que j'ai co-encadrées, et du projet collaboratif ANR JAZOLTHOP, que j'ai coordonné.

A travers l'azote, nous nous intéressons, ici, aux développements relatifs à la compréhension du comportement d'un fluide compressible à l'état supercritique, et au raisonnement qui a conduit à l'optimisation du jet obtenu par projection d'un tel fluide à travers un outil de géométrie industrielle. Les verrous s'articulent autour de la capture de la thermodynamique du gaz supercritique et des mécanismes de formation du jet pur ou additionné de particules sous des pressions statiques inédites (jusqu'à 3500 bars).

Ainsi, la nature complexe et versatile du fluide considéré a requis le développement d'une approche originale de modélisation : pour le cas du jet d'azote pur, notre approche est fondamentale faisant intervenir les lois d'états des gaz parfaits et réels pour décrire la structure du fluide. L'outil issu de nos travaux adresse les applicatifs qui touchent au décapage notamment des peintures et des oxydes non diffusés. L'autre approche est numérique, elle a été conçue pour décrire l'autre cas de jet, où le jet d'azote est, cette-fois-ci, chargé de particules formant un écoulement diphasique fluide supercritique / solide, en conditions réelles. La compréhension du comportement d'un tel jet complexe impactant, nous a conduits à la conception d'un modèle d'outil original et performant. Celui-ci est destiné au décapage de couches d'oxydes diffusées (ex : Alpha-case), ablation de substrats à forte rugosité (ex : post-traitement pour aplanir la surface d'une pièce obtenue par fabrication additive), incrustation de particules dans un substrat polymère, composite, ligneux, pour la métallisation ou la protection antibactérienne, entre autres.

6.3.3 - Axe 2 : Etude des interactions multi physiques jets fluides complexes - matériaux

L'Axe 2 résume nos travaux relatifs au développement de méthodes originales, celles-ci portent sur l'encadrement scientifique des interactions des outils, développés dans l'Axe 1, appliqués à quelques matériaux représentatifs de problématiques industrielles à fort potentiel de transfert. Cet axe s'inscrit dans la continuité d'un raisonnement qui utilise les connaissances du jet fluide complexe impactant (Axe 1) pour expliquer les effets qu'ils induisent sur les matériaux comme par exemples les bases métalliques, les ligneux et les polymères. Dans ce mémoire, nous présentons les travaux menés sur des cas d'études les plus aboutis des sujets abordés et qui ont fait l'objet de transferts. Ceux-ci sont structurés en quatre sous axes, où le volet académique a été mené dans le cadre de thèses et de stages de masters recherche :

- Axe 2.1 - Interactions jet d'eau laser de puissance - matériaux métalliques :

Nos travaux sur ce thème ont été menés dans le cadre de la thèse de L. Weiss, que j'ai codirigée sous la direction du Pr M. Aillerie, et du projet collaboratif ADEME HYBRID LJET que j'ai coordonné. Ils ont permis de développer une méthode originale d'étude des phénomènes induits lors de l'interaction d'un matériau métallique et un jet fluide hybride inédit combinant un faisceau laser et un jet d'eau, celui-ci jouant le rôle de guide d'ondes.

Les verrous scientifiques identifiés sont relatifs à la compréhension des mécanismes d'interaction et à la maitrise des conditions d'application du jet hybride et des propriétés apportées au matériau cible. Ainsi, nous avons pu élaborer et mettre en œuvre différentes stratégies expérimentales de couplage jet d'eau laser ayant conduit à la capture de quelques phénomènes observé sur deux cas d'étude : un acier austénitique 301L et un alliage de titane TA6V. L'acier réagit en formant une microstructure superficielle particulière qui se combine à une couche d'oxyde (magnétite / hématite). Aussi, ces oxydes se superposent à la martensite qui se forme en extrême surface. Pour le cas du TA6V, la réaction d'oxydation (rutile) est plus rapide dans le milieu aqueux favorisé par l'eau et le laser que dans l'air. Et l'énergie nécessaire à la réaction chimique est plus faible. Les effets combinés de l'eau et du laser conduisent à la formation d'oxyde comme dans le cas de l'acier, mais à ceci près, que le rutile, étant chimiquement très stable, ne réagit plus avec l'eau, une fois formé.

Notre démarche initiale qui consistait à développer une méthode d'encadrement de l'usinage des matériaux métalliques par l'outil hybride jet d'eau laser, a révélé la possibilité de former des microstructures et des métallurgies inattendues. Ces travaux étendent les champs du savoir dans les domaines des matériaux et jettent les bases de nouvelles solutions technologiques transférables.

- Axe 2.2 - Interactions jet d'azote supercritique - matériaux métalliques :

Les travaux menés dans le cadre de la thèse de H. Laribou, que j'ai co-encadrée, et du projet collaboratif ANR JAZOLTHOP, que j'ai coordonné, visaient à comprendre les mécanismes d'action du jet d'azote supercritique, développé dans l'Axe 1.3, sur quelques matériaux industriels. Ces travaux exploratoires nous ont très vite amené à mettre en évidence, au-delà du décapage, les apports de propriétés superficielles inédites (microstructures, métallurgies, mécanique). Les verrous scientifiques identifiés sont ceux relatifs à la méconnaissance, a priori, des mécanismes en jeu et le non-contrôle des paramètres process permettant d'obtenir un décapage ou d'activer de nouvelles propriétés. Pour lever ces verrous, nous avons mis en place une démarche en deux phases :

> Dans un premier temps, nous avons travaillé au développement d'une méthode expérimentale et de caractérisation fine des apports du jet d'azote considéré. Ainsi, nous avons encadré les modes d'action du jet et expliqué les mécanismes en jeu : ablation par érosion ou par rupture fragile, modification microstructurale superficielle. Pour une meilleure compréhension des phénomènes induits, nous avons choisi des matériaux d'études marqueurs, à savoir des alliages d'aciers austénitiques présentant des réactivités variables en termes d'aptitude à se transformer, sous l'action d'une sollicitation thermomécanique cryogénique sous haute pression telle que celle exercée par le jet d'azote cryogénique supercritique.

Ces travaux ont été menés dans le cadre de la thèse de M. Yahiaoui que j'ai co-encadrée en collaboration avec le LEM3 (Pr T. Grosdidier). Le principe de durcissement superficiel non intrusif que nous avons mis en évidence fait l'objet d'une préparation de brevet, en liaison avec un cabinet conseil en Propriété Industrielle. La thèse de M. Yahiaoui a été classée confidentielle.

Ainsi, les avancées obtenues nous ont encouragés à étendre le domaine de l'interaction jet - matériau aux conséquences apportées par la déformation plastique engendrée par un tel jet en conditions cryogéniques à basse température. En ce sens, nous avons pu vérifier la faisabilité de tels apports et avons conçu le principe d'un outil de test dans le cadre du stage de master recherche de F. Andriama, que j'ai co-encadré. Ces travaux originaux seront poursuivis après dépôt du brevet dans le cadre d'une thèse.

> Dans le second temps, nous nous sommes intéressés au volet décapage du point de vue scientifique, avec comme leitmotiv de comprendre les mécanismes en jeu lors du processus d'enlèvement d'un revêtement sous l'action d'un jet d'azote supercritique cryogénique sous haute pression. Notre approche utilise les connaissances produites dans l'Axe 1.3, notamment les propriétés thermodynamiques du jet, pour expliquer et encadrer les mécanismes qui sont susceptibles d'activer différents modes d'enlèvement de matière. Les verrous scientifiques identifiés portaient sur la capture de ces modes d'enlèvement et leur explication. Pour tenter de lever ces verrous, nous avons ciblé nos travaux autour des apports fondamentaux du stress thermique et de l'effort mécanique appliqués par le jet sur quelques couples de matériaux revêtements/substrats, représentatifs des problématiques industrielles : revêtements base polymère et métallique, substrats métalliques. Ainsi, les couples des matériaux d'étude conçus, présentent des variabilités idéales des gradients de propriétés thermiques pour la modélisation du décapage.

Les résultats décrivent un des mécanismes qui régissent le décapage d'un revêtement base polymère sur un substrat métallique, à savoir une cinétique de décapage en deux phases : une première phase qui correspond à l'écaillage du revêtement en forme de « peau de poisson » sur un rayon donné autour du point d'impact. Ce phénomène est dû au stress thermique transféré par le jet cryogénique au substrat métallique. Dans un second temps, le revêtement, ainsi fragilisé, se décolle du substrat sous la forme de copeaux en écailles.

Ce mécanisme inédit a été capturé numériquement par une caméra rapide avec des photos cadencées à 4µs d'intervalle, puis modélisé par simulation en utilisant le code Fluent. Ce résultat majeur est obtenu dans le cadre des travaux de Y. Hajji, faisant suite à un travail de faisabilité réalisé dans le cadre de son stage de master recherche que j'ai co-encadré. Ces premiers éléments de compréhension jettent les bases d'une approche qualitative et quantitative plus complète qui sera étendue à d'autres matériaux. Le but sera de mettre en évidence les constantes physiques et les variables d'un processus de décapage sous le stress thermique cryogénique couplé à une sollicitation mécanique.

- Axe 2.3 - Interactions jet d'azote supercritique - matériaux ligneux :

L'adjonction de petites particules dans un jet d'azote supercritique impactant constitue une méthode originale d'enrichissement mécanique en voie sèche des surfaces de certains matériaux notamment les ligneux tels que les essences de bois. Cette méthode originale de traitement permettrait d'élaborer des surfaces composites pouvant conduire à l'amélioration de la durabilité du bois et de le fonctionnaliser. En effet, il est possible d'implanter des charges fonctionnelles pouvant apporter des propriétés physiques (thermiques, massiques, électriques) ou chimiques protectrices (antibactérienne, anti moisissure) en surface. Ainsi, ces modifications de surface pourraient contribuer à minimiser des « désordres » tels que les remontées de tanins, les coulures de résine, ou ouvrir la voie à des solutions innovantes en matière de design ou de fonctionnalisation en ameublement (propriété antistatique, conductivité électrique, résistance au feu, bande rugueuse antidérapante, etc.). L'enjeu est considérable si l'on sait que l'application principale est le bâtiment qui est responsable de 42.5% de la consommation d'énergie, en France.

La maitrise de l'outil jet d'azote, développée dans l'Axe 1.3, nous a permis d'expérimenter une nouvelle voie de valorisation de la recherche dans le domaine des transferts de masse. Mais le caractère novateur des morphologies en surface et en profondeur obtenues dans les matériaux bois considérés, rend difficile toute application des lois fondamentales de transfert de masse dans de tels milieux complexes. Pour lever ces verrous, nous avons mis en place une stratégie avec deux volets :

(i) un volet technologique avec comme objectif de maitriser les paramètres process d'obtention d'échantillons de bois enrichis en surface,
(ii) (ii) un volet scientifique qui s'intéresse à la compréhension des phénomènes induits lors de la double interaction jet - substrat et matériau d'apport (particules) - substrat.

L'objectif de cette recherche est de connaitre les propriétés mécaniques, physiques et chimiques finales en surface du nouveau matériau ainsi élaboré. L'état de l'art original qui sera développé, sera utilisé dans une phase ultérieure, où seront abordés les aspects relatifs aux transferts de masse notamment thermo-hydriques. Le but sera de connaitre les régimes de transfert associés, améliorer les techniques de séchage ou d'humidification et de maîtriser les effets secondaires tels les retraits différentiels et l'apparition des contraintes résiduelles.

Notre approche considère quelques cas d'études utilisant des bois représentatifs des problématiques de la construction durable, à savoir le sapin, le hêtre, le frêne, le peuplier. Le volet technologique nous a permis d'élaborer de nouvelles structures superficielles composites de bois en incorporant mécaniquement des particules minérales avec différentes concentrations massiques et compositions chimiques (cuivre, grenat almandin - $Fe_3Al_2(SiO_4)_3$). Les variabilités des propriétés physiques et chimiques des particules considérées, associées au Volume Elémentaire de Référence (VER) choisi, ont permis d'enregistrer des gains en termes de propriétés mécaniques (dureté), physiques (densité, mouillabilité) et chimiques (antibactérien).
A ce stade de nos recherches préliminaires, l'enrichissement en surface du bois par des particules de cuivre, conduit à la création d'un effet barrière (chimique) contre la prolifération des champignons. Ce résultat intéressant a été mesuré selon la norme EN 113 (1997), ce qui augure d'un transfert industriel potentiel. Nos travaux ont été menés dans le cadre de la thèse de A. Zerriaa que j'ai co-encadrée en collaboration avec le LERMAB (Pr M. EL-Ganaoui, Pr C. Gérardin) de l'UL et cotutelle avec l'Université de Gabès (Pr S. Gabsi). La faisabilité de cette recherche a été réalisée précédemment dans le cadre du stage de master recherche de M. Zernoufi que j'ai encadré en collaboration avec le LPMT (Pr F. Heim) de l'UHA Mulhouse.

- Axe 2.4 - Interactions jet d'azote supercritique - matériaux polymères :

Nos travaux relatifs à l'interaction d'un jet d'azote supercritique chargé de particules et un polymère, s'inscrivent dans la même logique scientifique des thèmes précédents, à savoir le traitement et la fonctionnalisation de surface. Dans ce sous axe, nous avons étendu la recherche au domaine des biomatériaux pouvant notamment présenter des intérêts pour les implants médicaux comme par exemple les prothèses de valves cardiaques. En fait, plus généralement, l'outil jet d'azote (axe 1.3), pourrait modifier la surface d'un polymère de deux méthodes : (i) Elaboration d'une topologie de surface sans incrustation de particules, (ii) Ajout de matière (particules) en sous surface par implantation mécanique. Les travaux les plus aboutis de nos projets portent sur le thème de la topologie de surface. Cependant, l'ajout de matière est un volet de recherche qui est tout aussi intéressant mais encore au stade de la faisabilité technologique. Les résultats obtenus sur ce thème sont encourageants : nous avons démontré l'aptitude de l'outil jet d'azote à déposer mécaniquement une couche métallique ou minérale stable sur la surface d'un polymère ou d'un composite (métallisation, minéralisation d'un matériau organique), ce qui ouvre des perspectives de recherche dans le domaine du transfert de masse et de la mécanique des matériaux.

La problématique industrielle majeure est relative à la limitation de la formation de fibrose sur l'implant médical en particulier de la prothèse vasculaire, afin d'optimiser le comportement *in vivo* de la valve et d'augmenter sa durée de vie. Le verrou scientifique est inhérent à la méconnaissance du comportement du matériau constitutif de la valve synthétique notamment en termes de texture à donner à celle-ci. Le but est de développer une approche associant un protocole d'expérimentation de traitement inédit associé aux méthodes de caractérisation mécanique et biologique déjà utilisés en ces domaines.

Pour cela, nous avons mis en place une stratégie en trois volets : (1) Expérimental de recherche de fonctions reliant les variables outil jet d'azote (vitesse et masse des particules embarquées), les paramètres process (pression statique du gaz N_2 porteur, distance de tir, géométrie, dimensions et concentration des particules) et la géométrie tridimensionnelle de la surface du substrat traité ; (2) Caractérisation mécanique des échantillons produits en (1) ; (3) biologique d'évaluation du comportement du fibroblastes humains primaires au contact des différentes formulations des fibres polymères traitées et non traitées. Les résultats obtenus sont encourageants, ils montrent qu'il est possible de formuler une texture durable, de géométrie particulière contrôlée, pour laquelle nous avons enregistré une bonne tenue mécanique et une réaction biologique répulsive en présence des cellules humaines fibrotiques.

Nos recherches sont en cours synthétisation. Elles sont menées dans le cadre du travail postdoctoral de F. Khoffi et de la thèse de Y. Khalsi, qui actuellement en cours et que je codirige (soutenance prévue fin de l'année). Elles font suite à trois stages de masters recherche, que j'ai encadrés, en collaboration avec l'équipe de F. Heim du Laboratoire de Physique et Mécanique Textile (LPMT) de Mulhouse (UHA). Le volet relatif à l'évaluation en milieu biologique des tissus synthétiques traités, a été abordé en collaboration avec l'équipe de H. Kerdjoudj du laboratoire des Biomatériaux et Inflammation en Site Osseux (BIOS), Université de Reims. Ces collaborations ouvrent à nos équipes mixtes TJFU/LPMT/BIOS un thème de recherche transversal de valorisation à fort potentiel de transfert dans le domaine médical.

6.4 Encadrement scientifique

Mes activités de recherche ont connu depuis 2006 une dynamique qui s'est accompagnée d'encadrements scientifiques dont, ci-dessous, le bilan :

- 6 thèses codirigées,
- 2 post-doctorats,
- 14 masters-recherche,
- 2 projets d'ingénieurs (PFE).

6.4.1 Encadrement de thèses :

La première thèse que j'ai codirigée (P. Dubs, Axe 1.3) a permis de capturer la structure instable du jet d'azote lors de sa détente rapide avant impact et à l'impact avec une paroi. Ainsi, nous nous sommes intéressés ensuite aux mécanismes régissant l'interaction d'un tel outil avec les aciers. Dans ce cadre, la thèse de H. Laribou (Axe 2.2.1) a permis d'identifier certains mécanismes d'endommagement et de durcissement superficiels. Ces deux thèses ont été financées par l'ANR dans le cadre du projet ANR JAZOLTHOP que j'ai coordonné en collaboration avec le LEMTA/LERMAB et le LPMM.

Ainsi, le durcissement et l'endommagement, mis en évidence, ont été étudiés plus finement et des explications ont été formulées sur quelques aciers austénitiques courants et spéciaux, dans le cadre de la thèse de M. Yahiaoui (Axe 2.2.1) en collaboration avec le LEM3. Nous avons réinvesti les connaissances ainsi développées pour étudier les mécanismes en jeu lors du décapage d'un revêtement sur un substrat métallique. Parallèlement aux problématiques aciers, la problématique du traitement du matériau bois a été abordée dans le cadre de la thèse de A. Zerriaa (Axe 2.2.2) en collaboration avec le LERMAB et l'Université de Gabès (Tunisie). Ces travaux ont mis en évidence les apports de l'outil azote en termes d'incrustation mécanique de particules et les conséquences du transfert de masse induit sur la durabilité et la commutation du bois.

De même, l'apport de l'outil jet d'azote a également été étendu au cas du traitement d'un polymère dans le cadre de la thèse de Y. Khalsi (Axe 2.2.3) en collaboration avec le LPMT (UHA). Ces travaux, en cours de finalisation, ont permis de comprendre les mécanismes de formation d'une topologie particulière présentant un intérêt au niveau médical, celui d'empêcher la fixation des cellules du fibroblaste sur une prothèse de valve cardiaque en polymère biocompatible. Les travaux portant sur l'autre morphologie d'outil jet fluide complexe impactant, à savoir, le jet d'eau laser et interaction avec quelques matériaux métalliques, ont été menés dans le cadre de la thèse de L. Weiss (Axe 1.2 et Axe 2.1) en collaboration avec le LMOPS et le LEM3. Cette thèse a été financée par l'ADEME dans le cadre du projet collaboratif ADEME HYBRID-LJET que j'ai coordonné.

Liste des thèses codirigées

Laurent Weiss	Contribution au développement d'un procédé de découpe laser haute énergie / jet d'eau haute pression couplés. Application à la découpe d'alliages métalliques 2009/2013, soutenue le 05/07/2013 3 Publications Encadrement : A. Tazibt (33%), M. Aillerie (34%), A Tidu (33%)
Yosri Khalsi	Etude de l'interaction d'un jet d'azote supercritique chargé de particule NJP avec une surface de polymère type PET 2016/2019 (soutenance avant fin 2019) 1 Publication Encadrement : A. Tazibt (50%), F. Heim (50%)
Patrice Dubs	Etude d'un jet d'azote supercritique utilisé dans un prototype industriel de traitement de surface à faible impact environnemental 2006/2010, soutenue le 05/11/2010 1 Publication Encadrement : A. Tazibt (33%), R. Benelmir (34%), M. Khalij (33%)
Hicham Laribou	Mécanismes d'endommagement et de traitement des surfaces métalliques par un jet d'azote à basse température 2008/2011, soutenue le 12/10/2011 1 Publication Encadrement : A. Tazibt (25%), C. Fressengeas (25%), D. Entemeyer (25%) ; V. Jeanclaude (25%).
Mustapha Yahiaoui	Durcissement superficiel d'aciers inoxydables austénitiques par jet d'azote cryogénique à hautes pressions 2013/2017, soutenue le 13/12/2017 Thèse confidentielle, 1 Brevet en préparation Encadrement : A. Tazibt (33%), T. Grosdidier (34%), D. Entemeyer (33%)
Azza Zerriaa	Etude de faisabilité d'une approche technologique innovante : Fonctionnalisation du bois par ajout de particules transportées par jet d'azote 2015/2018, soutenue le 06/07/2018 1 Publication Encadrement : A. Tazibt (25%), M. EL-Ganaoui (25%), C. Gérardin (25%), S. Gabsi (25%)

6.4.2 Encadrement de post-doctorants :

J'encadre actuellement deux post doctorants. Foued Khoffi a été recruté en janvier 2018 sur un contrat de 21 mois dans le cadre du projet collaboratif Inter Carnot ICEEL-MICA BIOSURF en collaboration avec l'équipe du Professeur F. Heim. (Université de Haute Alsace, LPMT). Le thème de recherche abordé porte sur la fonctionnalisation des polymères biocompatibles en utilisant un jet d'azote supercritique. Deux articles sont en cours de préparation sur les apports d'un traitement par jet d'azote supercritique (basse température) et cold spray (température modérée autour de la T de transition) sur les propriétés mécaniques et biologiques des surfaces de tissus polymères de différentes structures (mono filament, multi-filament).

Joris Kadok travaille sur les apports du couplage de plusieurs méthodes de traitement de surface (le jet d'azote supercritique pour élaborer une topologie particulière de surface avant dépôt, le cold spray pour déposer un revêtement métallique, le traitement thermique du dépôt pour créer des

intermétalliques, la nitruration). Le sujet de recherche focalise sur l'étude de la tenue à la corrosion à haute température en milieu agressif du dépôt final. Le post doctorant a été recruté par l'IJL (Pr Czerwiec) en mai 2018 sur un contrat de 18 mois dans le cadre du projet collaboratif COSTHEDI ICEEL INTER-DA, en collaboration avec le CRITT TJFU, CM2T et CTIF. J'encadre le post doctorant dans la partie relative à l'élaboration de topologies de surface par l'outil jet d'azote supercritique et dopage physique et en voie sèche du revêtement avec l'élément fer avant nitruration.

Liste des post-doctorants

Foued Khoffi	Fonctionnalisation des polymères biocompatibles par l'outil jet d'azote supercritique Du 01/01/2018 au 30/09/2019, (21 mois) Publications en cours Encadrement : A. Tazibt (50%), F. Heim (50%)
Joris Kadok	COSTHEDI - Couplage Cold Spray Thermo-diffusion pour le développement de dépôts fonctionnels à gradient de propriétés Du 01/05/2018 au 31/10/2019, (18 mois) Encadrement : A. Tazibt (33%), T. Czerwiec (34%), G. Ezo'o (33%)

6.4.3 Encadrement de masters recherche :

J'ai débuté l'encadrement des stages de masters recherche en 2011 avec le master de G. Berrio sur le thème du traitement des matériaux métalliques par un jet d'azote supercritique cryogénique sous haute pression. Ces travaux ont été poursuivis en 2012 dans le cadre du stage de master de V. Munoz. Les résultats obtenus à l'issue de ces deux stages apportent un complément aux travaux de thèse de H. Laribou et confirment la potentialité de transformation microstructurale inédite des aciers austénitiques par cette méthode originale de traitement. Ces travaux ont été enrichis et étendus à différents aspects de l'interaction jet-matériaux métalliques notamment avec les masters de M. Boudia (traitement d'alliages de titane par jet d'azote), F. Adzima (Modélisation et analyse des contraintes thermiques exercées par un jet d'azote), B. Jacques (Etude du nettoyage de peintures par jet d'azote).

Le stage master de Y. Hajji s'inscrit dans la continuité des travaux précédents, avec la volonté d'agréger le raisonnement autour de l'influence du stress thermique dans le processus de décapage d'un revêtement multi-matériau sur un substrat métallique. Le stage de master de F. Andriamanantsoa a permis de jeter les bases d'une méthode originale de traitement superficiel localisé par grenaillage assisté par jet d'azote. Le stage de master de S. Amazigh sur le thème de la modélisation du jet d'azote chargé de particules apporte des éléments de compréhension de la physique et l'hydrodynamisme du jet diphasique (azote chargé de particules solides) impactant. Il complète les travaux menés dans le cadre de la thèse de P. Dubs (collaboration TJFU/LEMTA) sur le thème de la modélisation d'un jet d'azote monophasique (azote pur).

Sur la problématique matériau polymère, le ressourcement interne que j'ai mené m'a conduit à approfondir la compréhension des phénomènes en initiant une collaboration avec le LPMT (UHA) dans le cadre des stages de master de M. Zernoufi, A. Ezzedine et Y. Khalsi. Ces travaux ont montré l'intérêt de modifier un substrat polymère par un jet d'azote en conférant à sa surface de nouvelles propriétés topologiques inédites notamment pour les applications médicales. La faisabilité ainsi apportée à conduit à la mise en place de la thèse de Y. Khalsi (en cours). Les masters de A. Mouhab et A. Niang portent sur des sujets similaires mais orientés plutôt traitement de surface avant dépôt de couches successives par la méthode *Cold Spray*.

Liste des masters recherche

Francy Andriama-nantsoa	Travaux exploratoires pour valider l'efficacité d'un grenaillage cryogénique pour le durcissement d'un alliage métastable. TJFU / LEM3 017/09/2018 - 147/03/2019 Encadrement : A. Tazibt (33%), T. Grosdidier (33%), D. Entemeyer (34%)
Amazigh Salahi	Contribution à la Modélisation et Simulation d'un jet d'azote cryogénique chargé de particules. TJFU / LEMTA 28/03/2018 - 28/09/2018 Encadrement : A. Tazibt (33%), M. Khalij (33%), D. Lacroix (33%)
El-Hadji Amadou Niang	Hybridation des méthodes jet d'azote et Cold Spray. TJFU / LPMT (HHA) / CM2T 06/03/2017 - 24/09/2017 Encadrement : A. Tazibt (35%), A. Heim (30%), Y. Khalsi (35%)
Mohamed Amine Mouhab	Faisabilité d'un traitement de surface par projection combinée Jet d'Azote Supercritique - Projection Dynamique à Froid sur alliages métalliques, TJFU / P&I « Physique et Ingénierie » (Univ de Strasbourg) 22/03/2016 - 22/09/2016 Encadrement : A. Tazibt (40%), A. Rubin (30%, P. Brenot (30%)
Yassine Hajji	Modélisation par Eléments Finis d'un procédé de décapage par jet d'azote cryogénique, TJFU / LEM3 01/03/2015 - 22/06/2015 1 Publication Encadrement : A. Tazibt (34%), T. Grosdidier (33%), D. Entemeyer (33%)
Bruno Jacques	Etude du nettoyage de peintures par jet d'azote cryogénique haute pression, TJFU / LEM3 22/02/2015 - 22/06/2015 Encadrement : A. Tazibt (34%), T. Grosdidier (33%), D. Entemeyer (33%)
Yosri Khalsi	Etude de modification physique de surface d'un polymère synthétique par jet d'azote supercritique, TJFU / LPMT (HHA) 02/03/2015 - 17/09/2015 Encadrement : A. Tazibt (50%), F. Heim (50%)
Malik Boudia	Traitement de l'alliage de titane TA6V par Jet d'azote à haute pression et à basse température, TJFU / LEM3 22/03/2014 - 22/06/2014 Encadrement : A. Tazibt (34%), B. Bolle (33%), E. Fleury (33%)
Mohamed Zernoufi	Interaction d'un jet d'azote supercritique chargé de particules impactant à très grande vitesse des composites, TJFU / LPMT (UHA) 01/04/2014 - 06/10/2014 Encadrement : A. Tazibt (50%), F. Heim (50%)
Francis K. M. Adzima	Modélisation et analyse des contraintes thermiques générées par l'impact d'un jet d'azote basse température, CRITT-TJFU / LEM3 - DAMAS 22/02/2013 - 22/06/2013 Encadrement : A. Tazibt (25%), T. Grosdidier (25%), B. Bolle (25%), D. Entemeyer (25%)
A/Karim Ezzedine	Procédés de décapage par jet fluide sous hautes pressions : Etude des interactions jets – matières sur cas industriels, TJFU / LPMT (UHA) 20/02/2013 - 20/07/2013 Encadrement : A. Tazibt (50%), F. Heim (50%)
Víctor Alfonso Munoz Cuartas	Etude exploratoire de la microstructure d'alliages d'Acier inox et de Titane après traitement par un jet d'azote hypercritique, TJFU / LEM3 22/04/2012 - 22/09/2012 Encadrement : A. Tazibt (33%), T. Grosdidier (34%), B. Bolle (33%)
Mustapha Yahiaoui	Redéploiement énergétique de la découpe par jet fluide dans le BTP : Application à la découpe de carrelage, TJFU / LPMT (UHA)

	15/02/2012 - 28/09/2012 Encadrement : A. Tazibt (34%), F. Heim (33%), A. Collaine (33%)
Germán Berrio-Marin	Traitement des surfaces par impact de jet d'azote, TJFU / LEM3 01/03/2018 - 14/06/2011 Encadrement : A. Tazibt (34%), A. Tidu (33%), T. Grosdidier (33%)

Liste des projets d'ingénieurs, 5ème année (PFE)

Nivelet Jennifer	Contribution à l'étude et conception d'une machine spéciale d'usinage multi matériaux par jet fluide basse énergie, JFU / ESSTIN « Matériaux /conception machine spéciale » 17/04/2013 - 17/09/2013 Encadrement : A. Tazibt (50%), F. Thiebaud (50%)
XU Qianran	Etude et conception numérique de la chambre de collimation d'un jet d'eau sous très haute pression, TJFU / ESSTIN « MFE GEMMES » 21/02/2010 - 20/09/2010 Encadrement : A. Tazibt (50%), M. Khalij (50%)

6.5 Participation à des jurys (thèses, masters recherche, ingénieurs)

6.5.1 Participation à des jurys de thèses de doctorat

1. Invité : Thèse de Mengya LI (Pr M. EL-Ganaoui), Caractérisation Expérimentale et Modélisation du Panneau Composite Bois-Ciment, Univ. de Lorraine, Longwy. Date de soutenance : 10/12/2018
2. Azza Zerriaa, taux d'encadrement : A. Tazibt (25%) ; M. EL-GANAOUI (25%), Professeur ; C. Gérardin (25%), Professeur ; S. Gabsi (25%), Professeur. Date de soutenance : 06/07/2018
3. Mustaoha Yahiaoui, taux d'encadrement : A. Tazibt (33%) ; T. Grosdidier (34%), Professeur ; Denis Entemeyer (33%), Date de soutenance : 13/12/2017
4. Laurent Weiss, taux d'encadrement : A. Tazibt (33%) ; M. Aillerie (34%), Professeur ; A Tidu (33%), Professeur. Date de soutenance : 05/07/2013
5. Hicham Laribou, taux d'encadrement : A. Tazibt (25%) ; C. Fressengeas (25%), Professeur ; D. Entemeyer (25%) ; V. Jeanclaude (25%). Date de soutenance : 12/10/2011
6. Patrice Dubs, taux d'encadrement : A. Tazibt (33%) ; R. Benelmir (33%), Professeur ; M. Khalij (33%). Date de soutenance : 05/11/2010

6.5.2 Participation à des jurys de masters recherche

1. Francy Andriama., CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; T. Grosdidier ; D. Entemeyer
2. Amazigh Salahi, CRITT / TJFU LEMTA, A. Tazibt; David Lacroix
3. Yassine Hajji, CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; T. Grosdidier ; D. Entemeyer ; J. Serri
4. Bruno Jacques, CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; T. Grosdidier ; D. Entemeyer
5. Yosri Khalsi, CRITT TJFU / LPMT (UHA), A. Tazibt ; F. Heim
6. Malik Boudia, CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; B. Bolle ; E. Feury
7. Mohamed Zernoufi, CRITT TJFU / LPMT (UHA), Tazibt A; F. Heim
8. F. Adzima, CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; T. Grosdidier ; D. Entemeyer ; B. Bolle
9. Abdelkarim Ezzedine, CRITT TJFU / LPMT (UHA), A. Tazibt ; F. Heim
10. Victor Munoz, CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; T. Grosdidier ; D. Entemeyer ; B. Bolle
11. Mustapha Yahiaoui, CRITT TJFU / LPMT (UHA), A. Tazibt ; F. Heim
12. Germán Berrio-Marin, CRITT TJFU / LEM3, A. Tazibt ; T. Grosdidier ; A. Tidu

6.5.3 Participation à des jurys d'ingénieurs

1. Jennifer Ascani, CRITT TJFU / ESSTIN, A. Tazibt ; F. Thiebaud
2. Qian Ran, CRITT TJFU / ESSTIN, A. Tazibt ; M. Khalij

7. Présentation synthétique des activités de valorisation et de transfert

7.1 Synthèse des activités de valorisation : projets collaboratifs européens et nationaux

Depuis 1998, je me suis beaucoup investi dans de nombreuses collaborations de recherche industrielle à différents niveaux : européen (H2020, PCRD, INTERREG), national (ADEME, ANR., FUI) et partenariat industriel (LISI AEROSPACE, CROSSJECT, WIG France, CEA LETI, FIVES STEIN MANUFACTURING, etc..). Lors de ces collaborations, mon implication a été de différentes façons et a des degrés divers de responsabilité : responsabilité scientifique et technique totale ou partielle du projet pour l'équipe ou responsabilité globale du projet de recherche en tant que coordonnateur.

7.1.1 Projets collaboratifs européens :

[PR Int 1] : H2020 Clean Sky (2019-2020), *CO3 - COld sprayed COating on Composite*, Projet Nbr. CS-831979, Budget 699 k€,
Partenaires recherche : LIST (Luxembourg), CRITT TJFU, CM2T, Mines ParisTech, Ditex (UL).
Partenaire industriel : POLSKIE ZAKLADY LOTNICZE SP. Z O.O (Pologne)
(**Abdel Tazibt**, responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Abstract: CO3 project aims at investigating the abilities of Cold Spray deposition for robotized metallization of aeronautic polymer and composites parts especially for lightning protection. To fulfill such a target, experimental Cold Spraying investigations will be carried out. A better understanding of the relationship between cold spray variables and performance of the conductive coating is required. At the same time, the reliability of the process must be assessed, in order to assure the possibility to reach aeronautic standards. Over the last decade, thermal spray technologies progressed from a rudimentary process relatively difficult to control towards an increasingly precise one. Conventional thermal spray like plasma spray, arc spray and HVOF on CFRP have been tested with much mitigated results. Dedicated equipment and associated processes can now be tailored according to the properties of both deposited material and required coatings. These limitations seem to be overcome thanks to the newest spray process, namely the Cold Spray (CS). Nevertheless, feasibility and optimization investigation of the CS is required to enable this innovative process to comply with prospective aircraft applications in a safe and optimized way. The CO3 project will therefore target the full implementation of the Cold Spray process development from the first demonstrations up to the metallization of a polymer or CFRP front landing gear fairing.

The objectives of the project are (i) to understanding the influence of spraying variables, substrates nature and powder characteristics on the mechanical and thermos-physical properties of the conductive coatings, (ii) to improve cold spray metallization of polymer based substrates as well as deposition efficiency and microstructure characteristics. CO3 achievements will directly contribute to the improvement of non-metallic substrate metallization by the Cold Spray process, to the process qualification for aeronautical application and will establish the definition of related technology guidelines for the benefit of the future aerospace industry.

[PR Int 2] : INTERREG FAFIL (2018-2022), *Fabrication additive par dépôt de Fil. Budget* : 3 323 k€.
Partenaires recherche : INSTITUT DE SOUDURE, CRITT TJFU, Univ de Luxembourg, Univ de Liège, Universität des Saarlandes (Allemagne), Centre de Recherche Métallurgique (Belgique)
Partenaires industriels : Pôle de Compétitivité MATERALIA, SIRRIS (Belgique), CENAERO (Belgique) Coordinateur : INSTITUT DE SOUDURE
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet FAFIL a pour objectif de développer un nouveau procédé de fabrication additive (FA) par Laser Fil destiné aux pièces de grandes dimensions. Il s'agit d'étudier les mécanismes mis en jeu lors de la construction de couches successives d'un cordon de métal fondu par le laser : modifications métallurgiques, déformation, influence du refroidissement sur la microstructure du matériau et la déformation. Les paramètres process ainsi que le la gestion thermique et le polissage par érosion jet fluide au jet d'azote supercritique constituent les variables de la méthode de fabrication FAFIL. Des démonstrateurs de pièces représentatives des secteurs de l'énergie et de l'aéronautique seront réalisés au sein de l'Institut de Soudure en liaison avec la plateforme Surfo3m de TJFU. Les résultats feront l'objet d'une action de diffusion au sein des entreprises. Le projet réunira les moyens et les compétences clés en soudage, post-traitement, métallurgie, robotique, optimisation topologique, simulation numérique disponibles dans la Grande Région. Il favorisera la cohésion et la coopération transfrontalière, dans le domaine de la FAFIL, par la création d'un réseau d'excellence pérenne.

[PR Int 3] : CRAFT 4PCRDT (1998-2002), *Study and Development of a Descaling System of Metallic Wire and Tube Using High Pressure Water Jet*, BRST-CT98-5405, Budget : 527 k€.
Partenaires recherche : CRITT TJFU, Université Polytechnique de Milan (Italie), Partenaires industriels : EFA Chemie (Allemagne), PBS (Royaume Uni), LLS (Italie), Tecnocut (Italie), PROCER (France)
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Abstract: The proposal aims to study and develop a system for descaling metallic wire and tube using high pressure water jet. The critical parameters of the system consist in hydraulic, geometrical, kinematics, physical and chemical and descaling parameters. As the appropriate experimental device does not exist so far, an experimental set-up will be built. It will involve a high pressure pump, an appropriate descaling head, a mechanical control system, and a waste catching and treatment station. The risk level is high because of both originality of the research and the new experimental installation requirements. The descaling operation will consist to feed the wire into the head where one or several water jets will have to descale the surface of the wire, while the waste will be captured and analyzed. The experimental investigations will make it possible to characterize substrate to be treated and to highlight the influence of working parameters. Based on the experimental results, a mathematical model will have to be established to control the descaling process. This innovative clean descaling system complies with quality certification and automation in substitution of both chemical and mechanical systems used in the wire-drawing industry. In the short time term, the project addresses new plants of wire-drawing markets. And in both middle and long terms, it will open new applications related to descaling of all types of drawn products that are coated with various material such as composites, paint, etc. This work is conducted with the help of an Exploratory Award which included a Research Feasibility Study

7.1.2 Projets collaboratifs nationaux et régionaux :

[PRC 1] : ANR JAZOLTHOP (2006-2010), Procédé Propre et Performant de Préparation de Surfaces par Jet d'Azote Liquide sous Très Haute Pression, ANR-06-ECOT, Budget : 2 176 k€
Partenaires recherche : CRITT TJFU, LEMTA (Univ Henri Poincaré), LPMM (Université Paul Verlaine), CRITT METALL 2T. Partenaires industriels : TECHNILOR (57), PROCER (68), NITROCISION (USA). Projet labellisé par le pôle de compétitivité MIPI.
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet se propose de modéliser et d'optimiser un procédé innovant et propre de préparation de surface par Jet d'azote liquide sous très haute pression. Le principe du procédé consiste à projeter sur le revêtement un jet d'azote sous 3000 bars, vitesse supersonique et à -140°C, sans générer de déchets additionnels (recyclage naturel du gaz neutre dans l'atmosphère).

Les modélisations analytiques et numériques développées concernent, à la fois, l'écoulement du fluide bi-phasique (liquide-gaz) supercritique avec changement de phase à l'intérieur et à l'extérieur du conduit (buse), et les mécanismes d'enlèvement du revêtement sous l'action cryogénique et mécanique du jet. A température et pression données, la vitesse et l'énergie du jet découlent de l'équation non linéaire et à deux variables du mouvement, les concentrations des phases étant déterminées par une méthode appropriée. La simulation de l'écoulement sur « Fluent » permet d'optimiser la géométrie de la buse et d'obtenir un jet dont l'énergie est maximale donnant ainsi l'outil de référence.

La compréhension du processus d'interaction Jet-revêtement nécessite la simulation et la visualisation par caméra rapide des mécanismes d'endommagement sur échantillons idéalisés, ce qui permet d'implémenter le modèle de contrôle du procédé. Lequel est corrélé et validé par les résultats des tests de qualité des substrats obtenus par des essais de décapage d'échantillons représentatifs d'applications réelles. Ces essais sont réalisés sur une installation nitrogénique industrielle. Les modélisations et prototypes (buse optimisée, outil de décapage à haut rendement) formeront les résultats à protéger et à valoriser, grâce à la participation d'industriels, de centres de recherche et de transfert technologique, réunis dans un partenariat international. Ces livrables nécessiteront des développements futurs pour obtenir des prototypes pouvant être exploités dans un délai de 12 mois après le projet

[PRC 2] : ADEME/ANR HYBRID-LJET (2009-2014), *Développement d'un procédé hybride jet d'eau puissance laser sous très haute pression pour les applications de découpe multi matériaux et à fortes épaisseurs*, n° de contrat : 0874C0066, Budget : 2 502 k€
Partenaires recherche : CRT TJFU, LMOPS, LETAM, INSTITUT DE SOUDURE, CIRTES.
Partenaires industriels : ROVEL, ARCELORMITTAL. Projet labellisé par le pôle MATERALIA.
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objectif de développer un nouveau concept de procédé hybride propre et performant pour la découpe des matériaux y compris les matériaux épais. Le principe du concept consiste à combiner un jet d'eau sous très haute pression et un laser de puissance dans une chambre de collimation et de projeter le jet hybride à travers une buse de couplage de faible diamètre sur le matériau à découper. L'innovation réside dans le remplacement des abrasifs utilisés dans le procédé jet d'eau par un faisceau de façon que les deux outils jet d'eau et laser participent au phénomène de découpe. Le couplage optique d'un laser (1-5kW), son guidage par un jet d'eau jusqu'à 3000 bars et l'interaction du jet hybride avec un matériau épais (>1mm) constituent les verrous technologiques que les acteurs de recherche proposent de lever en réunissant des compétences spécialisées et complémentaires intégrant des industriels PME et grandes entreprises intéressées par les résultats. L'enjeu est environnemental : suppression de 8000 T/an de déchets, réduction d'émissions, consommations d'eau et d'énergie divisées par deux.

L'objectif du travail de recherche est de maîtriser les paramètres de formation du jet hybride dans des conditions extrêmes de pression et de diamètre de jet et de comprendre, par une approche scientifique expérimentale, l'interaction du jet hybride avec le matériau à découper, en vue de contrôler et d'optimiser le concept de procédé proposé. Le travail de recherche s'articule autour des activités de modélisation du couplage optique et le guidage d'un faisceau laser dans un jet d'eau sous très haute pression, phénomènes caractéristiques du couplage et du guidage optique sous THP avant l'impact avec le matériau à découper, interaction jet hybride – matériau, conception et fabrication d'un prototype de tête hybride expérimentale, caractérisation des effets thermomécaniques induits.

[PRC 3] : ADEME N2-SC (2013-2015), *Décapage physique neutre et sans émissions de revêtement par jet d'azote supercritique THP*, n° de contrat : 1281C0041, Budget : 620,57 k€
Partenaires recherche : CRITT TJFU, LRGP (Laboratoire Réaction et Génie des Procédés). Partenaires industriels : ROVEL TECHNOLOGIES, IFI PEINTURE.
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objectif d'étudier les émissions dans l'air de particules de peinture issues du décapage de peinture sur supports métalliques par la technique de jet d'azote supercritique, une technique physique et sans déchets additionnels utilisant un gaz d'azote neutre et abandon qui se recycle naturellement dans l'air après décapage et filtration adéquate. La technique proposée est en rupture avec l'existant, elle ambitionne de se substituer aux systèmes chimiques de décapage de peinture tels que les solvants. Elle se situe dans le contexte de l'interdiction des solvants chlorés tel que le Dichlorométhane (DCM). Le principe consiste à projeter à des vitesses supersoniques sur le revêtement polymère un jet d'azote très froid (-120 à -150°C). Sous l'effet du froid et de la contrainte mécanique de l'impact, le polymère se contracte rapidement et se fissure, le jet d'azote s'infiltre à travers les fissures, s'appuie sur le support et entraine le revêtement ainsi déstabilisé, nettoie et protège le substrat contre la corrosion.

Les caractérisations des émissions montrent que la concentration et la granulométrie (micro et nano) des particules émises dépendent des paramètres de décapage notamment la vitesse de balayage et l'épaisseur du revêtement. Les émissions sont réduites et majoritairement (près de 100 %) constituées de particules grossières millimétriques faciles à capter par gravité en utilisant un système de récupération à la source et de filtration, ce qui rend aisé le recyclage naturel de l'azote dans l'air. Cette performance environnementale en termes de réduction des déchets se conjugue également avec des gains une autre performance technique estimée à un pouvoir de décapage de 17 m²/h, une consommation d'énergie électrique de 22,5 kWh pour une consommation d'azote liquide de 0,72 m3 (liq) /h. Pour des consommations industrielles établies sur la base des résultats de l'étude expérimentale, le coût d'exploitation, hors amortissement de l'installation (22 EUR /h en 2x8 sur 10 ans), est évalué à 2,52 EUR /m² (base 0,06 EUR /litre d'azote liq) ouvrant ainsi des perspectives évidentes de déploiement industriel de la technologie azote supercritique

[PRC 4] : FUI SIRENAplus (2013-2016), *Surfaces Innovantes pour les Réseaux d'Eau des Nouvelles Agglomérations et la Réhabilitation des Réseaux Existants*, n° AAP : FUI AAP 14. Budget : 3 722,42 k€
Partenaires industriels : VEOLIA Environnement (Chef de file), ARKEMA AcXys, Saint-Gobain PAM, FERRY MECANIQUE. Partenaires recherche : LRGP, CRITT TJFU, LCPME, IS2M. Projet labellisé par le pôle de compétitivité MATERALIA.
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le réseau d'eau potable français compte 906 000 km de canalisations distribuant 6 Mds m3 d'eau par an. Il s'agit d'un parc hétérogène en termes de matériaux (Fonte, PVC, PEHD), et en termes d'ancienneté et de dépôts de tartre/biofilm. Un des enjeux majeurs pour les distributeurs d'eau est de garantir la qualité sanitaire de l'eau potable de l'usine jusqu'au point d'usage. Pour cela, il est indispensable de maintenir un résiduel de désinfectant afin d'éliminer les microorganismes et de prévenir leur prolifération. Ce projet ambitionne de développer des surfaces innovantes permettant de contrôler de manière préventive, la formation de dépôts de tartre et de biofilms de manière à limiter les risques de dégradation de la qualité d'eau. Ces surfaces innovantes doivent être applicables sur des canalisations neuves dans le cadre de travaux de renouvellement du réseau et sur des canalisations existantes dans le cadre de la réhabilitation. Deux types de surfaces innovantes seront développés en parallèle : les co-polymères à blocs nanostructurés et les hydrogels multicouches. Les voies d'élaboration choisies pour mettre en œuvre ces revêtements sont d'une part la pulvérisation pour les co-polymères à blocs et la technologie plasma froid pour les revêtements hydrogels d'autre part.

Ces technologies déjà maîtrisées industriellement permettent en effet d'élaborer des revêtements d'épaisseur contrôlée dans la gamme visée (de l'ordre du mm), de maîtriser la formulation et l'architecture du revêtement tout en assurant l'adhérence au matériau support. L'interaction entre les laboratoires académiques et les développeurs de matériaux permettra d'identifier les paramètres gouvernant les premières étapes du processus de formation du biofilm/tartre constituant des leviers matériaux. A partir d'une gamme exploratoire de surfaces innovantes, 3 étapes d'optimisation sont programmées. Les surfaces SIRENAplus seront développées de manière à répondre à différents enjeux technologiques, règlementaires et économiques imposés par l'application. Le choix de la surface à utiliser pourra par ailleurs être adapté à la qualité d'eau présente localement et au type de filière de traitement d'eau. Pour atteindre ces objectifs, SIRENAplus s'appuie sur un consortium de haut niveau réunissant à la fois des industriels fabricants de canalisations et des exploitants en passant par les fournisseurs des solutions de matériaux ou technologies de revêtements, appuyés par des laboratoires de R&D experts en matériaux et sur l'étude des biofilms.

[PRC 5] : FUI Planchers du Futur aéronautiques (2012-2016), *Développement d'un plancher aéronautique allégé et performant EN alliage de titane TA6V,* Budget : 3 290 k€.
Partenaires industriels : Figeac-Aéro (Chef de file), AIRB US, AVENTIS. Partenaires recherche : LEM3, TJFU, INST. DE SOUDURE. Projet labellisé par les pôles AEROSPACE VALLEY et MATERALIA.
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objectif de développer une méthode originale de fabrication de rails en alliage de titane TA6V des planchers d'avions, avec pour enjeu l'allègement des structures navigantes en particulier le A350. Il s'agit d'obtenir des ébauches de rails par soudage laser d'éléments simples, au plus près des côtes finales de rails conformes au standard AIRBUS, avec un minimum d'usinage de finition. L'étude comprend la conception des pièces et des configurations d'assemblage, le développement des outillages de mise en position et de bridage, le développement des modes opératoires pour les différentes séquences de soudage, l'étude mécanique et microstructurale des matériaux après assemblage. La technologie retenue est le soudage par laser à fibre de forte puissance pour ses assemblages, avec peu de déformation, associée à la préparation de surface par jet d'azote supercritique. Les verrous se situent au niveau des nuances métallurgiques relatives à l'utilisation de tôles de titane disponibles commercialement. En fait, de par les procédés mis en œuvre, les qualités de titane présentent des hétérogénéités microstructurales inhérentes aux procédés de mise en forme. Les résultats attendus devraient montrer que la solution retenue est viable, avec des gains de matière estimés à 17 % et une réduction du coût de fabrication de l'ordre de 30 % par rapport à une solution conventionnelle d'usinage dans la masse.

[PRC 6] : FUI Projet LOKI-R (2012-1015), *Développement d'un échangeur réacteur micro structuré pour la production du H_2,* Budget : 10 971 k€.
Partenaires industriels : AIR LIQUIDE (Chef de file), FIVES CRYO, 3DCeram. Partenaires recherche : IJL EEIGM, LSGC, SPCTS, INERIS, CRITT TJFU, INSTITUT DE SOUDURE. Projet labellisé par les pôles de compétitivité MATERALIA et POLE EUROPEEN CERAMIQUE.
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : L'objectif du projet est de développer une nouvelle approche de la production de gaz de synthèse par vaporeformage basée sur l'utilisation d'échangeurs/réacteurs micro-structurés à hautes performances. Ces réacteurs devront fonctionner dans des conditions sévères, c'est-à-dire à température élevée (600-900°C) et sous environnements très corrosifs, avec pour objectif de faire progresser la productivité, l'efficacité, la flexibilité et la fiabilité des unités actuelles de vaporeformage. LOKI R implique donc implicitement une nouvelle approche système de l'usine

de vaporeformage en termes de dimensionnement, architecture et tuyauterie. Il vise à répondre aux enjeux actuels et à anticiper les enjeux futurs du marché des gaz de synthèse, et en particulier de l'hydrogène. Ce dernier, dont la demande est croissante, est aujourd'hui principalement utilisé dans les procédés de raffinage des hydrocarbures pour répondre aux normes en matière de pollution atmosphérique (essence propre par réduction des teneurs en soufre) et dans la production chimique de base (méthanol, oxo-alcools, acryliques…). Toutefois, dans un avenir proche, cet hydrogène devrait aussi entrer massivement dans la chaîne de production des carburants liquides de synthèse à partir de gaz naturel, charbon, biomasse et même eau (voie nucléaire électrochimique).

Les objectifs sont multiples : (i) établir les spécifications requises (atmosphère, température, temps de séjour...) pour le fonctionnement du réacteur, notamment pour les aspects thermiques et thermochimiques des matériaux constitutifs, (ii) dimensionner et réaliser les tests mécaniques et thermo-hydrauliques, et finalement (iii) étudier et optimiser le réacteur en conditions opératoires. Le développement de deux types d'équipement est envisagé. Le premier est un échangeur de chaleur microstructuré haute température et, à ce titre, devant se substituer à court terme (3 ans) aux échangeurs industriels existants. Le second est un échangeur-réacteur catalytique microstructuré. Il sera développé en transposant le savoir-faire acquis sur l'échangeur simple en y ajoutant l'aspect synthèse et dépôt de catalyseur. Les équipements développés dans le cadre de LOKI R sont susceptibles d'intégrer l'architecture globale d'une usine de vaporeformage.

[PRC 7] : MATRIX (2015-2017), *Développement de PRocédés d'Activation et de Commutation Réactive des Matériaux,* Budget : 480 k€.
Partenaires : CRITT TJFU, CM2T, IREPA LASER, CIRTES, CERFAV, INSTITUT DE SOUDURE
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le ressourcement proposé a pour objectif d'étudier les éléments scientifiques et techniques des interactions thermo-physiques et physico-chimiques induites lors de l'impact d'un flux de N2 supercritique grande Vitesse et basse Température gVbT sur un matériau poreux de type bois. Des charges fonctionnalisantes peuvent être incorporées au flux gazeux gVbT pour former un jet hybride N2+R (R : charge) capable d'étendre de façon importante les techniques d'obtention et de contrôle des propriétés physiques (thermiques, massiques, électriques, chimiques ..) de surface des matériaux poreux comme par exemple l'incorporation des propriétés électriques (chauffage), antistatiques, thermiques ou des propriétés commutables (Eco-bâtiment, résistance aux UV et au feu…), des propriétés chimiques protectrices ou retardatrice de nuisances (anti moisissure, anti bactérienne). Le projet consiste à vérifier la faisabilité de la recherche autour de trois volets donnant un ressourcement cohérent: - une recherche académique pour observer et comprendre les mécanismes directement liés aux transferts de chaleur et de masse y compris les réactions chimiques activées (LERMAB Nancy-Longwy), - technologique (CRITT TJFU) avec l'apport d'un procédé innovant de transport physique capable d'incorporer, par excitation mécanique, les agents fonctionnels dans les porosités en utilisant un banc d'essais, - applicatif avec des essences courantes de matériaux représentatifs de la demande industrielle (CRITT BOIS). Un objectif complémentaire consiste à rechercher l'équilibre entre recherche académique, applications industrielles et capacités d'industrialisation et de transfert avec comme exigence finale le développement d'une solution technologique en rupture, maitrisée, contrôlable et encadrée scientifiquement.

[PRC 8] : PRACORMAT (2017-2019), *Développement de PRocédés d'Activation et de Commutation Réactive des Matériaux,* Budget : 1 207,2 k€.
Partenaires : TJFU, CM2T, IREPA LASER, CIRTES, CERFAV, INSTITUT DE SOUDURE
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : PRACORMat entre dans le cadre du programme de recherche FMSI (Fonctionnalisation des Matériaux et des Surfaces et Interfaces FMSI) adossé à la plateforme SURFO'3M du CRITT TJFU. Il a pour objectif d'étudier et de développer, à l'échelle de laboratoire, des surfaces réactives multifonctions aux propriétés nouvelles en contradiction avec le matériau substrat. Les surfaces réactives obtenues doivent intégrer les commutations requises des matériaux du futur telles que la conduction / isolation, adhésion / anti adhésion, blindage électromagnétique, texturation. Pour élaborer ses surface réactives, différents procédés innovants propres et durables seront étudiés et mis en œuvre, à savoir l'azote supercritique cryogénique / jet d'eau sous hautes pressions, le Cold Spray et le laser / CLAD. Le CRITT TJFU est coordinateur scientifique et technique de PRACORMat. Il apporte des contributions dans le développement de surfaces réactives par ses procédés N2 / H2O et Cold Spray.

[PRC 9] : DINAMITE (2017-2019), *Développement de solutions technologiques INdustrielles pour l'Assemblage Métal/composITE,* Budget : 790,7 k€
Partenaires : INSTITUT DE SOUDURE (Coord.), CRITT TJFU, CM2T, IREPA LASER.
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : DINAMITE ambitionne de développer et optimiser une solution technologique permettant l'assemblage hybride métal/composite tout en respectant les contraintes du secteur automobile et aéronautique. Au travers de ce projet, différents procédés d'assemblages seront investigués, testés et comparés. En parallèle, un travail sur la préparation des surfaces sera également effectué pour améliorer les performances et la durabilité des assemblages hybrides. A l'issue du projet, le procédé d'assemblage sélectionné et optimisé associé à une préparation de surface adéquate, permettra la réalisation de démonstrateurs échelle réduite.

[PRC 10] : DIAVEM (2017-2019), *Développement de solutions technologiques Industrielles pour l'Assemblage VErre/Métal*. Budget : 430,7 k€
Partenaires : INSTITUT DE SOUDURE (Coord.), TJFU, CM2T, IREPA LASER, CERFAV.
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : DIAVEM ambitionne de développer et optimiser une technologie innovante permettant l'assemblage hybride métal/verre et/ou verre/verre. Au travers de ce projet, différents procédés d'assemblages seront investigués, testés et comparés. En parallèle, un travail sur la préparation de surface sera également effectué pour améliorer les performances et la durabilité des assemblages hybrides. A l'issue du projet, le procédé d'assemblage sélectionné et optimisé associé à une préparation de surface adéquate permettra la réalisation de démonstrateur(s) échelle réduite.

[PRC 11] : HYBRIDE FAB-ADD (2017-2019), *Hybridation des procédés de fabrication additive et d'usinage avancé pour des applications outillages,* Budget : 1 590,2 k€.
Partenaires : IREPA LASER (Coord.), CRITT TJFU, CM2T, CIRTES, CERFAV, INST. DE SOUDURE
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet vise à développer des méthodes de fabrication additive obtenues par hybridation des procédés maitrisés par les partenaires participants : le CLAD (projection de poudre en fusion par laser du (IREPA LASER), l'ARC FIL Laser (dépôt de matière par fil (IS), la STRATOCONCEPTION (CIRTES) et le COLD SPRAY (CRITT TJFU, CM2T). L'enjeu technologique est de proposer aux industriels des solutions innovantes propres et durables pour la fabrication additive et rapide de pièces techniques aux propriétés mixtes. La contribution de TJFU consiste à étudier et à expérimenter son procédé Cold Spray pour la fabrication de pièces par la projection de poudres métalliques sans fusion de la matière en complémentarité avec les procédés des partenaires (CLAD, ARC FIL Laser, STRATOCONCEPTION). L'objectif est d'obtenir des propriétés additionnelles comme par exemple l'ajout d'une fonction à gradient thermique à une

pièce élaborée préalablement par Fabrication additive CLAD /ARC FIL/STRATO. Selon les besoins des hybridations, TJFU apportera également une contribution dans le post traitement (polissage par jet fluide) des pièces obtenues par fabrication additive. Enfin, une matrice comparative des techniques de fabrication additive sera établie avec, à l'appui, la production de démonstrateurs échantillons pour diffusion auprès des industriels.

[PRC 12] : ICEEL PRESSALU (2011-2013), *Solution propre et performante de préparation de surface pour l'élimination des porosités lors du soudage de l'aluminium,* Budget : 400 k€.
Partenaires : CRITT TJFU, INSTITUT DE SOUDURE, IJL (équipe CP2S)
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objectif de développer une solution propre et performante de préparation de surface pour l'élimination des porosités lors du soudage de l'aluminium. La technologie de traitement de surface proposée consiste à projeter sur la surface du matériau un jet d'azote supercritique sous haute pression (3500 bar) et basse température (-140°C). Le but est d'enlever de façon contrôlée avant soudage l'alumine qui recouvre naturellement la pièce d'aluminium. C'est cette couche qui est à l'origine de la formation de porosités où siège les gaz H2 insoluble dans l'aluminium et l'oxygène qui se forment par vaporisation à haute température des molécules H2O, humidité ambiante. Ces porosités ont pour effet d'abaisser la tenue mécanique de l'assemblage par soudage. Toutes les techniques traditionnelles de préparation de surface (chimique, mécanique) utilisés couramment dans l'industrie se heurtent à la difficulté d'enlever efficacement la couche d'alumine. La technique de jet d'azote présente un fort potentiel en termes d'efficacité d'enlèvement de cette couche par la combinaison des effets thermique (cryogénie) et mécanique (pression) mais la littérature la concernant est vierge. Le projet a pour objectif primordial de comprendre et de contrôler les effets et les mécanismes de l'action d'un tel jet dans les conditions extrêmes de froid et de pression. Le sujet abordé est novateur. En cas de succès, il permettra de proposer une solution en rupture performante et écologique pour les industries des transports aériens, terrestres et l'énergie, domaines de l'ICEEL, où l'allègement des structures et la réduction des déchets sont très recherchés et vecteurs de l'accroissement de la compétitivité.

[PRC 13] : ICEEL CASTSURF (2012-2014), *Modification superficielle par traitements inédits de diffusion chimique et thermomécanique sur pièces moulées en alliages ferreux,* Budget : 84,4 k€.
Partenaires : CTIF (Coord.), CRITT TJFU, IJL (équipe CP2S)
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objet d'étudier la faisabilité de deux solutions de modification superficielle sur pièces de fonderie : une développée par CTIF, consistant en un enrichissement localisé en éléments ciblés via la diffusion de poudres métalliques in situ (dans le procédé de fonderie, à la coulée) ; l'autre développée par TJFU, consistant en un traitement aval thermomécanique par refroidissement rapide et contrôlé en utilisant la technique du jet d'azote supercritique. Il s'agit de mettre au point et de réaliser les premières qualifications des deux technologies, sur des nuances ciblées, et d'évaluer leur capacité à aboutir à une (des) solution(s) compétitive(s) améliorant les propriétés de surface dans des zones choisies sur des pièces de fonderie en matériaux usuels. Un juste équilibre est à trouver entre travaux de recherche, domaines d'application et capacité d'industrialisation. C'est l'ensemble de ces aspects qui sera abordé dans le cadre du projet, qui constitue une phase exploratoire sur les deux technologies évaluées.

[PRC 14] : ICEEL COSTHEDI (2018-2020), *Couplage Cold Spray Thermodiffusion pour le développement de dépôts fonctionnels à gradient de propriétés*, Budget : 220 k€.
Partenaires : CRITT M2T (Coord.), CRITT TJFU, CTIF (Coord.), IJL (équipe CP2S)
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet vise à développer une méthode originale de protection des outillages de fonderie en alliages légers par combinaison de procédés innovants. La préparation de surface sera effectuée par projection d'azote supercritique. Elle sera associée à des dépôts métalliques réalisés par Cold spray. Une phase de diffusion en température, ayant pour but de créer des espèces intermétalliques, sera associée à une phase de diffusion d'espèces réactives (azote et ou carbone) destinée à former des nitrures et/ou des carbonitrures mixtes à base de Ti, d'Al et de Cr. De tels composés sont réputés très peu sensibles à la dissolution par l'aluminium liquide. Cette approche originale doit permettre de créer des revêtements plus épais, que leurs homologues développés dans l'industrie à l'heure actuelle. L'objectif est d'obtenir une durée de vie des revêtements accrue tout en étant associée à une excellente tenue aux cyclages thermomécaniques très importants que subissent les outillages de fonderie. La finalité de ce projet est d'augmenter la durée de vie des outillages de fonderie, de réduire drastiquement les opérations de reprise des outillages (suppression des décapages en bains de soude…) et d'améliorer la productivité des chantiers de moulage la qualité des pièces produites. L'étude des revêtements transformés par traitements de diffusion permettra d'obtenir des résultats originaux d'un point de vue scientifique. La maîtrise des conditions opératoires ainsi que l'étude du comportement des dépôts sous aluminium nous permettront, après le projet, de développer des collaborations industrielles et d'augmenter le TRL du concept proposé dans le cadre de projets collaboratifs nationaux ou européens.

[PRC 15] : ICEEL SOPRODSYSE (2019-2021), *Solution de protection Durable de systèmes enterrés,* Budget : 425 k€.
Partenaires : CRITT M2T (Coord.), CRITT TJFU, CTIF (Coord.), IJL, GEORESSOURCES.
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet SOPRODSYSE a pour objet de développer une méthode originale d'élaboration physique d'une couche barrière anticorrosion pour la protection de systèmes enterrés. Cette méthode combine des procédés innovants maitrisés mais posant les problèmes relatifs aux couplages des métallurgies en jeu. La préparation de surface sera effectuée par projection d'azote supercritique chargée de particules céramiques abrasives. Elle sera associée à des dépôts métalliques réalisés par le procédé cold spray. Enfin une étape finale de conversion sur l'épaisseur partielle ou totale du dépôt par MAO (Metal Arc Oxidation) sera mise en œuvre afin de transformer le revêtement métallique en une couche céramique offrant des propriétés tribologiques renforcées (Abrasion, frottement). Cette approche innovante doit permettre de créer des revêtements beaucoup plus épais, que leurs homologues développés dans l'industrie à l'heure actuelle sur des substrats de natures très différentes. L'objectif est d'obtenir une durée de vie accrue des systèmes enterrés de manière provisoire ou définitive (forage, stockage, adduction de fluides…). L'étude des revêtements transformés par traitements de diffusion permettra d'obtenir des résultats originaux d'un point de vue scientifique. La maîtrise des conditions opératoires ainsi que l'étude du comportement des dépôts sous aluminium nous permettront, après le projet, de développer des collaborations industrielles et d'augmenter le TRL du concept proposé dans le cadre de projets collaboratifs nationaux et européens.

[PRC 16] : ICEEL-MICA BIOSURF (2017-2019), *Etude comportementale de modification physique de surface par voie sèche d'un matériau de synthèse biocompatible pour la réparation de tissus biologiques,* Budget : 342,6 k€.
Partenaires : CRITT M2T (Coord.), CRITT TJFU, LPMT (UHA), BIOS (Unis de Reims).
(**Abdel Tazibt,** responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Des travaux menés sur l'amélioration des performances des valves cardiaques, ont mis en évidence la nécessité de texturer ou fonctionnaliser la surface des fibres polymères afin d'optimiser le comportement *in vivo* de la valve. Les technologies de traitement de surface par PROJECTION d'azote à « froid » et à « chaud », pourraient être particulièrement intéressantes pour la modification et la fonctionnalisation physiques de surfaces de tels polymères

biocompatibles. En effet, elles permettraient de modifier mécaniquement la rugosité des fibres constituant le tissu. Aujourd'hui, la topographie d'un tel textile, est imposée par l'arrangement fibreux qui reste limité en termes de possibilités. L'interface de la structure fibreuse avec le milieu extérieur s'en trouverait alors modifiée. Plusieurs projets de recherche stratégiques actuellement en cours au niveau des partenaires ICEEL TJFU et MICA LPMT pourraient nous permettre d'explorer les méthodes de texturation mécanique. L'objectif de ce projet exploratoire, est de vérifier comment et jusqu'à quel degré les modifications obtenues physiquement sur la surface d'un substrat polymère synthétique typiquement un PET « polyéthylène téréphtalate » biocompatible, par la projection d'un flux de N_2 et de particules à « froid » et à « chaud ». Et vérifier si ces méthodes permettent de conférer au matériau biotextile des fonctions particulières comme rendre le matériau moins inflammatoire (anti fibroblaste) dans le cas du biotextile.

La faisabilité technologique du process sur des polymères PET et PMMA, a été démontrée par TJFU dans le cadre de précédents projets de masters en partenariat avec le LPMT (Laboratoire de Physique et Mécanique Textile). Ce dernier travaille au développement d'une prothèse de valve cardiaque synthétique textile qui puisse être implantée par chirurgie non invasive. Le projet s'inscrit dans l'un des axes de recherche de fonctionnalisation de telles fibres pour rechercher des solutions aux problèmes d'interactions du dispositif avec les tissus biologiques (formation exagérée fibrose au contact du textile, calcification). La modification de la topographie de la surface des fibres permettrait : (1) d'augmenter la surface spécifique du substrat offerte à une fonctionnalisation chimique éventuelle, (2) d'embarquer des particules ayant une fonction biologique sur les fibres (protéines, médicaments.) dans le but de favoriser les réactions biologiques face à la mise en place de l'implant textile, (3) de rendre la surface des fibres plus texturée pour limiter la formation de fibrose sur l'implant. Le concept pourrait s'appliquer, à terme, à d'autres dispositifs comme les prothèses vasculaires ou les filets à hernie.

[PRC 17] : ICEEL-ARTS ULTRADUR (2015-2017), *Dépôts de couches minces fonctionnelles anti-abrasion pour le développement d'un outil d'usinage par érosion à froid des matériaux ultra-durs,* Budget : 120 k€.
Partenaires : CRITT TJFU, IJL (UL), LEM3/ARTS (UL).
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Les matériaux modernes ultra-durs tels que les carbures de silicium, le silicium pur ou le saphir, entrent dans la fabrication de produits électroniques, optiques ou mécaniques à haute valeur ajoutée, où la performance est liée à l'enjeu de l'allègement et l'intensification. Cependant, le développement de tels matériaux se heurte à leur dureté et leur fragilité, ainsi qu'au problème d'usure rapide (<2min) des outils d'usinage de forme, ce qui rend difficile toute opération d'usinage. Les besoins en de nouvelles solutions d'usinage sont énormes au regard de l'essor sans précédent que connaissent les nouvelles technologies de miniaturisation et d'intensification. L'usinage jet d'eau semble le mieux adapté : le ressourcement a pour objectif de développer des surfaces métalliques innovantes aux caractéristiques exceptionnelles au niveau de l'outil, capables de résister à l'abrasion sous l'impact supersonique de particules très dures en B4C. Les surfaces ultra dures qui seront issues du projet constitueront, à moyen et long termes, les outils de demain d'usinage par jet fluide des matériaux adressés, répondant au problème de l'usinage de forme des matériaux ultra-durs avec des performances de durée de vie et de coût permettant d'envisager une industrialisation. A notre connaissance, le sujet abordé n'aurait pas d'équivalent au niveau international. Le verrou scientifique et technique réside dans le dépôt par PVD de couches minces dures (SiC, DLC) sur un substrat moins dur (Acier 316L), en raison des contraintes importantes à l'interface. L'autre verrou est la maitrise de l'abrasion à faible angle d'impact de particules supersoniques. Le projet est la première phase de recherche qui permet de lever les verrous, et aboutir, dans une seconde phase, à un outillage performant jet fluide abrasif à longue durée de vie pour servir le marché de l'usinage des nouveaux matériaux ultra-durs.

7.1.3 Projets collaboratifs de ressourcement hors Carnot

[PRC 18] : ENPSJET CPER 2015/2020, *Etude et développement d'un procédé hybride de fonctionnalisation avancée des matériaux par azote supercritique à injection directe de cold spray sous haute pression,* Budget : 1 147 k€.
Partenaires : CRITT TJFU, CTIF, CRITT M2T
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objectif d'étudier le comportement de jets fluides complexes impactants basés sur la combinaison de l'azote supercritique et du Cold spray. Il s'agira de mener les investigations portant sur les processus de mélange et de projection de poudres dans un flux de gaz d'azote en ambiance extrême de température (entre +500 °C et -178°C) et de pression (entre 50 et 3500 bar). Les expérimentations seront réalisées sur des installations de projection de jet d'azote et de de cold spray, et des équipements de mesure et de caractérisation des jets. La compréhension des phénomènes induits lors de la combinaison des jets considérés, devrait conduire au développement de nouvelles méthodes performantes de dépôt de revêtement par Cold Spray assisté jet d'azote supercritique. Adossé à la création au sein du TJFU de la plateforme de fonctionnalisation et de traitement des matériaux SURFO'3M, la valorisation de la recherche issue du projet ENPSJET permettra d'accroitre les capacités scientifiques et technologiques de transfert des équipes.

[PRC 19] : MECADEF CPER 2015/2020, *Etude et développement d'un procédé hybride de fonctionnalisation avancée des matériaux par azote supercritique à injection directe de cold spray sous haute pression,* Budget : 1 688 k€.
Partenaires : CRITT TJFU, CTIF, CRITT M2T
(**Abdel Tazibt, Coordinateur** et responsable scientifique sur les activités de valorisation)

Résumé : Le projet a pour objectif de développer des techniques industrielles innovantes et à faible impact environnemental, permettant d'élaborer des matériaux fonctionnels, allégés, à haute valeur ajoutée. Ces matériaux sont par exemple utilisés pour les coques texturées de smartphones, les nouveaux moteurs de réacteurs d'avions, les poêles de cuisson, les pièces obtenues par fabrication additive, etc. Les partenaires doivent étudier et élaborer ces matériaux en utilisant la projection par voie sèche d'un gaz d'azote embarquant des poudres (métalliques, alliages, composites) sur les matériaux bruts (aciers, fontes, alliages, céramiques, composites, plastiques, etc.) des pièces à fonctionnaliser. L'originalité du programme MECADEF réside dans l'élaboration de surfaces texturées capables de recevoir des dépôts techniques plus performants, au-delà de ce qui se fait à présent, comme par exemple rendre rigide une feuille très fine d'aluminium pour la protection des téléphones portables et alléger la masse, protéger les pales d'un réacteur d'avion par une couche très résistante à la température. Grâce aux soutiens du GIP Objectif Meuse, de la région et de l'Etat (CPER), la Meuse, à travers le CRITT TJFU, se dotera de la plateforme SURFO'3M, unique en Europe, de développement des matériaux du futur par la fonctionnalisation en voie physique.

7.1.4 Projets collaboratifs nationaux soumis mais non retenus :

[PRC 1] : FUI Surf'In (dépôt novembre 2015), *Ingénierie de surface de pièces métalliques à canaux internes complexes issues de fabrication additive,* Budget : 3 290 k€
Partenaires industriels : THALES TCS (Chef de file.), AXON CABLE, DEC SAS. Partenaires de recherche : ENSAM Paris, IJL, LEMTA, UTBM, CRITT TJFU, CRITT M2T, Institut de Soudure. Projet labellisé par les pôles de compétitivité MATERALIA, Microtechniques et Mov'eo.

Résumé : Le projet SURF'IN a pour ambition de permettre la réalisation de pièces complexes comme les pièces radiofréquences et les connecteurs rotatifs en fabrication additive en traitant les problématiques en amont et en aval du procédé. La finalité du projet est de passer de pièces

réalisées dans des procédés conventionnels comme l'usinage, l'argenture et le brasage, très onéreux et très longs (plusieurs mois), à des pièces moins coûteuses et pouvant être obtenues beaucoup plus rapidement. Le projet SURF'IN se concentre sur les cavités internes des pièces réalisées en fabrication additive et sur les difficultés induites par ces zones, inaccessibles par procédés classiques. La fabrication additive associée aux post-traitements proposés doit permettre d'améliorer la qualité des pièces (diminution de la rugosité, maîtrise de l'état métallurgique, etc.) ; augmenter la conductivité de surface, la résistance à la corrosion et diminuer la rugosité des zones internes ; de comprendre et donc anticiper les caractéristiques des pièces réalisées par ce procédé : outils d'aide à la conception, anticipation des différences de rugosité en fonction de l'orientation des pièces, etc. SURF'IN ciblera les applications dont nécessitant la réalisation de pièces en monobloc avec des performances au moins équivalentes à celles obtenues avec des procédés classiques.

[PRC 2] : ANR 2MeTCH-Mat (dépôt octobre 2015), *Étude multi-échelles des mécanismes de transferts couplés de chaleur, d'air et d'humidité dans les matériaux de construction. Optimisation des propriétés thermohydriques pour la durabilité des bâtiments,* Budget : 2 580 k€
Partenaires de recherche : LaSIE (Coord.), CETHIL, LMT, LERMAB, CRITT TJFU,
Le projet a été accepté en Phase 1 de la procédure de sélection ANR

Résumé : Ce projet a pour objectif de comprendre l'influence des paramètres géométriques des matériaux d'enveloppe sur les mécanismes de transferts couplés de chaleur, d'air et d'humidité à différentes échelles afin de prédire le comportement du bâtiment dans le but de le piloter. L'objectif final est d'améliorer le bâtiment dans sa durabilité. Pour cela une approche hybride sera mise en place. Elle consiste à comprendre les phénomènes physiques dominants et leurs interactions à l'échelle microscopique. Ceci s'en suit d'une modélisation basée sur des méthodes de changement d'échelle afin de renseigner sur le comportement macroscopique équivalent des matériaux. L'élaboration de matériaux modèles à propriétés contrôlées permettra d'évaluer leurs propriétés macroscopiques intrinsèques et servira de données d'entrée des modèles. Enfin, une implémentation du modèle à l'échelle globale des bâtiments sera entreprise pour évaluer leur performance énergétique et leur durabilité en vue de les optimiser.

[PRC 3] : ANR FIPERCO (dépôt octobre 2016), *Ingénierie de surface de pièces métalliques à canaux internes complexes issues de fabrication additive,* Budget : 622 k€
Partenaires de recherche : LMOPS (Coord.), CRITT-TJFU, INSTITUT DE SOUDURE, LEMTA.

Résumé : The aim of this project is to develop fundamental researches leading to inexpensive composite materials withimproved performances in terms of functional properties (fire resistance, impact resistance, ageing,...), and environmental impact which could respond to the regulatory changes of the transport sectors (aeronautics, rail transportation). The proposed research will be conducted on samples that are especially prepared using validated industrial and transferable technologies. Two complementary research strategies will be considered: bulk fireproofing and surface treatment of composites. For this, the works will concern (i) formulation and preparation of FR systems usable for surface treatment and bulk fireproofing of continuous fibre ; (glass and/or carbon) reinforced thermoplastic composites (acrylic resin) : development of environmentally friendly halogen free fire retardant formulations, based as much as possible on an inexpensive additive approach, matching, in particular, the standards of the ground transportation and aeronautical sectors ; (ii) study and development of processing techniques for bulk fireproofing : RTM, thermocompression ; (iii) study and development of processes for surface treatment and functionalization: fluid jet method ; (iv) thermomechanical characterization of the obtained composites: structure/properties relationships, study of fibre/polymer interfaces, influence of flame retardant additives ; (v) influence of ageing on the properties of use, including those related to fire resistance and mechanical properties.

[PRC 4] : ANR D2S2 /ANDRA (dépôt octobre 2015), *Décontamination Sélective des Structures de formes complexes à Déconstruire*, Budget : 4 311 k€
Partenaires de recherche : IJL (Coord.), CRITT-TJFU, CEA DEN, LMOPS. Partenaires industriels : SYNEOX, FIVES STEIN MANUFACTURING. Projet labellisé par le pôle MATERALIA.

Résumé : Il s'agit de proposer un système de décontamination sélective des structures de formes complexes en béton et métalliques à déconstruire, permettant de réduire le volume de déchets sans en générer de nouveaux. Le principe est basé sur un procédé d'ablation télé-opéré, associé en amont à des outils de caractérisation des éléments à décontaminer et, en aval, à un système de suivi, de gestion et de traitement des déchets "radioactifs" en vue de leur insertion dans la chaine appropriée de stockage. La technique d'ablation retenue est le jet d'azote supercritique. Son intérêt, par rapport aux techniques mécaniques actuelles, sera sa capacité à décontaminer aussi les formes complexes, les bétons armés, etc. Associé à un dispositif de mesure à distance du niveau de contamination, il permettra de n'éliminer que les quantités justes nécessaires de matériaux contaminés. Les aspects scientifiques et technologiques sont :

[PRC 5] : ANR COMEDI (dépôt octobre 2010), *Couplage de traitements thermomécaniques et de Diffusion pour l'amélioration des propriétés de surface d'aciers,* Budget : 1 194,9 k€
Partenaires de recherche : LETAM (Coord.), LASMIS, LPMM, CRITT-TJFU. Partenaires industriels : AREVA NP SAS, FORGES, LTDS

Résumé : Le projet se propose d'étudier le couplage de traitements thermomécaniques et de diffusion pour l'amélioration des propriétés de surface d'aciers. Il s'agit plus particulièrement d'améliorer le comportement des surfaces en modifiant leur structure métallurgique par traitement mécanique jusqu'à nano-structuration suivie éventuellement d'un traitement thermochimique-chimique de stabilisation. Un premier objectif est de créer des nanostructures superficielles en combinant les effets de température aux traitements de déformation intense et de tester les propriétés mécaniques des pièces ainsi réalisées. Un second objectif, complémentaire, sera d'appliquer ces traitements mécaniques intenses - utilisés comme « activateur » de surface – pour améliorer des traitements de durcissement par diffusion (par exemple la nitruration) et pour assurer une plus grande pérennité à la nanostructure. Les éléments de compréhension qui seront issus du projet permettront de développer et d'étudier comparativement deux techniques nouvelles et propres de préparation et d'activation de surfaces : (i) la nano structuration de type « SMAT » (*Surface Mechanical Attrition Treatment*), (ii) la préparation de surface en utilisant la projection d'azote hypercritique sous des pressions variant de 500 à 3000 bars. Le projet a pour objectif global d'explorer les potentiels de ces deux procédés et d'examiner les possibilités d'applications industrielles.

7.2 Présentation synthétique des activités de transfert

7.2.1 Ma démarche de transfert et approche

Le transfert est un volet important de mes activités. Il s'inscrit dans la continuité logique de la valorisation de la recherche académique. Ainsi, j'ai animé et conduit de nombreux transfert impliquant les ingénieurs et techniciens de TJFU dans le cadre de contrats industriels. Ma démarche est la suivante : A partir du besoin industriel, j'identifie les verrous scientifiques et techniques associés. Ensuite, en fonction du niveau de maturité technologique de la problématique, je mets en place une stratégie de recherche qui va du ressourcement jusqu'au transfert en passant par la valorisation. Mon approche comprend deux phases :

1. **Phase 1 :** étudier à l'échelle locale d'un échantillon de Surface Représentative Elémentaire (SER) du matériau industriel, les phénomènes induits lors de l'interaction du matériau avec l'outil jet fluide. Les caractérisations microstructurales, mécanique, etc., sont requises pour comprendre les mécanismes en jeu et optimiser les paramètres de couplage process/matériau.

2. **Phase 2 :** les éléments de compréhension ainsi établis à l'échelle SER, sont transposés à l'échelle de la pièce réelle. A ce stade, les paramètres techniques et économiques (consommations, temps de cycles, etc.) sont analysés et optimisés à l'échelle d'un démonstrateur préindustriel. Enfin, un cahier des charges techniques est rédigé puis communiqué à l'industriel pour intégrer la solution. Là aussi, j'interviens pour accompagner l'industriel dans le choix technologique et la formation. Pour illustrer, j'ai sélectionné, ci-après, six projets de transfert les plus aboutis :

7.2.2 Micro-perçage de wafers en silicium pour caractérisation biologique

Industriel : CEA LETI Grenoble (2004-2006).
Expression du besoin : Réaliser des micros trous de diamètre inférieur à 0,4 mm dans des wafers en silicium fin d'épaisseur 0,5 mm.

Problématique : Le micro perçage de wafers de Si est réalisé par la méthode de sablage qui utilise la projection par air comprimé (5-10 bars) de particules sur un masque en acier dans lequel sont percés des trous Ø 0,4 mm. Cette méthode pose le problème critique relatif à l'effet de paroi du trou qui ne permet pas d'obtenir des trous inférieurs à 0,4 mm. Le CEA souhaite diminuer ce diamètre afin d'améliorer la performance du système micro fluidique de caractérisation moléculaire. L'industriel souhaite améliorer la performance de ses microsystèmes fluidiques de caractérisation de l'ADN, en diminuant le diamètre des trous des wafers sous la barre de 0,4mm.

Verrous à lever : Déterminer l'énergie cinétique critique des micros particules et la géométrie miniaturisée du micro-jet d'eau, requises pour conduire à un mécanisme de rupture par érosion pur du matériau dur et fragile (silicium). Concevoir un micro-outil réalisable techniquement au regard de la miniaturisation et les caractéristiques mécaniques du matériau constitutif (SiC)

Démarche et résultats : Le travail a conduit au développement d'un outil micro-jet d'eau basse pression chargé de microparticules, destiné au micro-perçage de wafers de silicium (Fig 1). Il fait suite à mes travaux post doctoraux de valorisation du micro jet fluide (Axe 1.1). J'ai appliqué cette valorisation à la problématique du CEA notamment pour obtenir des micro trous Ø compris entre 0,27 et 0,4mm (Fig 2) sans détérioration du matériau fin, dur et fragile (silicium). Après une modélisation de l'hydrodynamisme du jet d'eau miniaturisé, j'ai pu obtenir les conditions de formation d'un micro-jet (Tab 1). J'ai ensuite conçu puis mis en fabrication des variantes d'outil micro-jet prototype (Fig 3), en liaison avec un fabricant.

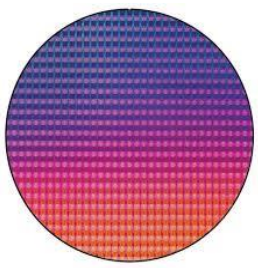


Figure 1 : Wafer en silicium

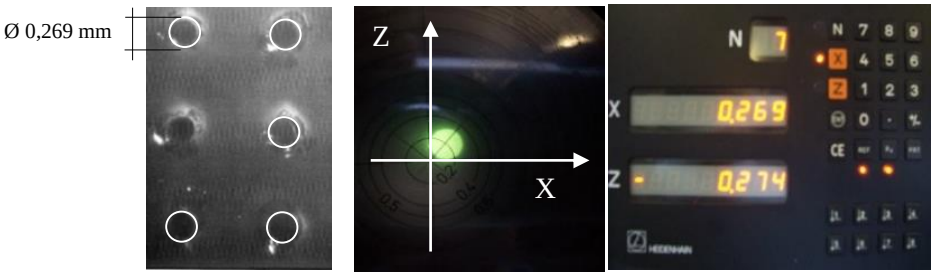


Figure 2 : Photo des micro trous percés dans un wafer en silicium ép.= 0,5 mm par l'outil micro-jet d'eau abrasif basse pression, mesure du diamètre par profilomètrie

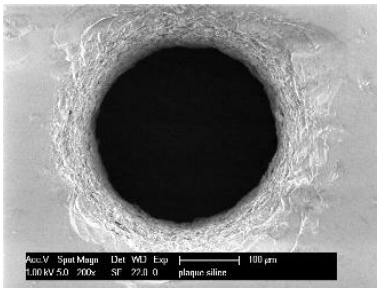


Figure 3 : A gauche - Photo de l'outil prototype micro-jet d'eau abrasif à basse pression développé pour le micro perçage des matériaux durs et fragiles. A droite - Photo du trou micronique réalisé par le micro-jet.

Paramètres	**unités**	**valeurs**
Ø/Angle du cône d'entrée	mm/deg.	2/22°
Couples diamètre buse /diamètre tube de focalisation	mm/mm	0.1/0.25 ; 0.1/0.30
Longueur tube de focalisation	mm	25 ; 30

Table 1 : Caractéristiques géométriques de l'outil micro-jet d'eau abrasif basse pression

Le micro outil a fait l'objet d'un accord de partenariat avec une société partenaire Tchèque spécialisée dans la fabrication d'installations jet d'eau pour l'Europe.

7.2.3 Démantèlement de missiles par jet fluide

Industriel : MBDA missilier (2011-2012).
Expression du besoin : Qualifier le procédé jet d'eau au démantèlement de missiles et définition du cahier des charges technique d'une installation optimisée.

Problématique : L'entreprise souhaite internaliser l'activité de démantèlement de ses missiles.
Verrous à lever : Maitrise du procédé sans risque d'initiation du matériau énergétique (propergol) lors de la découpe par jet d'eau THP des matériaux de l'enveloppe. Comportement thermique du propergol et incidence de l'étincelage de découpe.

Démarche et résultats : Le procédé jet d'eau a pu être étudié du point de vue thermique comme source de chaleur se déplaçant sur la matière à découper. Ce travail a été effectué dans le cadre d'une demande industrielle de l'armement qui portait sur le démantèlement de munitions à noyaux énergétiques (propergol) sensibles à la chaleur. L'enjeu est la sécurité car le matériau énergétique est susceptible de provoquer une explosion de la munition par combustion lorsque la température atteint la valeur d'éclair de 200°C. Ce projet est conduit en collaboration avec le LEMTA pour l'étude thermique, le LCPME pour l'étude des effluents et le LRGP pour l'élaboration du matériau simulateur de test en substitution du matériau énergétique. L'étude consiste à modéliser et à mesurer le transfert de chaleur induit par le jet (source de chaleur) dans une plaque en acier 15CDV6 ; λ=46 $Wm^{-1}K^{-1}$, représentatif du matériau enveloppe de la munition à démanteler. Le but est de déterminer la température en tous points de la plaque ainsi que le comportement thermique des bords pendant la coupe. Pour ce faire, nous avons utilisé les équations de la chaleur appliquées à l'ailette. Le jet est la source de chaleur qui se déplace perpendiculairement à la surface de la plaque, où sont disposés une série de thermocouples (Fig 4). Après corrélation expérimentale par des mesures directes de la température (Fig 5) au moyen de thermocouples, la modélisation a permis de prédire la température en fonction des paramètres de découpe (Fig 6).

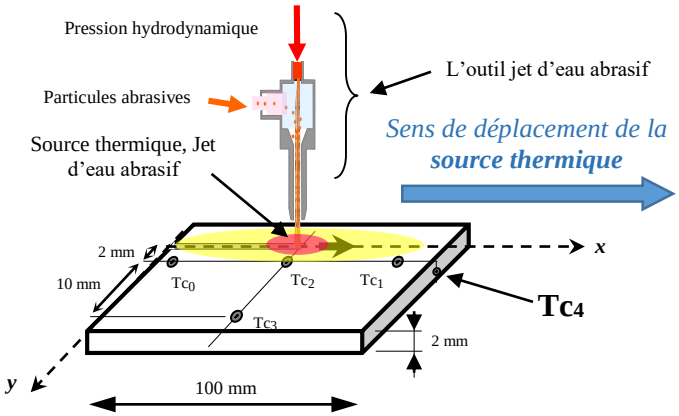


Figure 4 : Positions des thermocouples Tc

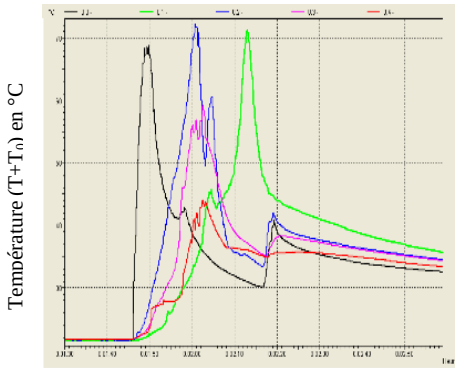


Figure 5 : Profils des températures mesurées (T_0=30°C)

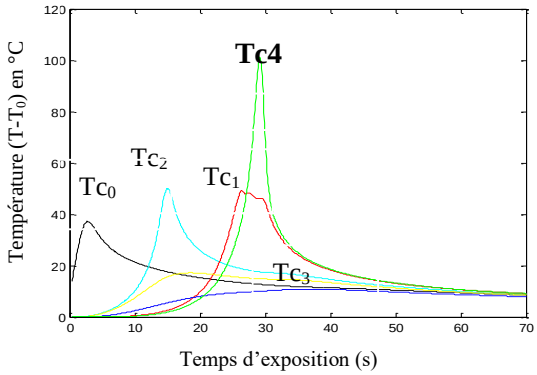


Figure 6 : Profils de température calculée (T_0=0°C), la courbe verte T_{c5} est calculée au bord de la plaque

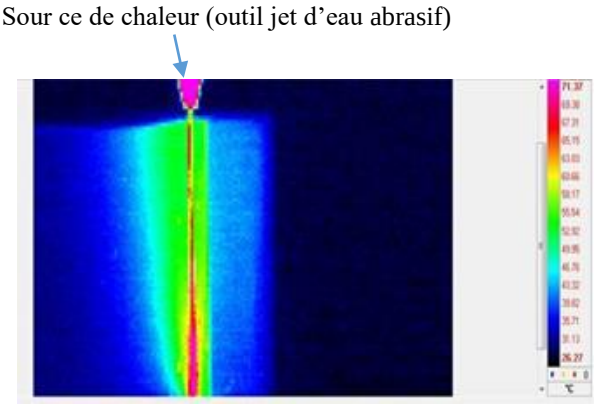


Figure 7 : Cliché caméra thermique de la T du matériau pendant la coupe Jet d'eau à 3600 bars

Ainsi, une gamme de conditions de travail a été déterminée permettant de réaliser les opérations de démantèlement sans risque de combustion de la charge. Un cahier des charges techniques définissant les caractéristiques de l'installation jet d'eau ainsi que le protocole d'usage du procédé ont été établis et transférés à l'industriel. Enfin, sur la base de ce transfert, une usine de démantèlement a été construite à Bourges et inaugurée en juin 2012.

7.2.4 Seringue sans aiguille

Industriel : CROSSJECT (2013-2017).

Expression du besoin : Concevoir une buse performante d'injection pour seringue sans aiguille et vérifier expérimentalement l'efficacité du jet fluide induit.

Problématique : L'entreprise souhaite améliorer la performance d'injection de sa seringue.

Verrous à lever : Etudier la stabilité de l'écoulement au regard de la formation de la couche limite en fonction de la géométrie de la paroi de la buse d'injection. Optimiser la géométrie de la buse en tenant compte des contraintes de fabrication de composants à échelle réduite (miniaturisation). Vérifier la tenue mécanique.

Démarche et résultats : L'étude a été menée en abordant les volets suivants :

- encadrer l'écoulement et l'injection dans les conditions d'usage grandeur nature,
- optimiser la géométrie du canal et concevoir une géométrie performante,
- développer un dispositif expérimental de test et de validation des géométries calculées.

L'outil d'injection développé (Fig 8 centre), ici, a réussi le test de biocompatibilité (en 2017) et a fait l'objet de dépôt de brevet conjoint, où je suis mentionné comme co-auteur de l'invention. Actuellement, la seringue intégrant la buse d'injection entre dans la phase d'industrialisation.

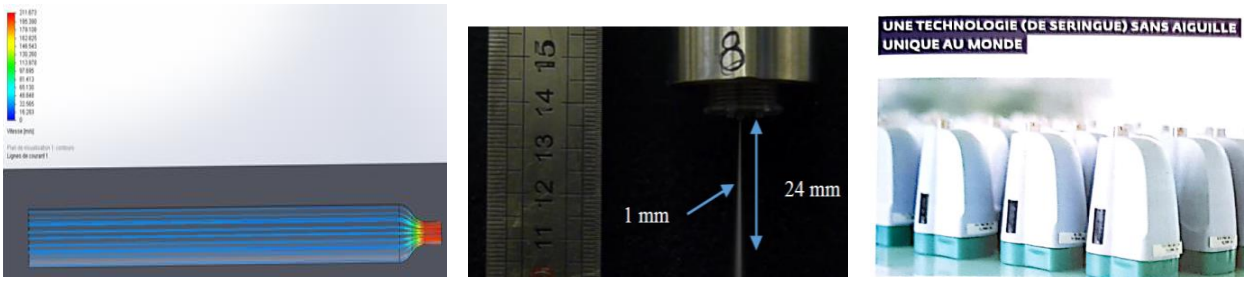


Figure 8 : A gauche - modélisation de l'écoulement. Au centre - hydrodynamique de l'écoulement pour différentes géométries de buses. A droite - photo du jet en sortie de la buse d'injection

Ce travail de transfert a été classé « success story » par le comité scientifique national de l'association des instituts Carnot (AiCarnot) pour publication dans son rapport d'activité 2014.

7.2.5 Décapage physique de l'alpha-case en voie sèche et sans déchets additionnels

Industriel : Forges de Bologne / LISI AEROSPACE Group (2015-2017).

Expression du besoin : Substitution des méthodes conventionnelles (chimique, sablage) et robotisation de la production pour se conformer à la réglementation européenne REACH

Problématique : L'entreprise utilise les bains acides forts (HF) pour décaper l'alpha-case, ce qui pose les problèmes relatifs à la santé et à la réglementation REACH.

Verrous à lever : Influence de l'effort mécanique et du stress thermique, appliqués par le jet d'azote supercritique, sur le processus d'enlèvement de matière TiO_2 diffusée. Déterminer la densité maximale d'énergie de décapage sans écrouissage du substrat. Paramètres opératoires pour un décapage intégral de l'oxyde diffusé.

Démarche et résultats : Les outils jet d'azote supercritique chargé de particules recyclables, utilisés pour l'enlèvement de l'alpha-case, sont issus de configurations standards et d'une nouvelle génération que j'ai brevetée (Super D tube) pour le décapage et le traitement superficiel. Après un travail d'optimisation du décapage à l'échelle locale d'un lopin plat représentatif du matériau TA6V de forge (Fig 9). La phase suivante consiste à optimiser, sur des pièces réelles 3D (Aubes) (Fig 10), les paramètres de décapage et d'évaluer quantitativement et qualitativement les résidus. Les caractérisations au MEB de la métallurgie de la surface et la dureté superficielle après décapage, ont permis d'optimiser les paramètres outil. Ainsi, les résultats de l'étude notamment la qualité de décapage obtenue et les paramètres technico-économiques (consommation d'azote et d'abrasifs, retour sur investissement, vitesse de décapage, etc.), ont amené l'industriel à lancer une consultation en vue d'intégrer la machine dans une nouvelle usine en cours de construction.

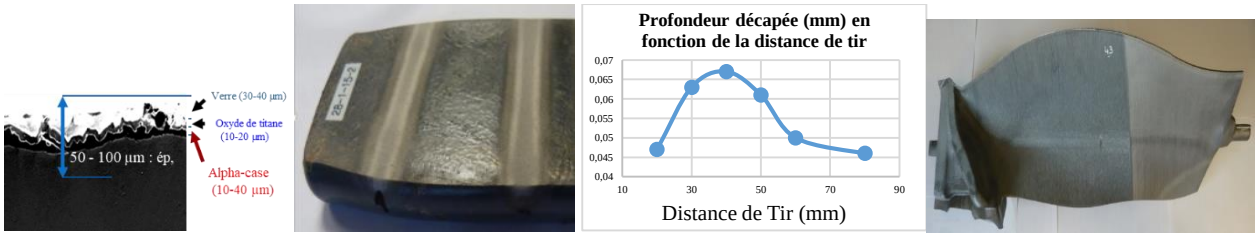


Figure 9 : A gauche – couche alpha-case. Au centre - tests à l'échelle locale SER, exemple d'optimisation du décapage. A droite - photo d'une Aube TA6V décapée partiellement par l'outil « Super D tube »

Notre solution est originale au niveau international. Elle pourra permettre, dans l'avenir, de se substituer aux méthodes conventionnelles de décapage chimique (acides forts : HF, HNO_3) et sablage, polluants et dangereux. Il est à noter que notre outil « Super D tube » a conduit à des résultats 2 à 3 plus performants en termes de vitesse et de qualité de décapage que les outils standards.

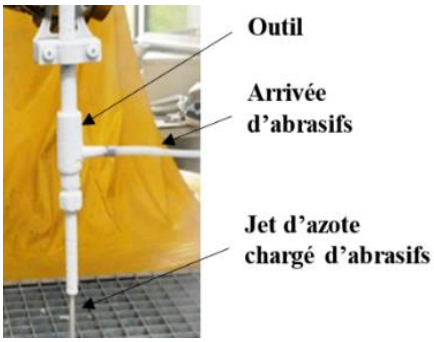


Figure 10 : Photo de l'outil « Super D tube »

7.2.6 DECAPORTEUR : Pilote autoporté de décapage de peinture en voie sèche

Industriels : Fives Stein Manufacturing - ERGO (2013-2015).
Expression du besoin : Développer une machine de décapage propre de surfaces de grandes sans déchets additionnels, automatisée et facile d'utilisation. Pénétrer de nouveaux marchés du décapage stimulé par la réglementation environnementale REACH.

Problématique : Les entreprises souhaitent industrialiser une solution de décapage de structures BTP, sans générer de déchets additionnels.

Verrous à lever : Effets de la cryogénie (-180°C) sur la cinématique de l'outil à concevoir. Perte de charge induite par le changement de section de la conduite HP pression du fluide supercritique. Détermination de la fréquence d'oscillation de l'outil en fonction de la vitesse d'avance.

Démarche et résultats : L'entreprise Fives Stein Manufacturing et le bureau d'études mécaniques ERGO ont bénéficié de nos travaux de transfert à travers le développement d'un prototype de porteur d'outil (Fig 11) de décapage par jet d'azote de surfaces 2D de grandes dimensions, destiné aux applications sur chantiers. La particularité de ce porteur réside dans le mouvement oscillatoire de l'outil de projection qui, de ce fait, concentre une haute densité d'énergie de jet sur une grande surface d'impact. L'outil ainsi conçu est monté sur un dispositif de captage et de filtration à la source des résidus. Les tests d'optimisation du décapage ont permis de déterminer les conditions d'usage. Le pilotage de l'outil est mis en œuvre au moyen d'un bras automatisé simple d'utilisation par un opérateur de chantier. Un prototype de ce pilote est visible au CRITT TJFU, destiné aux démonstrations lors des journées techniques industrielles.

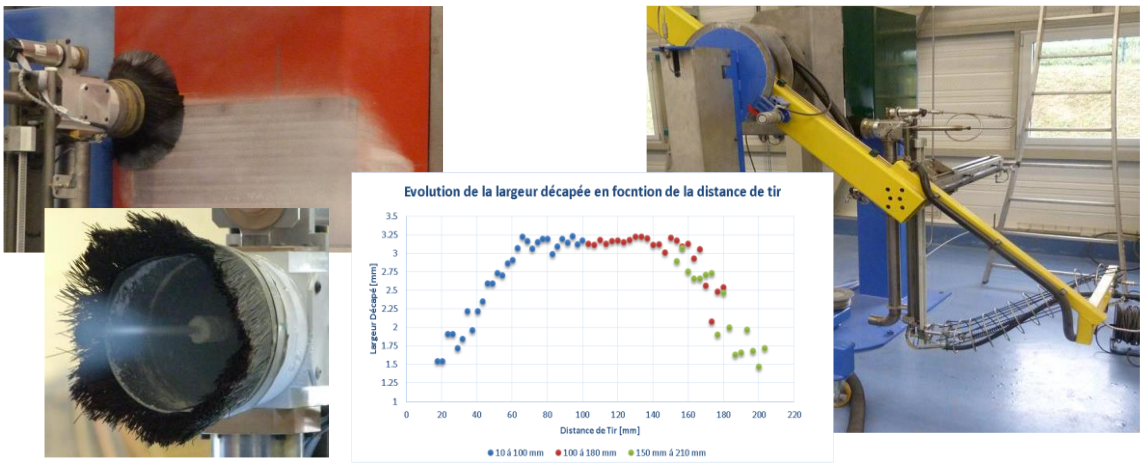


Figure 11 : A gauche - Photo du pilote « DECAPORTEUR ». Au centre - courbe d'optimisation du décapage, outil jet d'azote oscillant. A droite - Outil de projection en cours de décapage d'une plaque peinte

7.2.7 Décapage de revêtements bitumeux insonorisant (RBI) chargé de fibres d'amiante

Industriel : WIG France Entreprises (2016-2018)

Expression du besoin : Développer une solution de décapage propre de surfaces de RBI chargées de fibres d'amiante, sans déchets additionnels.

Problématique : L'entreprise décape manuellement la couche d'amiante en utilisant le marteau piqueur. Ce système mécanique pose de nombreux problèmes relatifs à la santé de l'opérateur et à la performance qui est réduite du fait du non contrôle du procédé manuel.

Verrous à lever : Influence du gradient de température (froid) revêtement polymère / substrat métallique sur le mécanisme de formation du copeau bitumeux. Effet de la sollicitation thermomécanique de l'azote sur la fragmentation des fibres d'amiante. Détermination des paramètres opératoires de décapage avec récupération « réglementaire » à la source des résidus.

Démarche et résultats : Le projet de transfert consiste à réaliser une faisabilité technique et à adapter la méthode de projection de jet d'azote, que nous avons développée, au retrait d'amiante agglomérée dans un revêtement bitumeux insonorisant (RBI) recouvrant la paroi métallique d'un wagon de train. L'intérêt de cette méthode innovante réside dans la nature physique de l'azote qui se transforme en gaz et se recycle naturellement dans l'air après l'opération de décapage. Ce principe d'action est original du fait qu'il ne génère pas de déchets additionnels contrairement aux méthodes traditionnelles (sablage, mécanique, jet d'eau). En captant à la source les effluents gazeux et poussières fibreuses enlevées, un dispositif de filtration monté en aval de l'installation permet de séparer les fibres produites et recycler l'azote pur dans l'air. Le résultat majeur est la réduction des déchets dangereux mais aussi l'automatisation de l'outil rendant l'opération sûre et ergonomique pour l'opérateur contrairement aux méthodes classiques (travail manuel, port des Equipements de Protection Individuelle, port de capteurs de fibres d'amiante, etc.). A l'issue du projet, un cahier des charges techniques de l'installation industrielle a été rédigé et transférée à l'entreprise pour analyse du potentiel d'intégration dans sa nouvelle usine.

Masse enlevée de RBI en fonction du débit d'azote

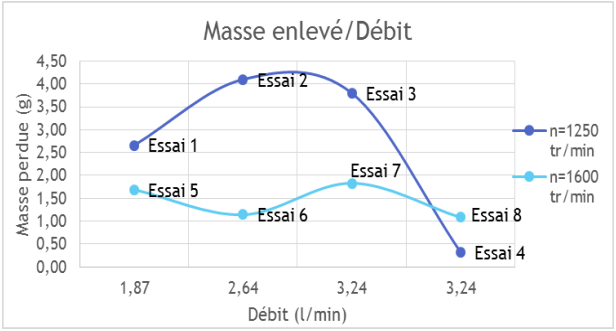


Figure 13 : En haut - Photo de l'outil rotatif de jet d'azote en action de décapage d'une plaque revêtue de RBI, Traces variables en fonction des paramètres de tir. En bas - Courbes d'optimisation du décapage.

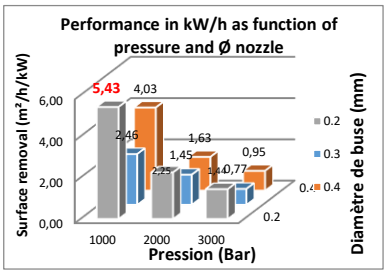


Figure 14 : A gauche – Photo de la cellule de décapage au jet d'azote grandeur réelle de RBI avec amiante. Au centre - Scénarii technico-économique d'usage de la méthode azote. A droite - photo du matériel roulant (train)

8. Expertise et rayonnement

8.1 Expertise technologique aux niveaux international et régional

8.1.1 Expertise internationale

Intégration au sein de TJFU d'un procédé propre unique en Europe : l'azote hypercritique pour le décapage et le traitement de surface. En 2005, dans le cadre de la préparation du dossier de candidature à labellisation du pôle de compétitivité MIPI (Matériaux Innovants Produits Intelligents) devenu MATERALIA (Matériaux et Alliages), j'ai introduit la ligne de recherche « Procédé Jet d'azote hypercritique sous haute pression basse température », une méthode innovante potentiellement intéressante pour le traitement, la fonctionnalisation et le décapage des surfaces. Ce procédé, qui utilise une pompe nitrogénique fabriquée par la PME américaine Nitrocision, est développé pour remplacer les méthodes conventionnelles (chimiques, sablage). Pour intégrer cette technologie américaine, j'ai dû organiser et effectuer deux missions d'expertise aux Etats-Unis. La première, en Décembre 2005, avait pour objectif de réaliser un diagnostic technologique et vérifier la faisabilité technique du système Jet fluide basé N2. La seconde mission, en Décembre 2006, avait pour objectif de vérifier le potentiel du marché américain. Au cours de cette dernière, j'ai pu interviewer et visiter cinq industriels américains utilisateurs de ce procédé : **LA NASA** (Décapage de l'isolant thermique des boosters de la navette spatiale, Cap Canaveral, FLORIDE), **LA NAVY** (Décapage de ponts de navires, Norfolks, VIRGINIE), **New Mont Gold** (Réparation d'échangeurs thermiques d'une usine d'extraction d'or, NEVADA), **Fluor Handford** (Décontamination de sites radioactifs en béton armé, Pasco, WASHINGTON), **Vulcan Engineering** (Process en fonderie de nettoyage de moteurs, Birmingham, ALABAMA),

8.1.2 Expertise régionale

Depuis 2016, je siège, en qualité d'expert technologique et membre permanent, au Comité d'accélération du Commissariat d'Investissement à l'Innovation et à la Mobilisation Economique - C2ime dont les membres sont : Université de Lorraine, Carnot ICEEL, Collectivités locales, BPi, ADEME, INPI, Investisseurs. Le C2ime accélère la maturation des projets d'entreprises en apportant les compétences scientifiques, technologiques, financières et le conseil sur la base d'un dossier clairement établi et une audition du porteur industriel devant les membres.

8.2 Membre de Comité de lecture international

Membre du comité de lecture, conférence internationale « Surface Modification Technologies ».

8.3 Participation à l'organisation de conférences et salons internationaux

- J'ai participé, en qualité de *chairman* de la session orale « *Surface Treatment and Processing* » et à l'organisation de l'ICWAM'2017 (*Int. Conf. on Welding and Additive Manufacturing)*, Metz, 17-19 May, 2017, organisée par l'Institut de Soudure.
- Invité par l'ambassade du Canada à Paris, Coopération France Canada, à l'occasion du Salon

mondial de l'Aéronautique, *Paris Air Show* du Bourget, 17-19 Juin, 2019.

8.4 Coordinateur des CRTs lorrains auprès du DRRT (CPER 2015/2020)

Dans le cadre du Contrat de Projets Etat Région - CPER 2015/2020, le Délégué Régional de la Recherche Technologique - DRRT m'a chargé de coordonner les projets de recherche et de transfert des CRTs lorrains en articulations avec les équipes académiques de l'Université de lorraine et du CNRS. Ainsi, j'ai participé aux différentes réunions de travail de préparation du CPER avec les équipes académiques et les CRTs. Ce travail a abouti à la rédaction du programme de recherche « Transfert'Innov » (Prog. 6 du CPER).

8.5 Rédaction de mémoires de recherche industrielle et partenariale

1. Tazibt A., Décapage physique et sans émissions de revêtement de peinture par jet d'azote supercritique, Mémoire ADEME CORTEA N2-SC, Contrat n° 1281C0041, (2015),
2. Tazibt A., Procédé hybride propre et performant de mise en forme des matériaux par jet d'zau puissance laser sous très haute pression, Mémoire ADEME HYBRID-LJET, (2014),
3. Tazibt A., Etude de l'influence de la température lors du traitement des matériaux énergétiques avec enveloppe en alliage métallique par la technique de jet d'eau abrasif sous hautes pressions, mémoire scientifique et technique pour un industriel de l'armement, (2013),
4. Tazibt A., Procédé propre et performant de préparation de surface par jet d'azote liquide sous très haute pression, Mémoire ANR JAZOLTHOP, (2011),
5. Tazibt A., T2MT - Territory Management Methods and Tools, France (Abdel Tazibt Coord.), Italie (industriel), Pologne (Institut Techologique de Poznan, Centre de diffusion), Finlande (industriel) Mémoire projet européen INTERREG C, , (2005),
6. Tazibt A., Etude d'un procédé de décapage et décalaminage de fils et tubes métalliques par jet d'eau très haute pression, France (Abdel Tazibt Coord., TJFU, PROCER), Italie (Univ. Polytechnique de Milan, industriels), Allemagne (industriel), Grande Bretagne (PBS), Mémoire projet européen de recherche collaborative, CRAFT - 4PCRD, (2002).
7. Tazibt A., Etude théorique et expérimentale du processus d'accélération de particules abrasives dans un Jet d'eau sous très haute pression – Interaction avec le matériau à découper, Mémoire de thèse, Université des Sciences et techniques de Lille (Dir F. Parsy) en collaboration avec l'Ecole des Mines de Douai, 271 pages, soutenue le 20 janvier 1995.

9. Production scientifique et valorisation

9.1 Articles dans des revues internationales avec comités de lecture

1. Khoffi F., Khalsi Y., Chevrier J., Kerdjoudj H., **Tazibt A.**, Heim F., *Surface modification of polymer textile biomaterials by N2 supercritical jet: Preliminary mechanical and biological performance assessment*, Jour. of the Mech. Behavior of Biomedical Mat., vol. 107, no. March, p. 103772, 2020.
2. Khalsi K, Heim F. T. L. Jason, **Tazibt A.**, *N_2 Supercritical Jet to Modify the Characteristics of Polymer Material Surfaces: Influence of the Process Parameters on the Surface Topography*, POLYMER ENGINEERING & SCIENCE, © 2018 Society of Plastics Engineers, 2018
3. **Tazibt A.**, Ezo'o G., Khalsi Y., Yahiaoui M., *Dry Surface Preparation Using Supercritical Cryogenic Nitrogen Jet Improves the Adhesion Strength of Cold Gas Sprayed Coatings (SCNCS)*, Mat. Sci. Forum 941:1668-1673, Dec 2018
4. Hajji] Y., Entemeyer D., **Tazibt A.**, Serri J., Yahiaoui M., Grosdidier T., *High Pressure Cryogenic Nitrogen Jet for Clean Coating Removal: Experimental Study of Polyamide Ablation*, Materials Science Forum, Trans Tech Publications, Switzerland ISSN: 1662-9752, Vol. 941, pp 1651-1655, 2018
5. Weiss L., **Tazibt A.**, Aillerie M., Tidu A., *Surface and microstructure modifications of Ti-6Al-4V titanium alloy cutting by a water jet/high power laser converging coupling*, Material Research Express (5)1, 2018 IOP Publishing Ltd, 26 January, 2018
6. Zerriaa A., EL-Ganaoui M., Gérardin Ch., **Tazibt A**., Gabsi S., *Physical incorporation of particles in a porous media : a path to a smart wood*, Eur. Phys. J. Appl. Phys. 74 : 24607. 2016
7. Grosdidier, T., Berrio-Marine, G., Tidu, A., **Tazibt, A.**, *Modification, Ablation and Hardening of Metallic Surfaces by a Cryogenic Nitrogen Jet*, Procedia Engineering, Elsevier, 114, 506-513, 2015

8. Weiss L., Aillerie M., **Tazibt A.**, Tidu A., *Surface oxidation and phase transformation of the stainless steel by hybrid laser-waterjet impact*, Mat. R. Express 1(3)036501, IOP Science, Published 2/09/2014
9. Weiss L., **Tazibt A.**, Tidu A., Aillerie M., *Water density and polarizability deduced from the refractive index determined by interferometric measurements up to 250 MPa*, The Journal of Chemical Physics, vol. 136, Issue 12, USA, published online 30 March, 2012, (Impact Factor: 3.333)
10. Dubs P., Khalij M., Benelmir R., **Tazibt A**, *Study on the dynamical characteristics of a supersonic high pressure ratio underexpanded impinging ideal gas jet through numerical simulations*, Mechanics Research Communications, 38(3):267-273, DOI:10.1016/j.mechrescom.2011.02.016, 04/2011
11. Dubs P., Khalij M., Benelmir R., **Tazibt A**., Numerical study of heat transfer on a flat plate impinged by a supersonic high pressure ratio under expanded jet**,** Applied Thermal Engineering Journal, 08/2010
12. Laribou H., Fressengeas C., Entemeyer D., Jeanclaude V., **Tazibt A.**, *Surface Damage and Treatment by Impact of a Low Temperature Nitrogen Jet*, AIP Journal, 2010
13. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N. *Theoretical investigations on accelerating particle and correlating depth of cut in Abrasive Water Jet Cutting*, Int. J. of Water Jet Technology, Editor Pr M. Vijay, Nat Research Council of Canada, Ottawa, Ontario, Vol.2, Nb 3, pp. 187-195, September, 1997.
14. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N., *Interaction of abrasive water jet with cut material at high velocity of impact – Development of an experimental correlation*, European Journal of Mechanics, Ed. ELSEVIER, 15, n°6, pp.1037-1047, 1996
15. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N., *Prediction of abrasive particle velocity in a high pressure waterjet and effect of air on acceleration process*, Eur J. of Mech., Ed. ELSEVIER, Vol. 15, pp. 527 – 543, 1996
16. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N., *Theoretical analysis of the particle acceleration process in abrasive water jet cutting*, Computational Materials and Science, Ed. ELSEVIER**,** n°5, pp. 243-254, 1996

9.2 Communications dans les congrès, conférences

1. **Tazibt A.**, Perrin H, Metallic coating properties analysis depending on composite manufacturing conditions, Communication orale acceptée, EMI International Conference, INSA Lyon, Villeurbanne, France July 3-5, 2019
2. Khalsi Y., Khoffi F., Kerdjoudj H., **Tazibt A**, Heim F., Biological response of a biomedical fabric textured PET by supercritical N_2 jet loaded with micro particles, Abstract submitted online to Biomat – Materials for Health Congress – June 3-7 2019 – La Grande Motte, France, 2019
3. **Tazibt A.**, Ezo'o G., Khalsi Y., Yahiaoui M., La préparation de surface par jet d'azote cryogénique supercritique améliore l'adhérence de revêtements projetés à froid par Cold Spray, International Conf. THERMEC'2018, Paris, 07/2018
4. Hajji] Y., Entemeyer D., Serri J., **Tazibt A.**, Yahiaoui M., Grosdidier T., High Pressure Cryogenic Nitrogen Jet for Clean Coating Removal: Experimental Study of Polyamide Ablation, International Conf. THERMEC'2018, Paris, 07/2018
5. Zerriaa, EL-Ganaoui M., Gérardin Ch., **Tazibt A**., Gabsi S., *Functionalization of wood by mechanical incrustation of particles using supercritical nitrogen jet*, Int. Conf. of Mat. and Energy, ICOME 2017, China, July 06-09, 2017
6. Zerriaa, EL-Ganaoui M., Gérardin Ch., **Tazibt A**., Gabsi S., Masson E., Physical incorporation of metallic particles in Timber by the Nitrogen jet method, JAZOLTHOP », World Conf. on Timber Engineering, WCTE 2016, Vienna, Austria, August 22-25, 2016
7. Zerriaa, EL-Ganaoui M., Gérardin Ch., **Tazibt A**., Gabsi S., Functionalization of wood by mechanical inlay of supercritical Nitrogen dry charges, International Congress on MATerials and Energy, CIMATEN 2016, Sousse, Tunisia, 17-19 Décembre 2016.
8. Zerriaa, EL-Ganaoui M., Gérardin Ch., **Tazibt A**., Gabsi S.,, « Physical incorporation of particles in a wood porous subside through a stream of nitrogen at high pressure and low temperature », Int. Conf of Materials and Energy, ICOME 2015, Tetouan, Morocco, May 19-22, 2015
9. Yahiaoui M., Jacques B., **Tazibt A.**, Entemeyer D., Grosdidier T., *Supercritical High Pressure Cryogenic Jet for Cutting/Ablating Metals and Cleaning/Stripping Paints*, Surface Engineering - Applied Research and Industrial Applications, Article soumis à l'International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego (ESA), April 25-29, 2016
10. , Grosdidier T., Berrio-Marin G., Munoz V.A, **Tazibt A.**, Tidu A., *Modification, ablation and treatment of metallic surfaces by a cryogenic nitrogen jet*, Procedia Engineering, 114, pp. 506-513, Portugal, 2015
11. Zerriaa A., EL Ganaoui M., Gerardin Ch., **Tazibt A.**, Gabsi S., Physical incorporation of particles in a wooden porous substrate through a stream of nitrogen et high pressure and low temperature (JAZOLTHOP), Int. Conference on Materials & Energy, Tetouan, Morocco, May 19-22, 2015

12. Weiss L., **Tazibt A.**, Tidu A., Aillerie M., *Optical properties of water under high pressure*, TOM 7 - Optical Systems for the Energy & Production IndustriesEOS Annual Meeting, Proceeding EOSAM, ISBN 978-3-9815022-4-4, Aberdeen, Scotland, UK, 25-28, September 2012
13. Laribou, H., Fressengeas, C., Entemeyer, D., **Tazibt, A**, Jeanclaude, V., Pesci, R., *Effects of the impact of a low temperature nitrogen jet on metallic surfaces*, Proc. Of the Royal Soc., 468, 3601-3619, 2012
14. Laribou H., Fressengeas C., Entemeyer D., Jeanclaude V., **Tazibt A.**, *Surface Damage by Impact of Nitrogen Jet under High Pressure and Low Temperatures*, TMS 2010 Seattle, WA Supplemental Proceedings on Mat. Processing and Properties, Vol 1, pp 627-634 (2010)
15. Laribou H., Fressengeas C., Entemeyer D., Jeanclaude V., **Tazibt A.**, *Surface damage and treatment by impact of a low temperature nitrogen jet*, Int. Conf. on Advances in Materials and Processing Technologies, Paris, PTS I and II, Book Series: AIP Conf. Proceedings, Vol.131, pp 1222-1227, 2010
16. Laribou H., Fressengeas C., Entemeyer D., Jeanclaude V., **Tazibt A.**, *Endommagement de surface par impact de jet d'azote à haute pression et basse température,* 19ème Congrès Français de Mécanique, Marseille, Août 2009
17. Dubs P., Khalij M., Benelmir R., **Tazibt A.**, *Contribution à la modélisation numérique de la détente d'un jet d'azote sous haute pression et basse température*, 19ème Congrès Français de Mécanique, Marseille, Août 2009

9.3 Communications dans des revues spécialisées et médias de masse, Prix du poster

1. Travaux classés « Success stories » et publiés dans le journal des Instituts Carnot, 2018 sur les travaux de R&D et de transfert réalisés pour la PME CROSSJECT
2. Communication dans le Journal « Le Républicain Lorrain », Journée technique sur le thème des jets fluides pour traiter tous les matériaux, 2018
3. Communication Télévisée sur M6, Seringue sans aiguille, 2018
4. Communication télévisée sur **France 3 Lorraine** (2015), *Fonctionnaliser des matériaux par la technique originale de jet d'azote supercritique, recherche et transfert industriel*, en présence de M. le Préfet de la Meuse, JT 19/20 France 3 Lorraine, 16/10/2015
5. Revue « **Traitements & Matériaux** (2010) », *Endommagement et traitement de surface par impact de jet d'azote à haute pression et basse température*
6. Revue « **Environnement et Techniques** » : Tazibt A., *L'azote, une alternative écologique de traitement de surface*, 2009
7. Revue « **GALVANO-ORGANO** N° 812 », Juin 2012, Dossier PREPARATION DE SURFACES, ECOTECHNOLOGIE, *Le jet d'azote, une rupture technologique.*

Prix du Poster :

Khalsi K, **Tazibt A.**, Khoffi F., Kerdjoudj H., Chevrier J., Heim F., *Biological response of a biomedical fabric (PET) modified by micro particles-laden supercritical N2 jet*, won the Poster Prize of the Young Researcher at the 11th Eur. Symp. of Vascular Biomat. ESVB 2019, Strasbourg, France, 17-19/10, 2019

9.4 Brevets, Enveloppe Soleau

Brevet n°	Date de dépôt	Titre	Auteurs
[BR1] 18-066 PCT Critt PCT/EP2019/061437	03/05/2019	Procédé pour la métallisation en voie mécanique des matériaux	A. Tazibt, J. Ascani
[BR2] FR1853853	04/05/2018	Dispositif et procédé pour le traitement superficiel d'un matériau	A. Tazibt, J. Ascani
[BR3] WO2018/069600A1 PCT/FR/2017/052701	11/10/2016	Dispositif : Injection nozzle for needleless injection device	A. Tazibt, J. Ascani, P. Alexandre, M. Guichard

Enveloppe Soleau :

Tazibt A., Grosdidier T., Nathalie Allain N., *Description d'un procédé d'activation des matériaux par jet d'azote pour la catalyse ou le stockage d'H_2*, Enveloppe Soleau DSO2019011056. Date de dépôt : 17/07/2019

Chapitre 2

Le dossier recherche

Introduction aux travaux de recherche

Les jets fluides étudiés sont des outils non conventionnels de traitement de surfaces et d'usinage des matériaux. Ils se caractérisent par leurs milieux multi-physiques complexes obtenus sous des conditions extrêmes (puissance hydrodynamique, puissance physique, température, densité, viscosité) avant de les projeter à des vitesses supersoniques sur le matériau cible.

Dans un tel milieu, l'hydrodynamique et la physique des jets impactant dépendent intimement de plusieurs paramètres dont la géométrie de la conduite, la structure mono phasique ou multiphasique et les paramètres de formation (pression, température, longueur d'onde, débit massique et diamètre du jet, diamètre et débit massique des particules, distance de tir, angle d'incidence du jet).

Une conséquence de la variabilité des jets réside dans la multitude des modes d'actions (nettoyage, décapage, ablation, modification microstructurale, usinage, perçage) qui peuvent être enregistrés à l'impact avec les matériaux cibles. En parallèle, différentes propriétés (mécaniques, physiques, chimiques, biologiques) peuvent également être conférées aux matériaux traités. Nous pouvons donc affirmer qu'il existe autant d'outils jets fluides que de modes d'actions et de propriétés conférées que de matériaux.

Ainsi, le caractère transversal de la relation procédés jets fluides matériaux nous a amené à structurer ce chapitre en deux parties interdépendantes, où chacune traite d'un axe scientifique propre, à savoir :

- **Axe I – Etude et développement d'outils jets fluides complexes** adressant des problématiques multi-matériaux à fort potentiel de transfert et dont les travaux sont les plus aboutis des sujets abordés. Cet axe est subdivisé en trois parties cohérentes traitant du développement de méthodes d'études comportementales appliquées à trois types d'outils jet fluide, à savoir :

    - le Micro-Jet d'Eau à basse pression,
    - le Jet d'Eau Laser de puissance sous haute pression,
    - le Jet d'Azote cryogénique supercritique sous haute pression.

- **Axe II – Etude des interactions jets fluides complexes - matériaux**. Cet axe, plutôt matériaux, s'intéresse aux modifications superficielles générées par les outils jets fluides développés précédemment. Il comporte quatre parties présentant, sous les angles différents de la mécanique des matériaux, les méthodes développées pour expliquer et encadrer les phénomènes induits spécifiques à chaque applicatif, comme suit :

    - Interactions jet d'eau laser de puissance - matériaux métalliques,
    - Interactions jet d'azote supercritique - matériaux métalliques et polymères
    - Interactions jet d'azote supercritique - matériaux ligneux poreux
    - Interactions jet d'azote supercritique - matériaux à base polymère

Chaque axe de recherche s'articule autour de quatre parties : Synthèse de la problématique abordée, contexte et objectif du travail de recherche motivant le choix thématique, Méthode scientifique développée, Principaux résultats obtenus, Conclusion, Publications associées.

Axe I – Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant

I.1 Micro-Jet d'Eau abrasif à basse pression

Problématique, contexte et objectif

Les outils jet d'eau bénéficiaient de nombreux apports de la recherche, dès le milieu des années 1990. Ils sont considérés depuis comme alternatives aux outils d'usinage mécanique et thermique conventionnels (Laser, Plasma, oxycoupage) conventionnels. Or, ces développements ne concernaient que les outils jets d'eau abrasifs à hautes puissances, générés par des pressions statiques très élevées (2000 - 6000 bars). En fait, ce domaine intéresse de nombreux secteurs industriels du fait de la capacité de tels outils à découper tous types de matériaux sans échauffement et sans déformation du matériau cible. Pourtant, en dépit du besoin émergent en découpe de précision et en micro perçage de matériaux durs et fragiles notamment, difficiles à réaliser par les procédés classiques, aucuns travaux n'étaient alors disponibles. Dans ce contexte, j'ai intégré, après ma thèse, l'équipe des Professeurs F. Parsy et N.E. Abriak (Mines de Douai - LML, Lille), dans le cadre d'un post-doc, où j'ai eu pour mission d'étendre la recherche aux outils micro-jet d'eau abrasif à basse pression.

Cette orientation a été motivée par l'originalité de l'approche analytique développée dans le cadre de ma thèse. En effet, alors que l'état de l'art traitait des conditions d'obtention d'un jet d'eau à haute puissance, nos travaux s'orientaient dans le sens de la réduction de l'énergie.

L'objectif est alors de développer une nouvelle approche de modélisation hydrodynamique débouchant sur le développement d'un outil miniaturisé. Celui-ci est à ce point original, il adresse des problématiques matériaux dont le micro perçage ou la découpe fine de précision de matériaux durs et fragiles (germanium, le silicium, le quartz, le carbure de silicium) qui intéressent les applicatifs de pointe (microélectronique, micro fluidique.). Mais le défi technologique abordé est de taille, il est relatif à une méconnaissance des processus de mélange et d'accélération de tels jets abrasifs fins à basse pression.

Le verrou scientifique réside dans la détermination de l'écoulement multiphasique dans des conditions extrêmes notamment une pression minimale du jet capable de créer une dépression suffisante dans la chambre de mélange requise pour l'entrainement, par effet Venturi, des particules. Notre démarche consistait à étudier l'écoulement fin du milieu tri phasique (eau+air+particules) à basse pression, et de proposer un modèle d'écoulement capable de décrire l'évolution de la vitesse des phases en fonction de la distance le long du tube de focalisation du jet. Les travaux existant, à notre connaissance, étaient ceux de Feng Y. [Feng, 2012] qui proposaient des modèles numériques par la méthode des éléments finis. Mais ces modèles traitaient d'un jet d'eau abrasif en écoulement dans un outil standard à haute pression.

Méthode

Etant donné l'originalité du thème abordé, nous nous sommes appuyés sur les travaux réalisés dans le cadre de ma thèse notamment le modèle analytique prédictif de la vitesse des phases. Ainsi nous avons étudié l'hydrodynamisme de l'écoulement d'un tel jet que nous avons ensuite comparé à des résultats de la littérature, obtenus par simulation numérique. Pour prendre en compte la morphologie du jet réel, nous avons introduit l'apport de l'air entrainé dans le jet par effet Venturi. Cela est pris en compte dans la formule de la densité du jet en considérant le fluide homogénéisé

constitué d'eau et d'air. Enfin, l'énergie du microjet est calculée puis comparée à un jet standard. Le but est de proposer une approche multi-échelle allant d'un microjet à un jet conventionnel.

- Modélisation de l'hydrodynamique du jet multiphasique : approche analytique :

L'approche de modélisation développée ici est théorique, confrontée ensuite à la simulation numérique de la littérature [5]. Elle ambitionne de jeter les bases de la description analytique d'un écoulement multiphasique à fort gradient mécanique et à grande vitesse, explicitée dans nos travaux postdoctoraux et publiés dans les articles scientifiques. L'apport fondamental de notre modélisation est la possibilité de prise en compte, dans le calcul de la vitesse des particules et du jet d'eau à la surface d'impact, des conditions de formation d'un fluide complexe appliqué au microjet d'eau abrasif : dimensions micrométriques de l'orifice de la buse et du diamètre des particules, basse pression statique (Fig 1). Une étude de cas applicatif est résumée dans l'axe transfert (Chapitre 1, §7.2.2 : Micro-perçage du silicium fin).

Le jet d'eau abrasif traditionnel se caractérise par une pression statique entre 2000 et 6000 bars, ce qui induit une dépression importante, de l'ordre de 0,5 bar, dans la chambre de mélange. Cela est suffisant pour entrainer, par effet Venturi, les particules et former le jet sans colmatage. Nos travaux portent sur la recherche des conditions hydrodynamiques à basse pression (inférieure à 700 bars), couplées à une miniaturisation de l'outil qui serait apte à générer un micro-jet d'eau abrasif. Celui-ci est un milieu formé d'un mélange de deux phases : solide (particules) et fluide (eau+air). Ainsi, le mélange obtenu constitue un milieu continu décrivant un système mécanique isolé, où les deux phases interagissent à leur interface, où agissent les forces internes, à savoir la trainée, la force de masse virtuelle et la diffusion mécanique.

Les forces externes de pesanteur et de frottement en paroi sont négligées. Ces hypothèses sont raisonnables compte tenu du gradient de pression très élevé en présence dans le milieu. Les hypothèses complémentaires considérées sont : la quantité de mouvement du mélange est constante, les particules sont isolées.

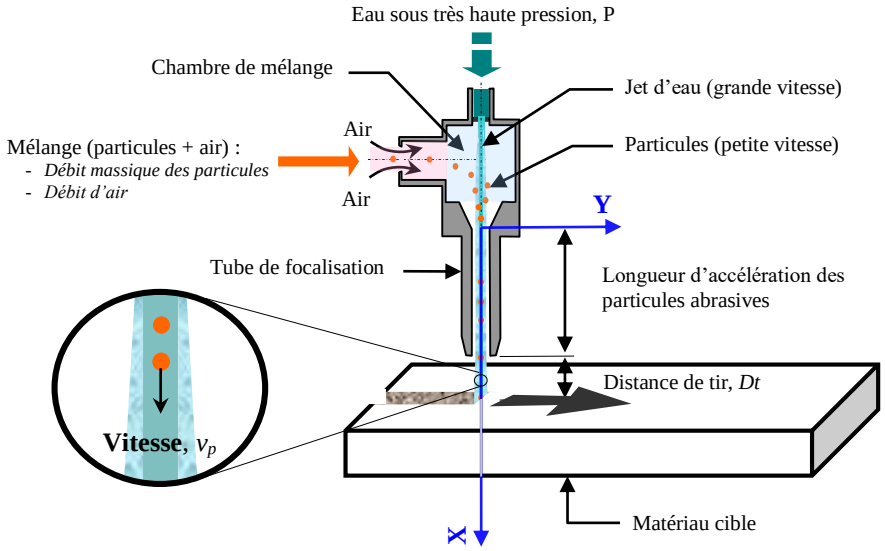


Figure 1 : Schéma de principe du processus d'accélération du jet d'eau abrasif et de l'outil

Les vitesses, v_p, et v_w, de la particule et de l'eau sont données par les relations suivantes [1] :

$$x_p = \frac{A}{2B}\left(\ln\left|2qv_p - s\right| - \frac{s}{2qv_p - s} + 2C\right) \quad (1) \qquad x_w = \frac{A}{2B}\left(\ln\left|h - 2pv_w\right| - \frac{s}{h - 2pv_w} + 2C\right) \quad (2)$$

x_p, et x_w les positions de la particule et du jet d'eau sur l'axe du tube de focalisation, respectivement. Les conditions initiales et de formation du jet, les coefficients des modèles de vitesse, sont explicités dans [1].

- Approche énergétique : La puissance cinétique, P_c, du jet est donée par la formule simplifiée (3) qui représente les apports du fluide diphasique (eau+air) et des particules, explicité dans l'éq.(4) :

$$P_c = \frac{1}{2}\dot{m}v^2 \qquad (3) \qquad\qquad P_c = P_c(fl) + P_c(p) \qquad (4)$$

Cette approche permet de calculer la puissance en fonction des propriétés mécaniques du matériau cible. Il est donc possible, étant donné que les particules sont responsables du phénomène d'érosion d'un matériau dur et fragile, de déterminer la puissance du jet en choisissant les conditions de formation du micro-jet tel que la puissance cinétique des particules soit au moins égale à celle du fluide eau+air.

Principaux résultats

L'approche analytique de calcul de la vitesse des particules a permis de prendre en compte les conditions de formation du jet notamment la pression statique, la taille de la particule, le diamètre de buse et la masse volumique du mélange eau+air mais aussi le rôle crucial joué par l'air présent dans le jet. Les évolutions des vitesses des phases constitutives du microjet ont été tracées à partir des relations (1) et (2) (Fig 3a).

Les évolutions de ces courbes théoriques ont été comparées aux simulations numériques de Feng Y. [Feng, 2012] (Fig 3b). Dans l'exemple présenté dans la figure 3a, les courbes théoriques décrivent les cas de formation du microjet à basse pression (500 bars, Øtube 0,25mm, Øbuse 0,10mm, Øparticule 60µm, masse volumique de la particule 400 kg/m^3 (Grenat). L'enveloppe des vitesses a été calculée pour différentes masses volumiques homogénéisées du mélange eau+air considérés (1000, 500, 250 et 40 kg/m^3) [1,4]. Alors que la puissance du jet traditionnel minimale est généralement de l'ordre de 7 kW, celle des particules calculée pour le micro est de 3 W, sensiblement égale à celle du fluide eau+air, soit une puissance totale du jet de 6 W. De ce fait, l'approche multi-échelle que nous avons élaborée trouve du sens car si la puissance du microjet est de l'ordre du W, celle de l'outil standard est de l'ordre du kW. C'est cette approche multi-échelle que nous avons appliquée à un cas applicatif présenté plus loin dans l'Axe transversale

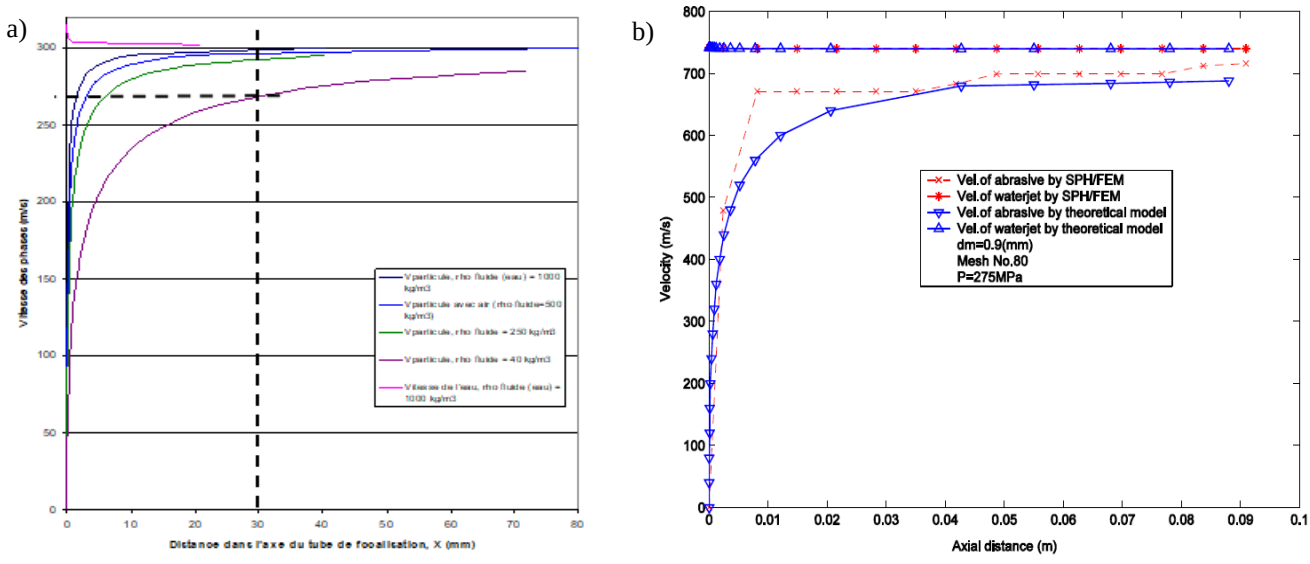


Figure 3 : Evolution théorique des vitesses des particules et du microjet basse pression a) 500 bars (modèle analytique), b) 2750 bars, comparaison du modèle analytique et simulation numérique SPH [5]

Conclusion

Notre approche analytique des écoulements multi phasiques ouvrent une orientation de recherche dans le domaine des basses pressions, ce qui permet de réduire l'énergie des outils jet d'eau abrasif et d'améliorer la précision. Elle jette les bases de développement d'une nouvelle génération d'outils microjet à basse pression à faible puissance cinétique, ce qui pourrait apporter des réponses aux problématiques relatives au perçage et l'usinage des matériaux durs et fragiles difficiles à travailler à l'aide des outils traditionnels. Cette recherche a permis d'établir une approche multi-échelle qui jette les bases d'une analyse qualitative et quantitative des interactions jet - matériau. Les résultats ont été utilisés dans un exemple de projet applicatif présenté dans l'Axe transversal. Ils ont permis de concevoir et de réaliser un prototype d'outil miniaturisé pour le micro perçage de wafers de silicium utilisé dans les dispositifs microfluidiques de caractérisation moléculaires des chaines ADN (Projet applicatif 1).

Publications associées

1. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N. « Prediction of abrasive particle velocity in a high pressure waterjet and effect of air on acceleration process », *Eur. J. of Mechanics **(B/FLUIDS)***, Ed. **ELSEVIER**, Vol. 15, pp. 527 - 543, 1996
2. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N. « Interaction of abrasive water jet with cut material at high velocity of impact - Development of an experimental correlation », European Journal of Mechanics **(A/SOLIDS)**, Ed. **ELSEVIER**, 15, n°6, pp.1037-1047, 1996
3. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N. « Theoretical analysis of the particle acceleration process in abrasive water jet cutting », *Computational Materials and Science*, Ed. **ELSEVIER,** n°5, pp. 243-254, 1996
4. **Tazibt A.**, Parsy F., Abriak N. « Theoretical investigations on accelerating particle and correlating depth of cut in Abrasive Water Jet Cutting », *Int. J. of Water Jet Technology*, Ed. Pr M. Vijay, National Research Council of Canada, Ottawa, Ontario, Vol.2, Number 3, pp. 187-195, September 1997

I.2 Jet d'Eau Laser de puissance sous haute pression

Problématique, contexte et objectif

Nous présentons ici les travaux de recherche que nous développons dans le domaine de la mécanique et physique des fluides complexes composés d'eau sous pression et de laser. Nous nous intéressons au développement d'un outil hybride jet d'eau laser (Fig 1) formé par le couplage de ces milieux. Un tel outil est destiné pour l'usinage ou le traitement des matériaux thermosensibles sans échauffement, avec comme enjeu de (i) réduire les déchets (ii) préserver les caractéristiques mécaniques des pièces, (iii) améliorer la précision. Il pourrait être utilisé en substitution des outils conventionnels (jet d'eau abrasif, laser, plasma, cisaillage). De plus, l'utilisation du laser dans le jet d'eau apporterait un avantage compétitif du point de vue de la productivité.

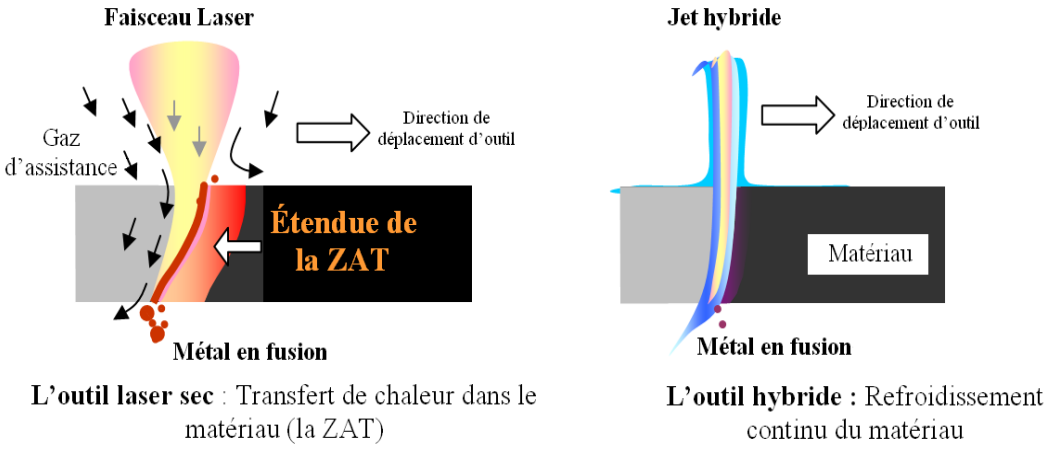


Figure 1 : Comparaison des outils laser et hybride jet d'eau laser, lors d'une découpe

Cette recherche est originale à l'échelle internationale. Il n'existe pas, à notre connaissance, de travaux sur ce thème hormis ceux de Synova [Synova] qui traitent du Microjet d'eau laser à très basse pression (30-50 bars) et faible puissance laser (300W). Le Microjet est utilisé pour la micro-découpe des matériaux très fins (<1mm) en microélectronique et le médical. Cependant notre concept se destine pour la découpe des matériaux industriels plus épais et qui posent les problèmes d'échauffement ou de production de volumes importants de déchets hydro abrasifs (120000 T/an en Europe). Ces problématiques sont d'autant plus critiques que les matériaux cibles constituent l'écrasante part du marché mondial de la découpe, ce qui favorise le potentiel de transfert notamment dans l'aéronautique et l'énergie.

L'idée de guider un laser de puissance dans un jet d'eau sous hautes pressions est née en 2006 lorsque nous cherchions une méthode propre de découpe respectueuse de l'environnement. Nos travaux ont été menés dans le cadre de la thèse de L. Weiss que j'ai codirigée en collaboration avec l'équipe des Pr M. Aillerie (Dir de thèse) et P. Bourson du Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes (LMOPS). Ils font partie du projet collaboratif ADEME HYBRID-LJET que j'ai coordonné en collaboration avec le LMOPS de l'université de Lorraine, le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) de l'Université de Lorraine, le centre de Développement Rapide de Produits (CIRTES) et l'Institut de Soudure (IS). L'objectif de ce projet est de développer un nouveau concept de procédé de découpe hybride, composé d'un jet d'eau couplé sous très haute pression à un faisceau laser de puissance. Il regroupe des compétences multidisciplinaires : mécanique des fluides appliquée au procédé jet d'eau très haute pression, l'optique, et de la caractérisation (imagerie, spectroscopie).

Le concept d'hybridation jet d'eau laser met en jeu des phénomènes multi-physiques multi-échelle. En effet, une variation nano de la longueur d'onde du laser causée par la pression de l'eau, va induire une variation à l'échelle micro de la position du point de focalisation dans le canal (buse) de projection, ce qui a pour effet de faire varier (à l'échelle méso) les dimensions de la chambre de couplage. Ces verrous scientifiques et technologiques nécessitent la capture de la phénoménologie milieu complexe par une méthode qui s'appuie sur des approches combinant l'expérimentation, la simulation et la modélisation.

Pour lever ces verrous, nous avons scindé le travail en trois volets illustrant notre raisonnement. Le premier volet traite des propriétés physiques et optiques de l'eau sous hautes pressions. La compréhension des phénomènes induits et les résultats obtenus alimentent le deuxième volet consacré à la conception et la réalisation du prototype d'outil hybride. Enfin, le troisième volet s'inscrit dans une suite logique vers la validation de l'outil par la caractérisation expérimentale des effets physiques, chimiques et thermiques de l'outil sur quelques exemples de matériaux industriels. Ce dernier volet est abordé dans la Partie II pour apporter un autre axe de recherche à l'étude des microstructures et la mécanique des matériaux sous sollicitation hybride thermomécanique à haute énergie cinétique et thermique.

1. Propriétés physiques et optiques de l'eau sous hautes pressions

1.1 Méthode

L'objectif de ce volet est de comprendre la physique et l'optique de l'eau sous différentes pressions d'usage et de déterminer les grandeurs qui influencent le processus de couplage. En fait, nous cherchons à connaitre la position du point de focalisation du faisceau laser dans un volume d'eau sous pression contenu dans un réservoir préfigurant la chambre de couplage de l'outil hybride jet d'eau laser (Fig 1). Pour cela, nous avons utilisé l'interféromètre de Michelson sur lequel nous avons implémenté un dispositif en Té (Fig 2). Celui-ci a, spécialement, été conçu pour mesurer l'indice de réfraction, *n,* de l'eau en fonction de la pression statique (1 à 2500 bars) et de la

longueur d'ondes du laser (532 à 633 nm). La bonne concordance obtenue entre les valeurs de *n* mesurée et celles calculées par les modèles théoriques de Bradley - Tait et Sellmeier, nous a amené à construire des modèles mathématiques originaux décrivant la densité et la polarisabilité de l'eau en fonction de l'indice de réfraction et de la pression, respectivement.

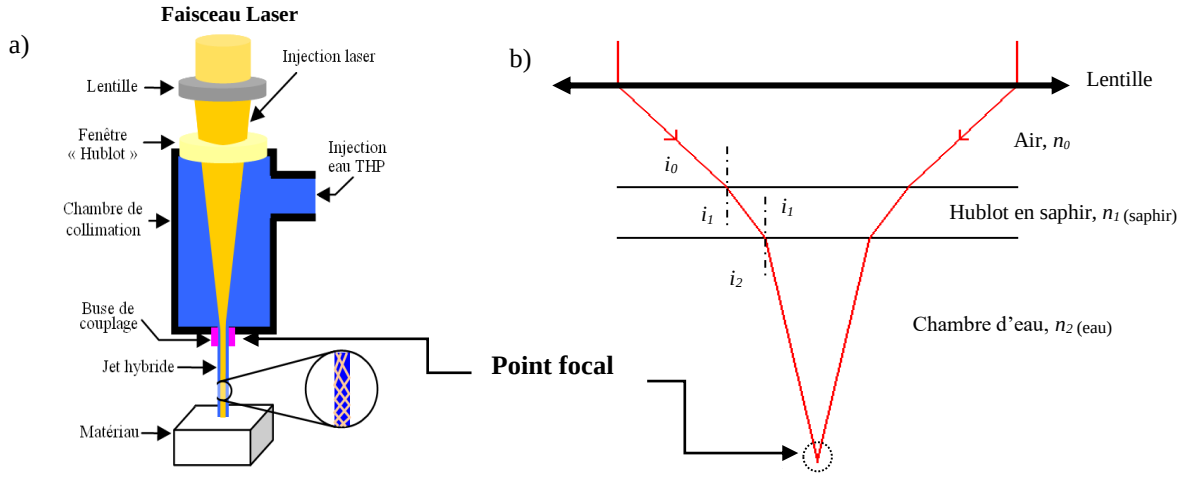


Figure 1 : Schéma de principe de l'outil hybride (a)
et du modèle de réfraction / couplage de deux milieux (b)

- Approche expérimentale : Détermination de l'indice de réfraction de l'eau : Pour mesurer l'indice de réfraction, *n*, de l'eau en fonction de la pression statique, nous avons conçu et fabriqué une chambre de pressurisation d'eau en forme de « Té », où le laser de test, de longueur d'onde, λ, traverse l'épaisseur, *e*, de l'eau, ce grâce aux hublots en saphir disposés sur chaque extrémité (Fig 2). Ceux-ci ont été dimensionnés pour résister aux très hautes pressions d'essai (jusqu'à 3000 bars). La chambre en Té est montée sur le banc interférométrique de Michelson du LMOPS que nous avons équipé en source de pression et de laser réglables. Connaissant le nombre de franges, *Z*, détectées par la diode photosensible, les valeurs de *n* ont été obtenues en utilisant la relation (3) proposée par M. Born and E. Wolf [1].

$$n = n_{Pamb} + \Delta n = n_{Pamb} + \frac{Z\lambda}{2e} \qquad (1)$$

n_{Pamb} : indice de réfraction de l'eau à température et pression ambiantes.

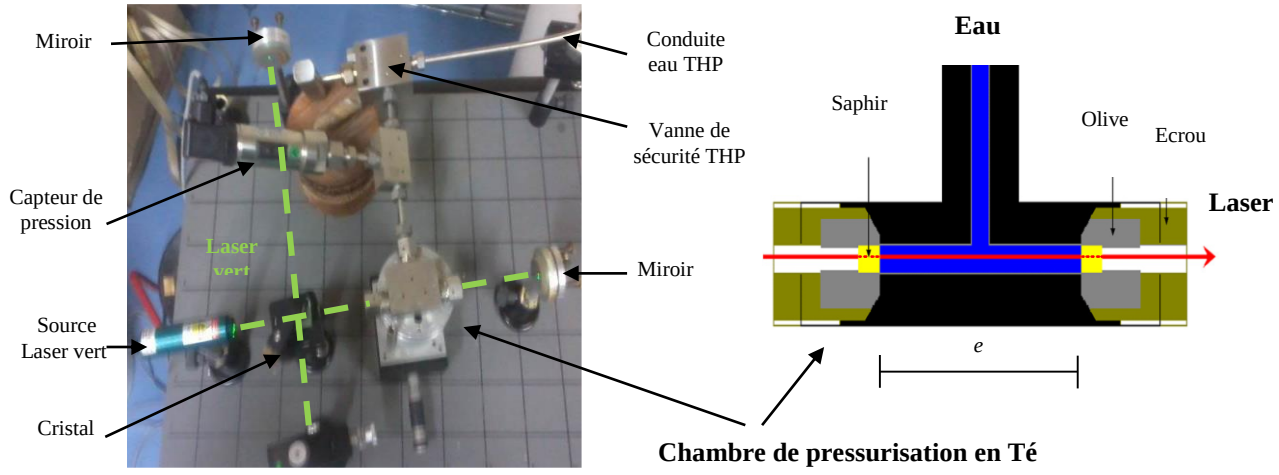


Figure 2 : Photo du banc d'essai interférométrique de Michelson intégrant la chambre de pressurisation en Té

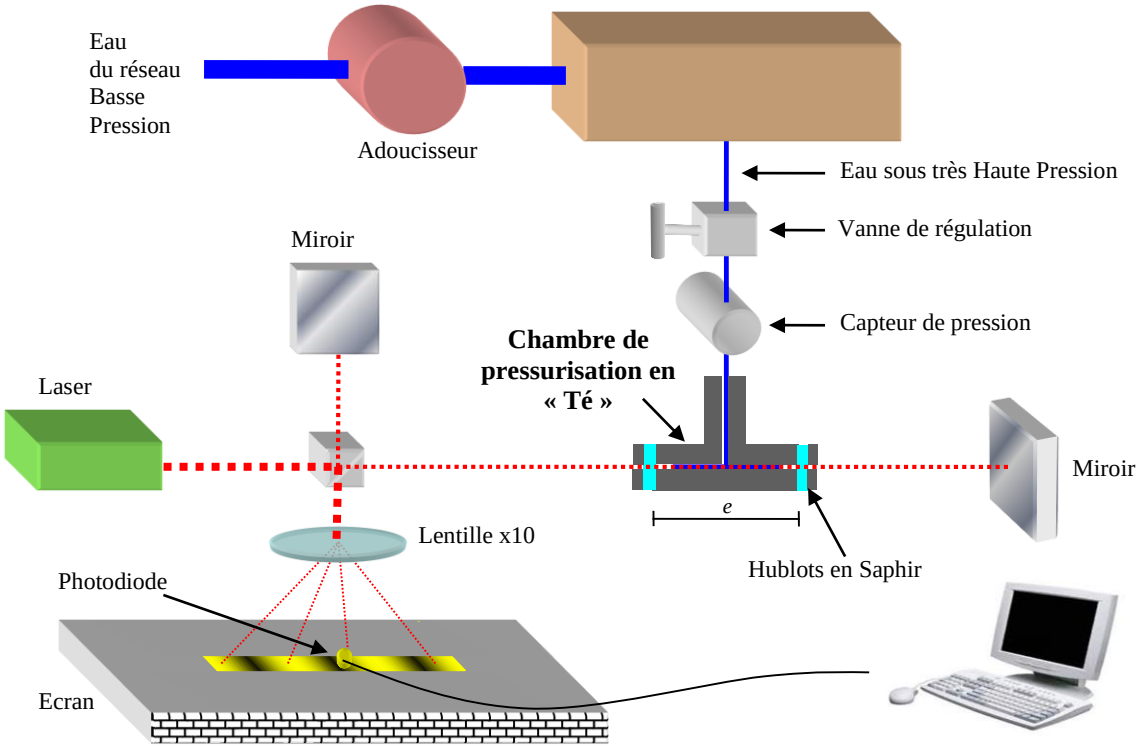


Figure 3 : Schéma du banc interférométrique d'essai (Michelson) intégrant
la chambre de pressurisation (Té)

- Approche fondamentale : Modélisation de l'indice de réfraction :

Le chemin optique, parcouru par le rayon laser dans la chambre de couplage (Fig 1a) est illustré par la figure 1b. Les angles de réfraction des milieux traversés par le rayon laser, sont calculés par la formule de Descartes-Snell (1) qui est déterminée en faisant appel à la corrélation (1).

$$n_0 \sin i_0 = n_1 \sin i_1 = n_2 \sin i_2 \qquad (2)$$

L'indice de réfraction, *n,* a été modélisé dans la littérature par des approches, hydrodynamique (en fonction de *P*) de Bradley-Tait (3) et physique (en fonction de λ) de Sellmeier (4) :

$$n(P) = \sqrt{n_{Pamb}^2 + a_0 \ln(\frac{a_1 + P}{a_2})} \qquad (3) \quad ; \quad n(\lambda) = \sqrt{1 + \sum_1^i \frac{B_i \lambda^2}{\lambda^2 - C_i}} \qquad (4)$$

La densité, *d*, et la polarisation, α, de l'eau, sont données par Tait (5) et Lorentz-Lorentz (6) :

$$d = d_{(P=Pini)} + a_0 \ln(\frac{a_1 + P}{a_2}) \qquad (5) \quad ; \quad \alpha = \frac{3M}{4\pi N_A}\left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2}\right) d \qquad (6)$$

Notre approche nous a permis de construire un modèle généralisé (7) [P1 weiss] multi-physique décrivant avec une grande précision (0,1%) l'indice de réfraction, *n,* de l'eau en fonction de la pression statique, *P*, et de la longueur d'onde, λ, du laser de test :

$$n(\lambda, P) = \sqrt{n_{Pamb}^2(\lambda) + a_0 \ln(\frac{a_1 + P}{a_2})} \qquad (7)$$

De la même manière, nous avons élargi l'investigation au réexamen de la densité de l'eau sous hautes pressions, jusqu'à 2500 bars, en proposant un modèle mathématique original (8) [1] dépendant de l'indice de réfraction, n, mesuré à l'aide de notre banc et de la longueur d'onde, λ, du laser de test.

$$d = a(\lambda)\, e^{b(\lambda)\, n} \qquad (8)$$

Enfin, notre approche permet également de calculer la polarisation, α, de Lorentz-Lorentz (6), pour différentes pressions, P, et longueurs d'onde, λ.

1.2 Principaux résultats

- ***Mesure de l'indice de réfraction de l'eau sous pression :*** La figure 4 représentant les mesures de l'indice de réfraction, n, de l'eau pour différentes pressions, P, (de 1 à 2500 bars) et longueurs d'ondes, λ, corrélés par notre modèle (7) multi-physique, et par Tait (3) (hydrodynamique) et Sellmeier (4) (physique), montre une très bonne concordance avec des écarts de l'ordre de 0.02% et 0.04%, respectivement.

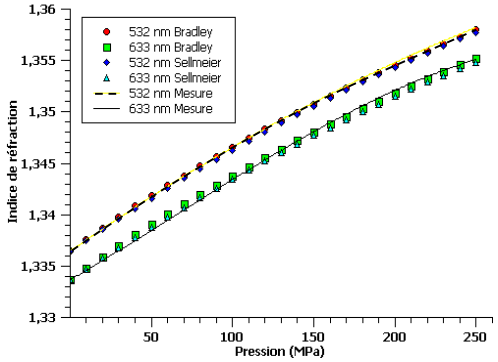


Figure 4 : Comparaison de l'indice de réfraction mesuré par notre méthode et l'indice calculé à l'aide des modèles de Tait et de Sellmeier pour λ=532 et λ=633 nm

- Extension de la modélisation de la densité et la polarisabilité de l'eau : Il est désormais possible de calculer la densité d'un fluide à partir de son indice de réfraction sans recourir à sa pression statique (Fig 5). La précision de notre modèle (8) est de 0,19 % par rapport aux valeurs de la littérature [1]).

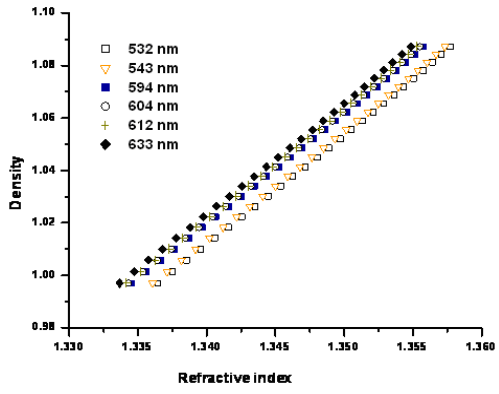


Figure 5 : Densité, d, de l'eau en fonction de l'indice de réfraction, n, et de la longueur d'onde λ à $T°_{am}$

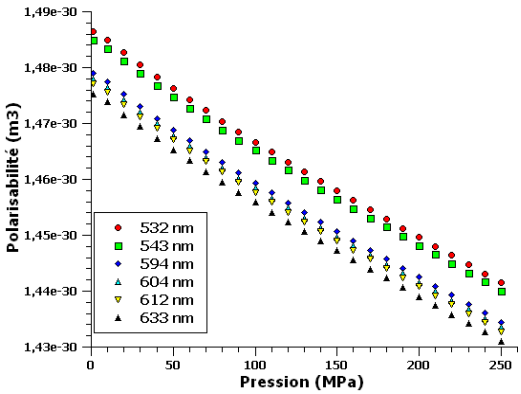


Figure 6 : Polarisabilité, α, de l'eau mesurée en fonction de la pression, P, pour différentes longueurs d'onde, λ

La figure 6 montre l'évolution de la polarisabilité de l'eau obtenue sous différentes pressions et longueurs d'onde du laser de test. Ce résultat est intéressant car il complète la table [1] des polarisabilités de l'eau en fonction de la densité et de la pression (jusqu'à 2500 bars) pour différentes longueurs d'onde dans le visible à 23°C. La méthode de détermination de la polarisabilité de l'eau que nous avons développée, ici, peut être généralisée aux fluides statiques

ou en écoulement sous pression. Elle constitue un corollaire qui peut jouer un rôle crucial dans le calcul de certains effets physiques tels que la diffusion Raman ou Rayleigh [1]. En effet, notre méthode de mesure de l'indice de réfraction peut permettre de fournir les valeurs de polarisabilité dont peuvent avoir besoin les physiciens.

2. Couplage hydro-optique : vers le développement d'un prototype d'outil hybride

2.1 Méthode

Après avoir encadré l'indice de réfraction de l'eau en fonction de la pression, l'objectif de ce deuxième volet consiste à élaborer, à l'échelle de laboratoire, un fluide hydro-optique qui préfigure l'outil hybride dans les conditions d'usage industriel. Le l'outil hybride se forme dans la chambre de couplage hydro-optique lorsque le point focal du laser se situe à l'entrée du canal (buse) et guidé en aval par le jet d'eau (Fig 1). Pour ce faire, nous avons étudié, dans un premier temps, l'hydrodynamisme (**cohérence**) de l'eau qui influence fortement la physique (**absorption**) du laser dans les conditions extrêmes de pression considérées. Dans un second temps, nous avons fabriqué quelques configurations géométriques de la chambre hydro-optique pour tests de couplage.

- Approche numérique de l'hydrodynamique de l'eau sous pression : La turbulence est un frein au couplage du Laser dans le jet d'eau. C'est pourquoi nous avons étudié les conditions d'obtention de la cohérence optimale du fluide en recourant à la simulation numérique par Fluent. Deux modèles géométriques ont été cosidérés : longue (Fig 7a) et plate (Fig 7b). Les géométries et le maillage ont été réalisés en utilisant le logiciel GAMBIT associé aux trois modèles de turbulence k-ε Standard, k-ε RNG (Re-Normalization Group). Ces travaux ont été menés dans le cadre du PFE de X. Qianran que j'ai co-encadré en collaboration avec l'équipe de M. Khalij, Mines NancyTech.

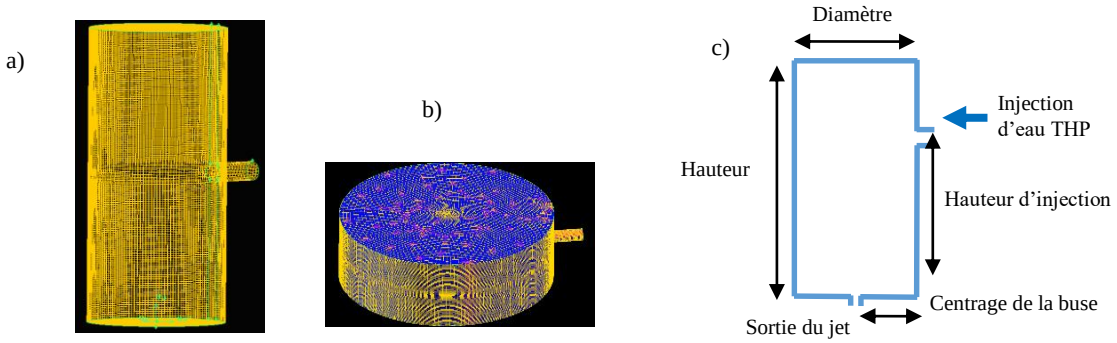
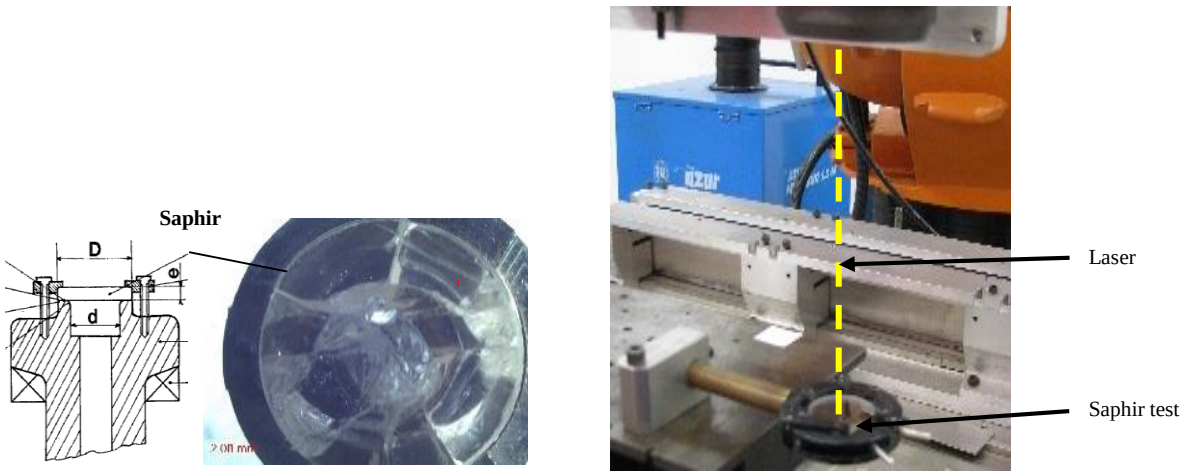


Figure 7 : a) Modèle géométrique de la chambre de couplage et maillage de configurations a) longue, c) plate.

- Approche expérimentale : Pour résister mécaniquement à la haute pression statique de l'eau et à la puissance du laser traversant le saphir du hublot, nous avons dimensionné celui-ci en utilisant la méthode de calcul de Chervin [Chervin] que nous avons, ensuite, vérifiée par les tests de résistance à la pression et à la puissance thermique du laser.

2.2 Principaux résultats

- Dimensionnement et vérification de la résistance du saphir du hublot : Les saphirs sont optiquement transparents et très résistants à la compression mais très fragiles en pression radiale. La figure 8b montre les plans de rupture après un essai mécanique réalisé sous 3200 bars. Les tests de vérification à la tenue thermique du saphir consistaient à exposer progressivement le saphir à un laser YaG continu 1064 nm jusqu'à 10 kW (Fig 10c).



a) b) c)

Figure 8 : a) Dispositif de test mécanique et b) plans de rupture du saphir après sollicitation à 3200 bars, c) Dispositif de test thermique du saphir exposé à un laser YaG continu 1064 nm de 10 kW

- Dimensionnement de la chambre hydro-optique : Les captures numériques de l'écoulement dans la chambre hydro-optique confirment les hypothèses quant à la cohérence du fluide et l'absorption du laser, deux phénomènes opposés. Elles suggèrent que la **forme longue** avec : i) arrivée d'eau THP distante de de la buse et ii) buse centrée, donne une meilleure stabilité hydrodynamique (Fig 9a). Mais ce résultat induit une forte absorption (70%) du laser dans la colonne d'eau. D'où le choix de la **forme plate** centrée (Fig 9b) pour les tests de couplage.

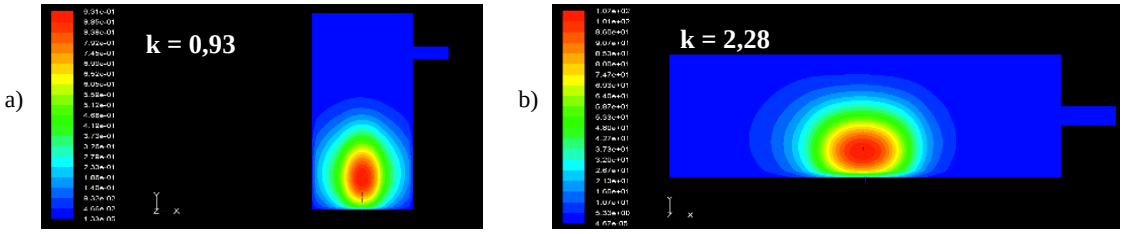


Figure 9 : Exemple d'écoulement dans une chambre longue (a) plate (b) e du fluide hybride jet d'eau laser

A l'issue des simulations, nous avons fabriqué quelques variantes de chambre hydro-optiques en utilisant le procédé Stratoconception en collaboration avec l'équipe du CIRTES. Dans un premier temps, des maquettes physiques de la chambre longue (Fig 10a) et de la chambre plate (Fig 10b) ont été fabriquées en PMMA pour susciter le travail collaboratif des équipes autour de l'outil hybride. Ensuite, des prototypes en acier ont été fabriqués et intégrés au banc d'essai (Fig 11).

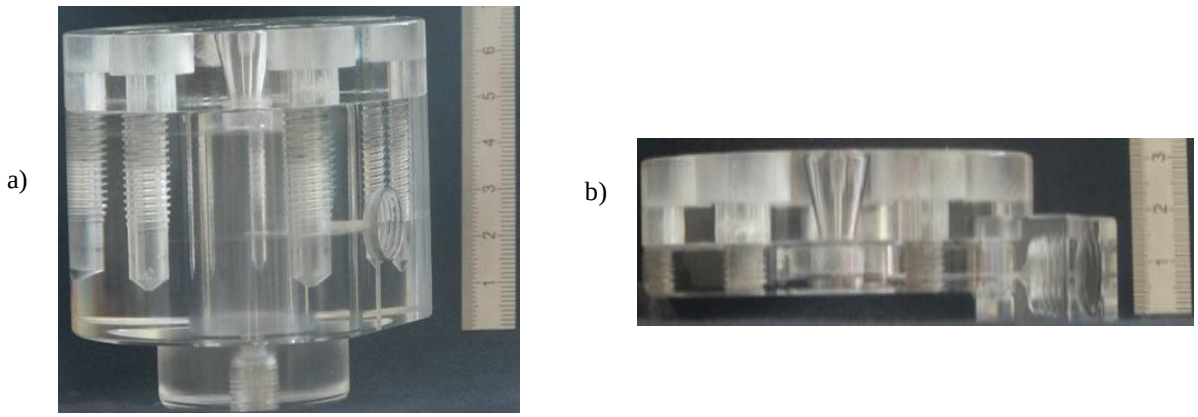


Figure 10 : Photos de la maquette en PMMA de la chambre a) longue et b) plate

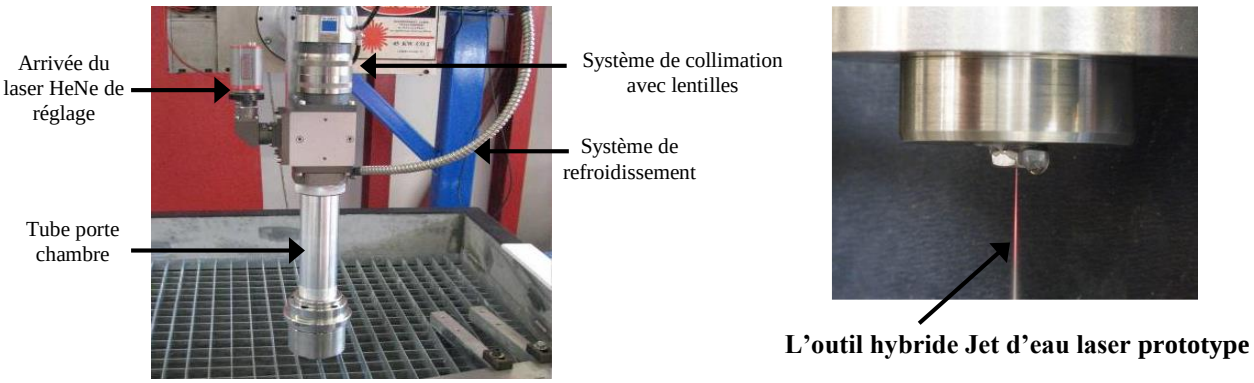


Figure 11 : Photo du banc d'essai et outil hybride jet d'eau laser prototype de laboratoire

Finalement, le couplage a été obtenu pour des pressions d'eau (300 - 500 bars) avec une source laser YaG continu 1036 nm. Mais l'absorption importante enregistrée y compris dans le cas d'une chambre plate ne permettait pas d'obtenir une énergie suffisant de coupe. C'est pourquoi, nous avons décidé d'orienter notre recherche vers l'exploration des lasers doublés en fréquence (522 nm) qui ne présentent pas le verrou relatif à l'absorption (Fig 12). Mais ce type de laser n'est pas disponible au niveau de notre plateforme.

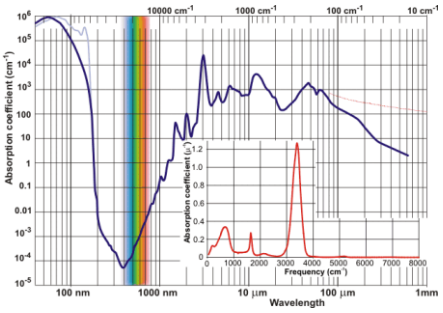


Figure 12 : Absorption du laser en fonction de λ

Conclusion

Nos recherches ont permis de développer une approche originale de compréhension de la physique et l'optique de l'eau sous hautes pressions statiques jamais atteintes (2500 bars) notamment par la construction de modèles de prévision multi-physique de l'indice de réfraction, la densité et la polarisabilité. Ces modèles peuvent être étendus aux milieux fluides purs ou mélanges homogène. D'autre part, en dépit de l'absorption importante du laser continu et relative à la longueur d'onde utilisée, les variables du couplage hydro-optique telle que la géométrie de la chambre ou la longueur d'onde, ont pu être approchés et encadrés théoriquement et expérimentalement. Néanmoins, bien qu'un outil prototype ait pu être développé et testé à basse pression (500 bars), il subsiste encore des verrous relatifs à l'absorption du laser dans la colonne d'eau. Nous sommes ainsi arrivés à la conclusion selon laquelle, seul un laser court (522 nm) doublé en fréquence pourrait permettre de réduire sensiblement l'absorption et de ce fait conduire à un résultat susceptible de déboucher sur un outil hybride prototype à haute pression. Celui-ci serait alors capable d'usiner des matériaux de forte épaisseur et de traiter les surfaces de certaines métallurgies.

Publications associées

Articles parus dans des revues internationales ou nationales

1. Weiss L., **Tazibt A.**, Aillerie M., Tidu A., « Water density and polarizability deduced from the refractive index determined by interferometric measurements up to 250 MPa », *J. of Ch. Phy* 136(12) : 1242018, October 2014.

Communications dans un congrès international ou national

1. Weiss L., Tazibt A., Tidu A., Aillerie M., *Optical properties of water under high pressure*, TOM 7 - Optical Systems for the Energy & Production Industries EOS Annual Meeting, Proceeding EOSAM, ISBN 978-3-9815022-4-4, Aberdeen, Scotland, UK, 25-28 September 2012

Rapport de projet collaboratif national

1. Tazibt A., Weiss L., Aillerie M., P. Bourson, Tidu A., Gressel P., Pelaingre C., Chehaibou A., ADEME HYBRID-LJET - Procédé hybride propre et performant de mise en forme des matériaux par jet d'eau puissance laser sous très haute pression, Rapport sci et tech, N° de contrat ADEME : 0874C0066, nombre de pages 65, 2016

I.3 Jet d'Azote cryogénique supercritique sous haute pression

Problématique, contexte et objectif

Nous nous sommes intéressés au domaine de la mécanique des fluides complexes impactant. Notre approche est originale au niveau international, elle jette les bases d'une recherche fondamentale appliquée à un milieu gazeux compressible réel, ici, l'azote dont la mise en œuvre peut conduire à la formation d'un jet cryogénique supercritique sous haute pression. Un tel jet peut être utilisé comme outil dont l'intérêt est multiple, à savoir le décapage, l'ablation et le traitement de surface, l'incorporation de propriétés nouvelles dans un matériau. De plus, il agit en voie sèche et ne génère pas de déchets additionnels contrairement aux systèmes traditionnels notamment dans le cas du décapage (acides, solvants, jet d'eau, sablage). En fait, l'azote se recycle naturellement dans l'air après l'opération, ce qui fait de cet outil une méthode à faible impact environnemental et à fort potentiel de transfert, mais le niveau de maturité technologique est très faible en raison de la méconnaissance des mécanismes qui régissent la formation et la structure thermo physique du jet. Pour lever ces verrous, nous avons mis en place une stratégie s'appuyant sur des compétences multidisciplinaires travaillant autour d'une installation nitrogénique expérimentale unique en Europe, développée au TJFU. L'objectif est de comprendre par la modélisation le comportement et les mécanismes qui régissent l'écoulement d'un gaz d'azote à l'état supercritique sous pression.

L'état de l'art international est vierge. Les travaux pertinents existants, à notre connaissance, sont ceux de la société américaine NITROCISION portant sur une source un outil azote. Nos travaux sont originaux. Il ont été initiés dans le cadre du projet collaboratif ANR JAZOLTHOP 2006 que j'ai coordonné. Celui-ci a fait l'objet de deux thèses soutenues et que j'ai co-encadrées en partenariat avec les équipes des Pr C. Fressengeas (LEM3) et R. Benelmir (LEMTA). Ces travaux se sont poursuivis dans le cadre d'une thèse que j'ai co-encadrée sous la direction du Pr T. Grosdidier (LEM3). Cette thèse donnera lieu à un brevet et des publications. Des travaux complémentaires aux thèses ont été réalisés dans le cadre de stages de masters que j'ai encadrés.

Méthode

Le développement de l'outil jet d'azote requière une bonne connaissance de la phénoménologie du milieu gazeux compressible impactant. En pratique, l'outil se décline sous deux configurations, utilisées pour le traitement de surface : jet d'azote pur, jet d'azote chargé de particules. Notre démarche utilise des approches numérique et expérimentale, où le banc d'essai constitue l'élément clé pour : (i) élaborer le jet sous des conditions réelles, (ii) mesurer ses propriétés (Pression, Température) et (iii) caractériser le comportement aux fins de validation de la modélisation. La source azote (Fig 1a) est capable de comprimer l'azote liquide (-196°C, 5 bars) et le porter à des hautes pressions (3500 bars), une température jusqu'à -180°C et une densité voisine de 1, ce qui confère à l'azote un état supercritique voire hypercritique (Fig 1b).

a)

b)

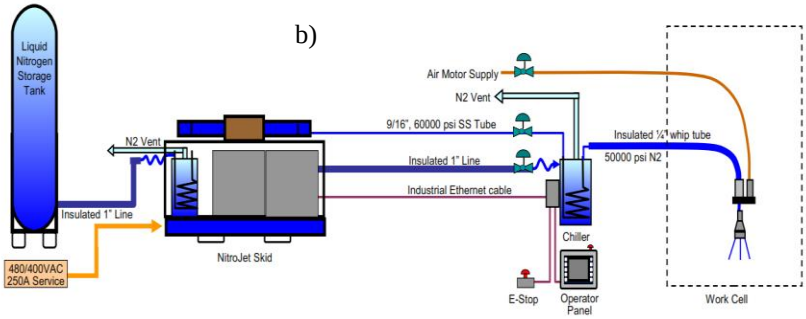


Figure 1 : a) La source nitrogénique du CRITT TJFU (NitroCision-IHI),
b) schéma de principe du procédé de pressurisation de l'azote liquide et d'obtention de l'état supercritique

- Modélisation du jet d'azote pur :

Une substance pure est dite à l'état « supercritique ou hypercritique », lorsqu'à pression et température critiques (P_c, T_c), les masses volumiques des phases liquide et gazeuse sont identiques (Fig 2) : c'est la masse volumique critique. La distinction entre liquide et gaz disparaît. Le point critique de l'azote est caractérisé par la pression P_c = 33,96 bar, température T_c = -147°C (126,19K), masse volumique ρ_c = 313,30 kg.m^{-3}. La détente du jet d'azote pur impactant s'effectue à l'air libre à la sortie de la buse de projection (Fig 3). Ce cas est mis en œuvre pour le traitement de surface ou pour la découpe sans ajout de particules.

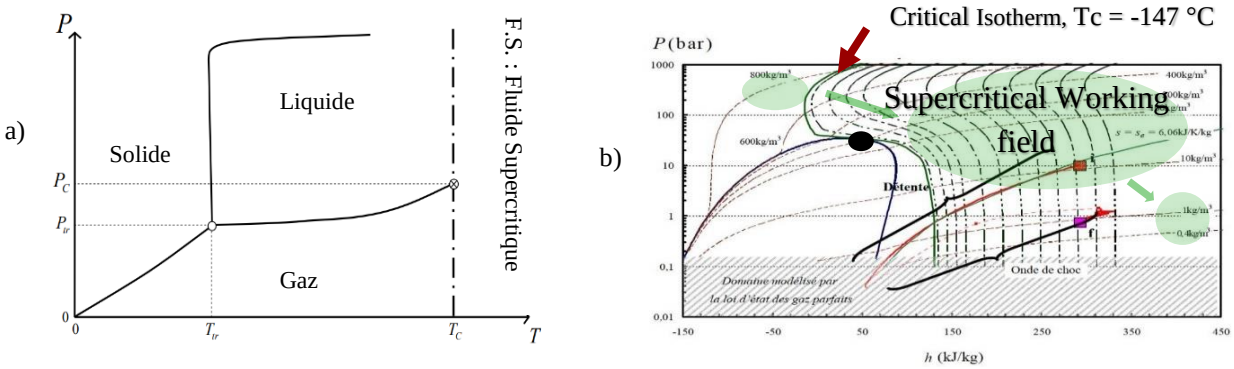


Figure 2 : Diagrammes (P,T) d'un corps pur (a) et (P,h) de l'azote (b)

L'écoulement est décrit par simulation en implémentant progressivement dans Fluent la loi d'état $P(\rho,T)$ et l'enthalpie $H(\rho,T)$ d'un gaz parfait puis d'un gaz réel, ce qui a permis d'obtenir la convergence des calculs et de se rapprocher du cas d'usage industriel. Les données relatives à la formation du jet et les expressions mathématiques de la loi d'état et de l'enthalpie des gaz parfaits et réels, sont explicitées dans nos travaux de thèse de P. Dubs.

Fluides	Loi d'état	Enthalpie
Gaz parfaits :	$P(\rho,T) = \rho\, r T$	$H(\rho,T) = C_P\, T$
Gaz réels	$\begin{cases} P(\rho,T) = \rho_{SG}^2 \left(\dfrac{\partial F(\rho,T)}{\partial \rho}\right)_T \Big\|_{(\rho_{SG},T)} & si\ \ T < T_C \quad et \quad \rho_{SG}(T) \le \rho \le \rho_{SL}(T) \\ P(\rho,T) = \rho_{SG}^2 \left(\dfrac{\partial F(\rho,T)}{\partial \rho}\right)_T & ailleurs \end{cases}$	$H(\rho,T) = F(\rho,T) - T\left(\dfrac{\partial F(\rho,T)}{\partial T}\right)_P + \rho\left(\dfrac{\partial F(\rho,T)}{\partial \rho}\right)_T$

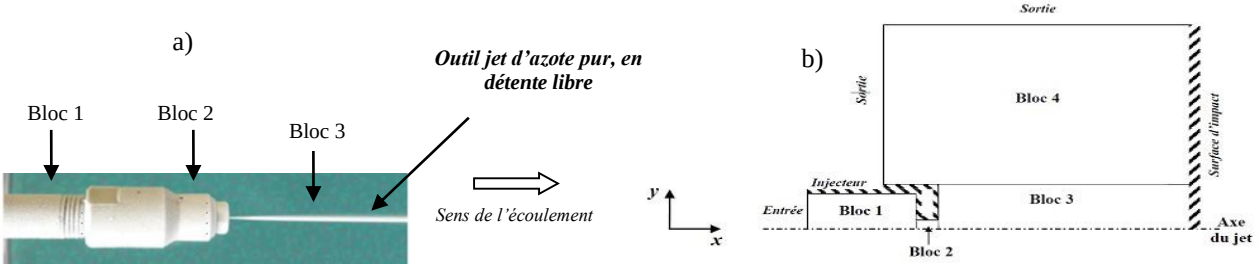


Figure 3 : Configuration 1 du jet, a) photo de l'outil jet d'azote, b) schéma géométrique

- Modélisation du jet d'azote chargé de particules :

Le jet d'azote est confiné dans une chambre de mélange (Fig 4) en dépression pour permettre l'aspiration, par effet Venturi, des particules dans le jet et former ainsi un jet d'azote abrasif. Celui-ci est utilisé pour le décapage de revêtements, le grenaillage ou la découpe de matériaux.

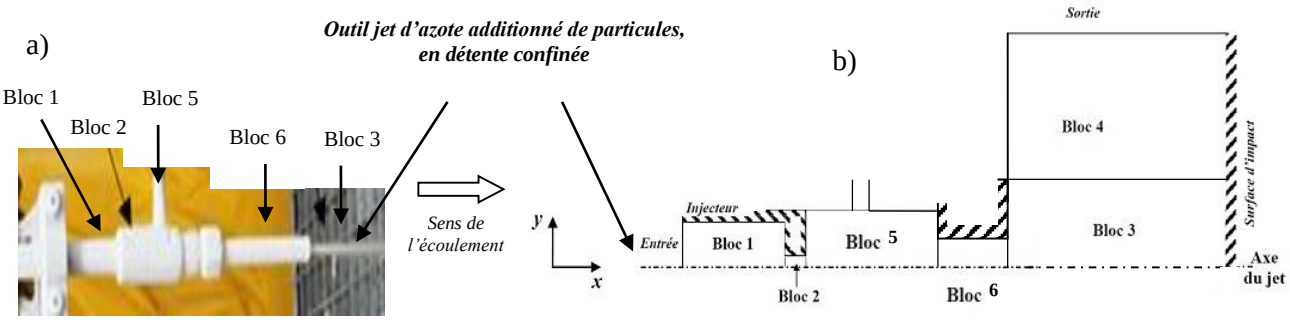


Figure 4 : : Configuration 2 du jet, a) Photo de l'outil jet d'azote cryogénique supercritique sous pression chargé de particules en détente confinée, b) modèle géométrique de la détente confinée d'un jet impactant.

Bloc 1 *: Chambre de compression (Tube de collimation)* ***; Bloc 2*** *: Canal d'accélération et de projection (Buse d'injection) ;* ***Blocs 3 et 4*** *: Espace de tir ; Bloc 5 : Chambre de mélange gaz/particules ; Bloc 6 : Conduite d'accélération*

Dans ce cas d'étude, le jet est déformé par le flux d'air et de particules introduits à grande vitesse dans la chambre de mélange, ce qui a suggéré l'emploi d'une approche différente de celle pour le cas du jet d'azote pur. En fait, nous avons tenté de capturer numériquement le comportement du jet complexe (azote + particules) dans la chambre de mélange puis dans le canon de focalisation et enfin à l'air libre avant impact (Fig 5). La méthode de simulation a été complétée par une approche expérimentale d'observation et de mesure conçue et mise en œuvre au CRITT TJFU (Fig 6). L'objectif est de construire un protocole de validation expérimentale de la modélisation du jet :

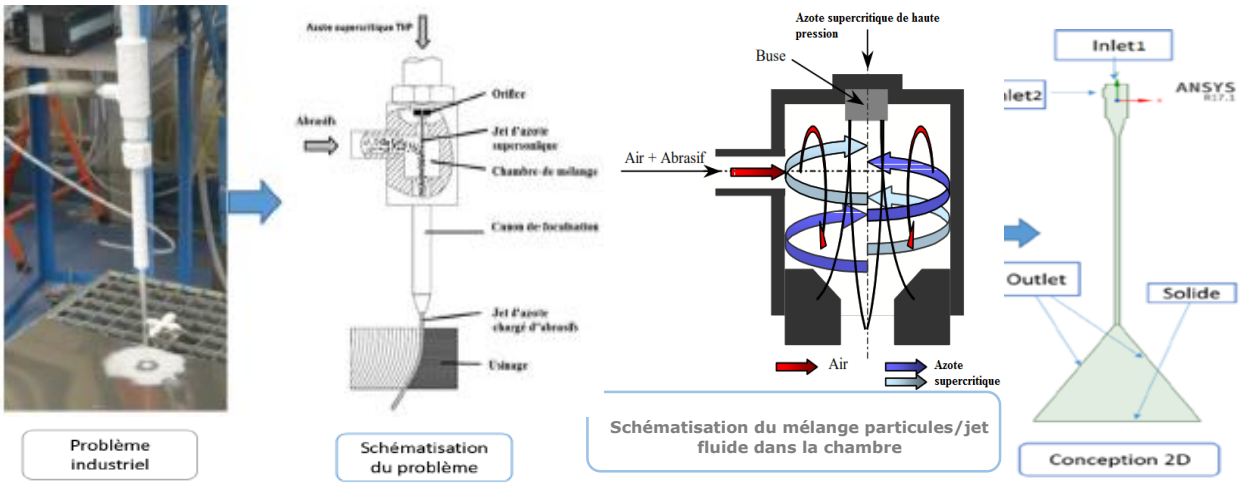


Figure 5 : Représentations de l'outil industriel standard jet d'azote impactant chargé de particules

- L'observation consiste à filmer, avec une caméra rapide (40000 images /s), la détente du jet libre impactant, ce qui permet de capturer la cinématique et la structure du jet grandeur nature.
- En parallèle, nous avons conçu un protocole de tests qui permet d'approcher la physique du jet par la mesure quantitative et qualitative de la quantité de matière enlevée et de la physionomie de la trace lors du décapage sur échantillons modèles.

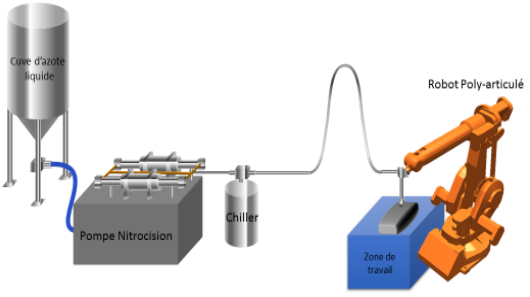


Figure 6 : L'installation exépriemnatale (CRITT TJFU)

Les caractérisations mécaniques et microstructurales sont effectuées à l'aide du MEB, rayons X, EBSD, dureté, au seins des laboratoires partenaires particulièrement le LEM3 pour les caractérisations des matériaux métalliques, le LPMT de Mulhouse pour les polymères et le LERMAB pour les matériaux bois.

Principaux résultats

- Simulation et capture numérique de la structure du jet N_2 pur : La figure 7 montre la simulation numérique du jet en détente libre pour des conditions fixées de projection. Elle représente une capture de la structure de jet très caractéristique, comportant un Disque de Mach (DM) formé par l'onde de choc qui résulte des ondes incidentes et réfléchissantes, une couche de mélange et des zones de détente, de re-compression (dans le DM). Ces résultats sont en accord avec la littérature, particulièrement ceux obtenus par Otobe et al (2008) (géométrie en trait noir continu). La position et la géométrie du DM peuvent être décrites pour les cas de fluide parfait (Fig 8a) et réel (Fig 8b).

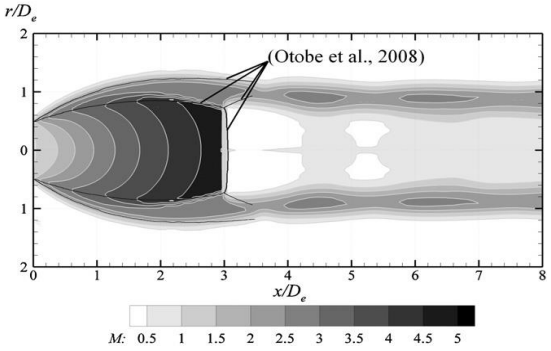


Figure 7 : Contours du jet, comparés aux résultats de la littérature (Otobe et al., 2008, —).

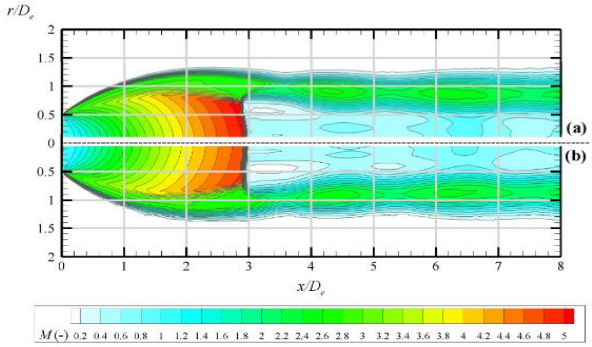


Figure 7b : Contours du le jet : (a) : avec la loi d'état de fluide réel ; (b) : avec la loi d'état de gaz parfait.

La figure 9 montre les évolutions du nombre de Mach, la pression statique, la température et l'entropie du jet le long de son axe. A la sortie de la buse, le jet accélère rapidement pour atteindre une vitesse supersonique pouvant atteindre Mach 4 en amont du DM. Dans cet intervalle, la pression statique chute drastiquement et peut atteindre des valeurs inférieures à la pression atmosphérique. Dans le DM, l'écoulement devient subsonique, se re-comprime et se réchauffe. Un saut de l'entropie a également été observé dans le DM en aval duquel l'écoulement subsonique accélère à nouveau, se détend puis se re-comprime et décélère.

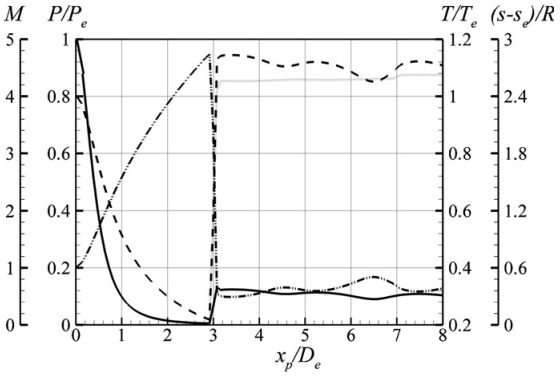


Figure 9 : La pressure *P/Pe* (—), Nombre de Mach M(.. ..)(– - –), Température *T/Te* (- - -), Entropie (s-se)/R ( ) sur l'axe du jet libre.

En pratique, le jet est utilisé en projection libre sur le matériau à traiter. La figure 9 montre les structures du jet impactant pour des paramètres de projection fixés. Les simulations décrivent qualitativement une structure similaire à celle d'un jet en détente libre notamment le diamètre et la position du DM, la pression statique et la température du fluide, la vitesse de l'écoulement, la couche de mélange. Cette structure évolue notablement en fonction de la distance de tir, elle peut donner naissance à la formation d'une bulle de recirculation qui s'accompagne d'une pression locale à l'impact supérieure à la pression atmosphérique distribuée radialement autour de la bulle, mais ce résultat reste à confirmer dans le cadre de travaux futurs.

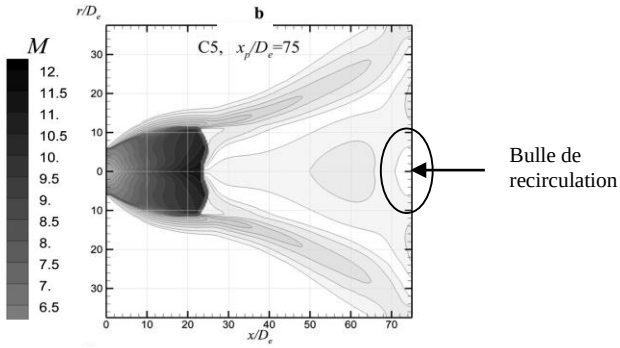


Figure 9 : Contours du Nombre de Mach et formation d'une bulle de recirculation pour *xp/De* = 75

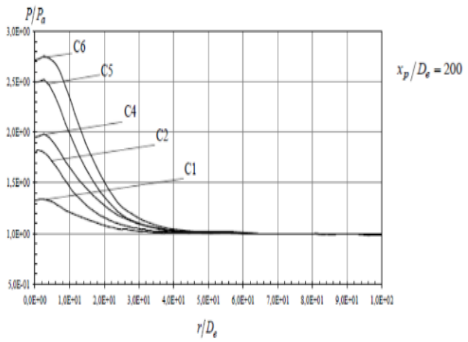


Figure 10 : Profils de la pression en fonction de la position radiale sur la surface d'impact en *xp*/*De*=200

Dans la bulle de recirculation, la pression au pic est 2,75 Pa, valeur maximale obtenue pour la condition d'injection C6 (P =3000 bars) et la distance de tir *xp/De* =200 (Dt = 40 mm) (Fig 10).

- Du fluide parfait au fluide réel : vers un jet d'azote supercritique (industriel) :

L'écoulement est compressible stationnaire et turbulent. La loi d'état du fluide est la loi dite exacte prenant en compte les effets de fluide réel. Les propriétés de transport (conductivité thermique et viscosité) sont calculées à partir des données du NIST. A l'entrée, sont prescrites des conditions de consigne P_{inj} = 500 bars, T_{inj} = -143°C (130K), à la sortie : les conditions atmosphériques P_a et T_a (25°C). Sur la surface d'impact, la vitesse axiale est imposée nulle. La paroi de la buse est adiabatique. Enfin, une symétrie est imposée sur l'axe du jet. Les conditions de projection de l'azote : Les paramètres géométriques de la buse sont fixés à une longueur de l_e = 1 mm, et un diamètre D_e = 0,2 mm. La distance de tir D_t = 10 mm (x_p/D_e = 50). Nous avons capturé la structure du jet pour le nombre de Mach, la pression et la température sur l'axe du jet, d'une part dans le cas du gaz parfait (Fig 12) et d'autre part dans le cas gaz réel (Fig 13).

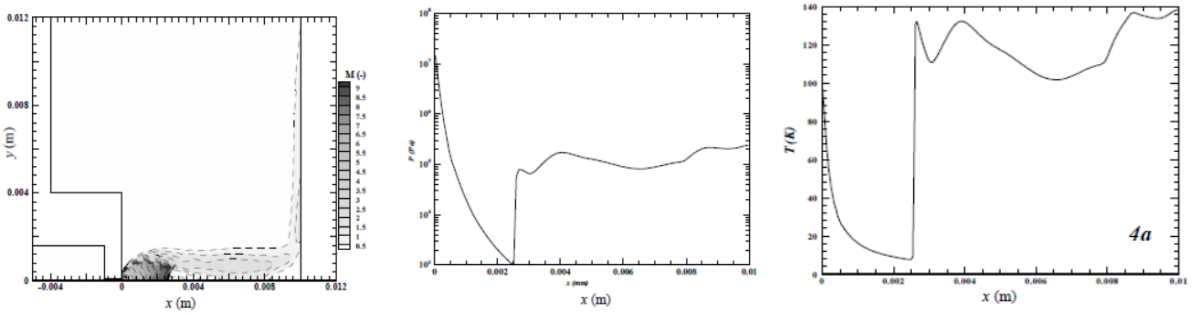


Figure 12 : **Cas du gaz parfait** (*Pinj* = 500 bars, *Tinj* = -143°C (130K)) de gauche à droite : champ du nombre de Mach et profils de pression et de température sur l'axe du jet pour une distance de tir *xp*/*De* = 50 (Dt=10mm)

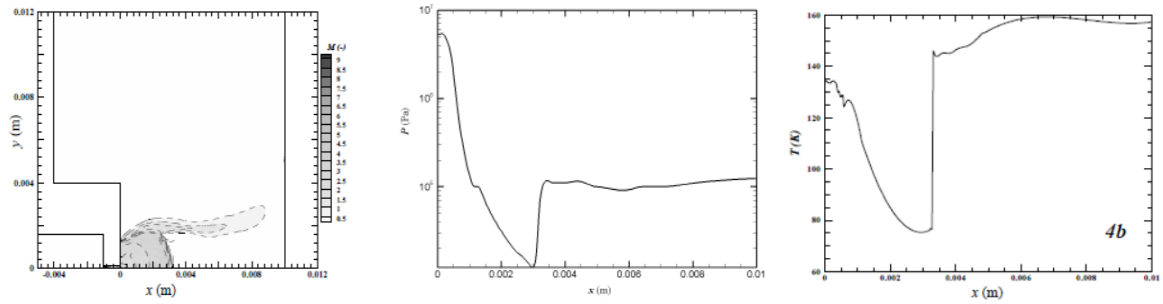


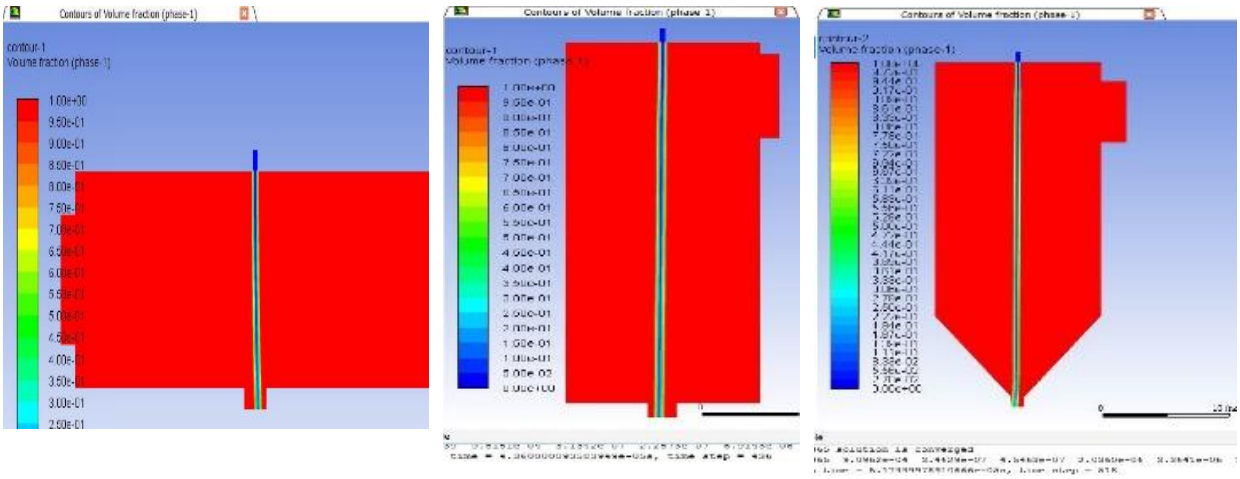
Figure 13 : **Cas du fluide réel** (*Pinj* = 500 bars, *Tinj* = -143°C) de gauche à droite : champ du nombre de Mach et profils de pression et de température sur l'axe du jet pour une distance de tir *xp*/*De* = 50 (Dt=10mm)

Les figures 12 et 13 montrent que le modèle numérique proposé donne des résultats en accord avec la littérature tant au niveau du **nombre de Mach** que de la **pression** et de la **température**. Ce résultat nous permet de conclure que l'équation d'état utilisée décrit bien le comportement du jet d'azote mais avec quelques effets relatifs au fluide réel. Pour exemple, dans le cas du **fluide réel**, le nombre de Mach en sortie de buse est plus élevé M = 1,6 et l'écoulement est fortement accéléré pour atteindre une vitesse supersonique M = 6,8 (M = 9,2 pour le gaz parfait). Tandis que la pression et la température chutent fortement pour atteindre des valeurs inférieures aux conditions ambiantes, respectivement : 8,65 10^{-4} Pa (5,87 10^{-5} Pa pour le gaz parfait) -196 °C (77K) (-262 °C (11,3K) pour le gaz parfait). Le **disque de Mach** de diamètre DDM /De = 8,67 (DDM /De = 5,69 pour le gaz parfait), apparaît alors à une abscisse xDM/De =15,85 (xDM/De=12,85 pour le gaz parfait). Ces résultats montrent que la détente du fluide réel est plus rapide que celle du gaz parfait et que la vitesse obtenue à l'issue de la détente est moins importante. Enfin, on constate que la **couche de mélange** du fluide réel est déviée par l'impact contrairement au gaz parfait.

Toutefois, il faut noter que les simulations effectuées avec la loi d'état de fluide réel, sont très couteuses en temps de calcul. De plus, la plupart des simulations prenant en compte les effets de fluide réel dans le modèle monophasique ne convergent pas pour des pressions dont NPR > à 50. Pour ces cas, l'échec des simulations est suspecté de provenir d'un passage dans le domaine multiphasique du fluide lors de la détente rapide. A ce jour, ce phénomène n'est pas traité. Des efforts de recherche encore important doivent être menés en ce sens afin de pouvoir modéliser convenablement le jet fluide réel étudié ici.

- Simulation et capture numériques de la structure du jet N_2 chargé de particules :

La configuration industrielle de l'outil jet d'azote chargé de particules suggère l'étude de modèles géométriques particuliers de la conduite génératrice du fluide impactant. La géométrie de la conduite comprend une chambre de mélange cylindrique raccordée à un tube de focalisation. En partant du principe mécanique selon lequel plus grande est la dépression, plus grande est la vitesse d'aspiration des particules dans le jet, meilleurs sont les processus de mélange et d'accélération du jet. Sur le plan scientifique, pour des conditions industrielles données des paramètres process (pression, diamètre de la buse, débit du jet, diamètre d'outil), le volume et la géométrie (plate, longue) de la chambre de mélange sont les deux variables critiques qui déterminent la performance de l'outil. Ainsi pour un volume fixé de référence industrielle, trois configurations géométriques A (forme plate : diamètre > hauteur), B (forme longue à fond plat : diamètre < hauteur,) et C (forme longue à fond conique : diamètre < hauteur) ont été considérées (Fig 16).



(Géométrique A) (Géométrique B) (Géométrique C)

Figure 16 : Simulation de la structure du jet fluide N_2 dans différentes géométries de la chambre de mélange

Les simulations montrent qu'une forme longue conduit à des dépressions supérieures à une forme plate (Fig 17). Pour valider la simulation, nous avons mesuré, à l'aide d'un manomètre ALCATEL 619 SS 520, la dépression en fonction de la pression du jet (Fig 19). Les valeurs moyennes obtenues suivent une loi décroissante (Fig 20) et peuvent atteindre 648 mbars pour une pression de 3000 bars. Dans ces conditions, nous obtenons théoriquement la meilleure performance des processus de mélange du jet chargé de particules. Pourtant, l'expérience nous a montré que, y compris dans ces conditions favorables, l'outil jet fluide n'est pas optimisé et sa structure est instable, ce qui est un frein pour le développement du procédé.

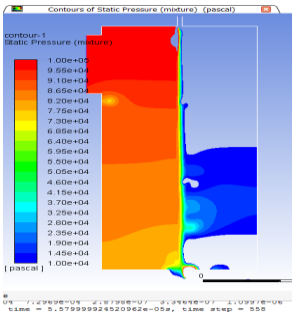


Figure 17 : Simulation de la dépression dans la chambre

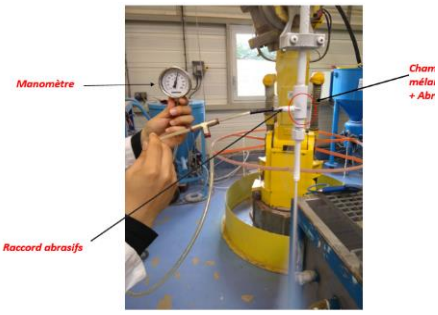


Figure 18 : Banc d'essai de mesure de la dépression dans la chambre

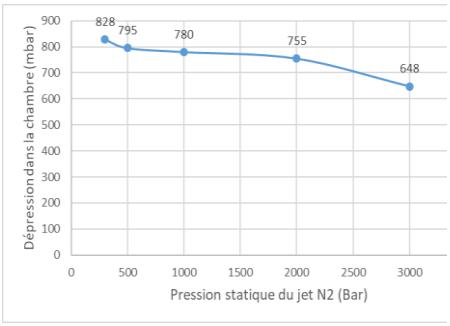
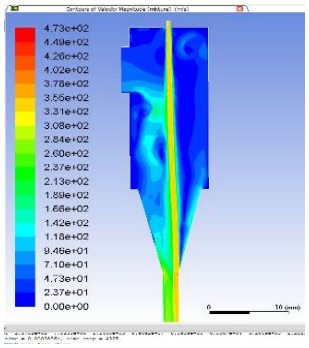


Figure 19 : Dépression mesurée dans la chambre en fonction de la pression du jet

Ce résultat original est dû à la déviation du jet dans la chambre de mélange. Ce phénomène serait induit par le flux d'air d'amenée de particules entrant dans la chambre par effet Venturi (Fig 20). En plus de la turbulence, la déformation du jet provoque une déviation de la trajectoire du jet par rapport à l'axe de l'outil, ce qui a pour conséquence de créer un bouchon par l'impact du jet sur la paroi du tube de projection. Ce résultat est original au niveau international. Il pourrait expliquer la non performance, les disfonctionnements fréquents et l'usure prématurée des outils existants. Désormais, la compréhension de ce phénomène pourrait permettrait d'améliorer la performance et la durabilité de l'outil jet fluide.

a)



b)

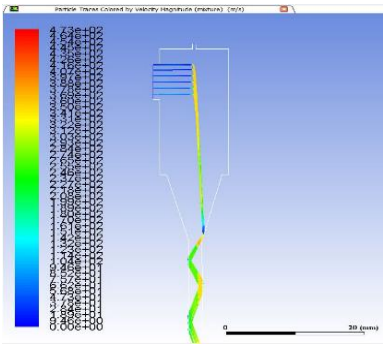


Figure 20 : Simulation de la déviation du jet dans la chambre induisant l'impact avec la paroi du tube de projection : a) jet d'azote pur, b) jet d'azote chargé de particules.

Les phénomènes identifiés relatifs à la déviation du jet et à la performance du mélange et de l'accélération, posent la problématique de contrôle de l'énergie cinétique du jet qui dépend fortement de la géométrie de la conduite de projection. En effet, comme nous l'avons montré plus haut, la déviation du jet combinée avec l'angle du cône d'entrée du tube de projection, a pour effet d'éroder la surface interne selon un profil caractéristique périodique (Fig 21). Une coupe sur la génératrice d'un tube usagé apporte la preuve de la véracité de la simulation numérique.

Notre démarche nous a permis de concevoir un nouvel outil de projection destiné au décapage et au traitement de surface à densité homogène d'énergie sur la surface de la cible (Fig 22). Ce travail a fait l'objet du dépôt de deux brevets [Tazibt A. et Ascani J., 2018] [Tazibt A. et Ascani J., 2019].

a) b)

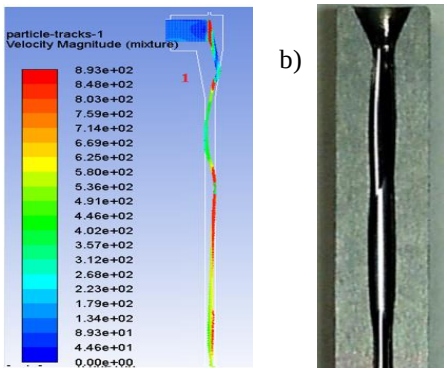


Figure 21. Profil de contacts particules/paroi dans la conduite de projection: a) simulation numérique, b) Photo d'une coupe longitudinale d'une conduit usagé.

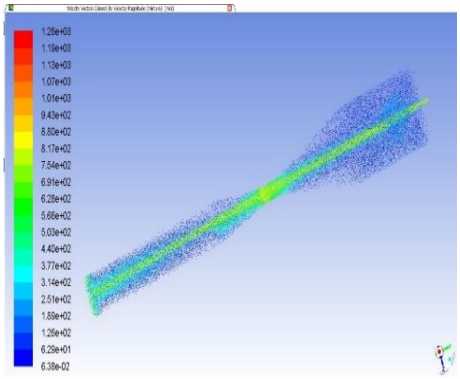


Figure 22. Simulation du champ de vitesse du jet d'azote dans un tube de projection convergent-divergent.

Conclusion

Le jet d'azote pur a pu être décrit par simulation numérique en utilisant les lois d'état des gaz parfaits que nous avons étendues au gaz réel. La structure du jet réel est homothétique à celle du gaz parfait : la détente du fluide réel est plus rapide, la vitesse atteinte lors de la détente est moins grande, la chute de température en sortie est moins forte, la couche de mélange du jet est très déviée par l'impact. Ce phénomène serait à l'origine de la formation à l'impact d'une bulle de recirculation qui conduirait à une surpression localisée dans la zone centrale du jet. D'autre part, les simulations ont montré que l'écoulement pourrait passer par un régime multiphasique local (supposant l'apparition d'azote liquide dans le jet). Ce régime serait localisé dans la zone supersonique à la sortie de la buse. Si ce changement de phase est avéré, alors l'hypothèse d'un écoulement monophasique ne sera plus valable. La prise en compte plus fine des phénomènes physiques mis en jeu dans l'écoulement, et notamment ce possible changement de phase, doit faire l'objet d'une étude numérique plus approfondie.

Le jet d'azote chargé de particules est régi par des phénomènes complexes. Ces phénomènes sont induits par la géométrie particulière de la conduite et l'addition des particules dans la chambre de mélange. Ainsi la dépression, la déviation du jet et l'angle du cône d'entrée du tube de projection constituent les paramètres critiques qui contrôlent les processus de mélange et d'accélération du jet fluide. Les investigations théoriques et expérimentales que nous avons menées permettent de jeter les bases d'une meilleure compréhension de la physique du jet et de son comportement, ce qui conduirait à des choix judicieux des paramètres d'optimisation et d'usage de l'outil jet fluide chargé de particules. L'outil jet d'azote chargé de particules, composé d'un convergent et d'un divergent raccordés par un canal cylindrique, a déjà fait l'objet d'un dépôt de brevet. Ce concept d'outil est actuellement utilisé dans des projets applicatifs et de transfert dans les domaines du décapage et de traitement de surface.

Publications associées

Articles parus dans des revues internationales ou nationales

1. Dubs P., Khalij M., Benelmir R., Tazibt A, *Study on the dynamical characteristics of a supersonic high pressure ratio underexpanded impinging ideal gas jet through numerical simulations*, Mechanics Research Communications, 38(3):267-273, DOI:10.1016/j.mechrescom.2011.02.016, 04/2011.
2. Dubs P., Khalij M., Benelmir R., Tazibt A., Numerical study of heat transfer on a flat plate impinged by a supersonic high pressure ratio under expanded jet**,** Applied Thermal Engineering Journal, August 2010.

Communications dans un congrès international ou national

1. Dubs P., Khalij M., Tazibt A., Benelmir R., *Contribution à la modélisation numérique de la détente d'un jet d'azote sous haute pression et basse température*, Congrès Français de Mécanique, Marseille, France; 09/2009.

Axe II – Etude des interactions jets fluides complexes - matériaux

II.1 Interactions jet d'eau laser de puissance - matériaux métalliques

Problématique, contexte et objectif

L'outil jet d'eau laser que nous avons développé dans l'axe 1.2, complète les procédés de mise en forme des matériaux mais pas seulement. Il peut également transformer à l'échelle atomique, et c'est original, la surface d'un matériau par réaction chimique génératrice de couches d'oxydes protectrices ou de microstructures superficielles inédites. Ce résultat est inattendu, nous l'avons obtenu lors de la découpe d'un acier inoxydable 301L et d'un alliage de titane TA6V. Initialement, nos recherches sont motivées par le besoin de disposer d'un procédé de découpe multi-matériaux performant et à faible impact environnemental. Cela pourrait être possible en supprimant l'usage de l'abrasif et son remplacement par un faisceau laser guidé par le jet d'eau sous pression. Ce concept permettrait de réduire considérablement les déchets relatifs aux boues abrasives polluées d'éléments métalliques lourds ou plastiques, nocifs pour l'environnement : plus de 120000 tonnes de ces boues sont produites par an en Europe et dont 80% se retrouvent dans la nature sans traitement préalable. L'autre apport attendu est la capacité de découper tous les matériaux avec une performance accrue par rapport aux procédés traditionnels. Soit une vitesse plus rapide que le jet d'eau abrasif, une précision de coupe supérieure et une ZAT réduite comparativement au jet d'eau abrasif et au laser, des matériaux épais peuvent être découpés à moyenne puissance laser.

Nos travaux ont été initiés dans le cadre de la thèse de L. Weiss que j'ai codirigée (Pr M. Aillerie, LMOPS). Ils ont été menés dans le cadre du projet de recherche ANR ADEME HYBRID-LJET que j'ai coordonné en collaboration avec le LMOPS (Pr M. Aillerie), LEM3 (Pr A. Tidu), l'IS (Dr A. Chehaibou), CIRTES (Dr C. Pelaingre). Le but est d'étudier les phénomènes induits lors de l'interaction de l'outil jet d'eau laser avec quelques matériaux courants tels que l'acier austénitique 301L et l'alliage de titane TA6V. Sur le plan scientifique, il s'agit d'étudier localement les effets physico-chimiques d'une sollicitation hybride, thermique apportée par le laser, et mécanique apportée par le jet d'eau sous pression, au point d'impact avec le matériau cible.

Méthode

L'outil jet d'eau laser développe une énergie thermique et mécanique qui doit être focalisée au point d'impact (Fig 1). Pour celà, nous avons conçu un dispositif expérimental approprié pour mettre en oeuvre des stratégies de couplages telles que la position polaire θ du jet d'eau par rapport au laser (Fig 2). Le but est d'examiner les effets thermo physiques du couplage et les mécanismes de transformation de la matière impactée. Le banc d'essai est constitué d'une source laser continu 400 W, 1030 nm, un WAIST de 0,20mm, une source jet d'eau continu projeté à travers une buse Ø0,25mm sous haute pression. Le laser est disposé perpendiculairement à la surface du matériau. Le jet d'eau est incliné de 20° (angle autorisé par l'encombrement) par rapport au laser pour former la tâche hybride au point d'impact (Figs 1,2). Les paramètres variables sont la vitesse d'avance de la tâche hybride, la position polaire du jet d'eau (Fig 2b).

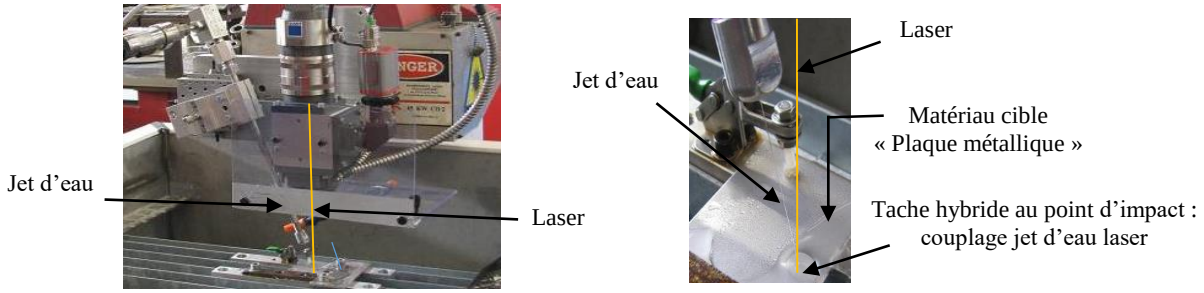


Figure 1 : Photo du banc d'essai du couplage polaire jet d'eau laser

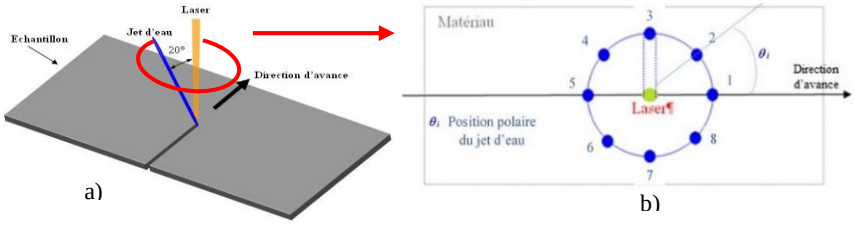


Figure 2 : Schéma de principe du couplage polaire jet d'eau laser au point d'impact

Cette méthode expérimentale a pour objectif d'étudier les apports du jet hybride et tenter de comprendre les effets induits lors de l'interaction d'une sollicitation thermomécanique jet d'eau laser avec le matériau cible. Deux matériaux tests ont été choisis pour leurs effets marqueurs en termes de transformations physico-chimiques : alliage d'acier austénitique 301L (prédominance de C, Cr, Ni), alliage de titane TA6V.

Principaux résultats

- Caractérisation de la zone de coupe : Lors de l'exposition de l'acier 301L ou du titane TA6V à une sollicitation thermomécanique de type jet hybride, ceux-ci subissent des transformation physiques et chimiques. Les paramètres influents sont la position polaire du jet d'eau et la vitesse de déplacement de la tâche hybride. Ainsi, nous obtenons pour les deux matériaux considérés, un bord de coupe avec ou sans formation d'une bavure. Celle-ci peut s'expliquer par l'érosion (apport jet d'eau) de la matière froide (Fig 4a) ou d'un repoussement de la matière chaude causée par le laser (Fig 4b).

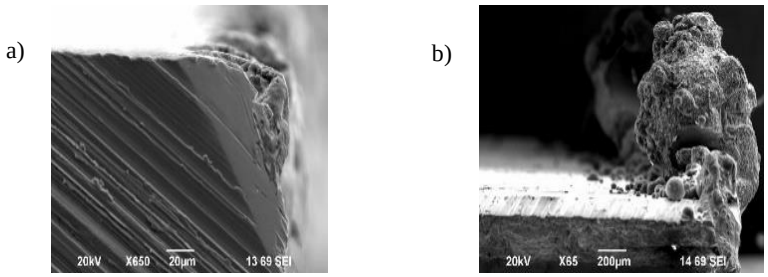


Figure 4 : Photos du bord de coupe : a) sans formation de bavure côté jet d'eau, b) avec repoussement de la matière (bavure) côté opposé au jet d'eau

L'autre phénomène observé est la formation d'une microstructure superficielle et d'une couche d'oxyde au voisinage du bord de coupe (Fig 5a). La structure de l'oxyde évolue avec le temps de réaction (exposition) et peut conduire à la formation de cristaux de magnétite idiomorphe (Fig 5b).

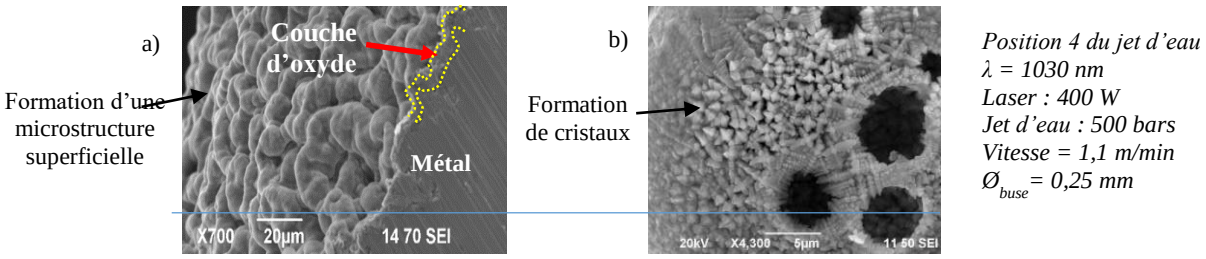


Figure 5 : Micrographie MEB du bord de coupe montrant une couche d'oxyde superficielle de la matière

- Transformations chimique et métallurgique :

Dans le cas de l'acier 301L, la couche d'oxyde qui se forme au voisinage du bord de coupe (Fig 7) évolue en fonction de la vitesse d'avance de la tâche hybride. Elle suit un modèle linéaire

décroissant (Fig 8). Son étendue est maximale pour des petites vitesses d'avance, elle décroit rapidement et peut ne pas se former à des vitesses élevées, soit au-delà de 1 mm/min dans le cas de notre expérimentation. Dans le cas du titane TA6V, la localisation (Fig 9) et l'évolution (Fig 10) de la couche d'oxyde sont similaires à celles obtenue sur l'acier 301L mais avec une décroissance moins rapide et une disparition de l'oxyde à partir de la vitesse d'avance autour de 30 m/min, soit 30 fois celle de l'acier considérée. Ces résultats montrent que le Titane TA6V se coupe plus vite que l'acier 301L avec l'outil jet hybride. Ils mettent également en évidence la cinétique de la réaction chimique de formation de l'oxyde qui dépend du temps d'exposition de l'énergie mécanique (jet d'eau) et de l'énergie thermique (laser).

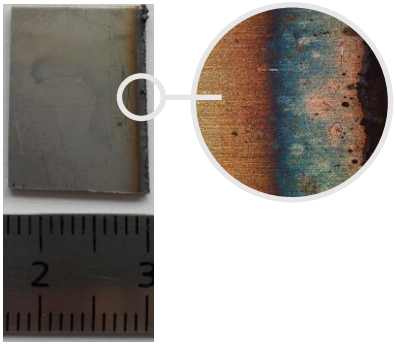


Figure 7 : Photo de la zone oxydée du bord d'un échantillon 301L après découpe hybride

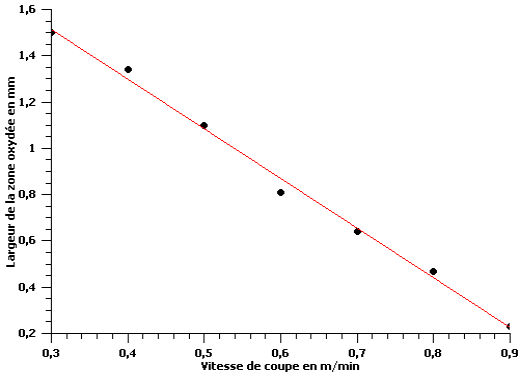


Figure 8 : Evolution de l'étendue de la zone oxydée en fonction de la vitesse d'avance de la tâche hybride

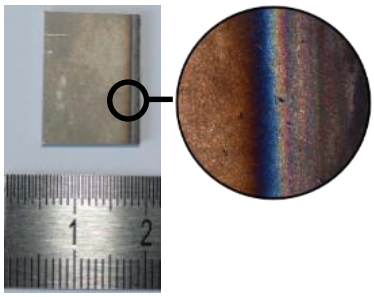


Figure 9 : Photo de la zone oxydée du bord d'un échantillon de TA6V après découpe hybride

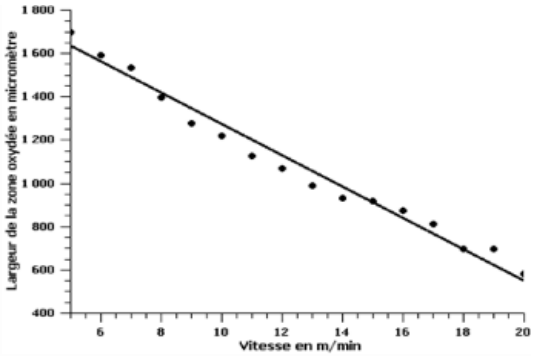


Figure 10 : Evolution de l'étendue de la zone oxydée en fonction de la vitesse d'avance de la tâche hybride

L'analyse DRX (Fig 11) sur l'acier 301L avant et après découpe, montre que la matière étudiée est bien un acier austénitique sur lequel nous avons observé un résidu de martensite. Les diagrammes tracés prenant en compte l'ensemble des grains quelle que soit leur orientation cristallographique, montrent que les pics d'austénite et de martensite ne varient pas, ce qui signifie que le matériau est isotrope et ne présente, a priori, aucune texture cristallographique particulière. Nous notons aussi les pics caractéristiques de la magnétite (Fe_3O_4).

La figure 12 montre l'apparition des trois pics caractéristiques du rutile (TiO_2) correspondant respectivement aux plans diffractants (110), (101) et (211). Les caractérisations Raman doivent nous permettre de valider ces observations faites en DRX. La formation de l'oxyde nous interpelle et nous conduit à approfondir l'analyse chimique en recourant aux méthodes de spectrométrie Raman et de cartographie EBSD. Ainsi et comme le montre la figure 13 pour l'acier 301L, nous avons enregistré les signatures Raman de magnétite Fe_3O_4 (1) et de l'hématite Fe_2O_3 (2) qui se forment par réaction d'oxydation du Fe dans le milieu aqueux H_2O sous la température apportée par le laser et la pression dynamique du jet d'eau en présence à l'impact dans la tâche hybride.

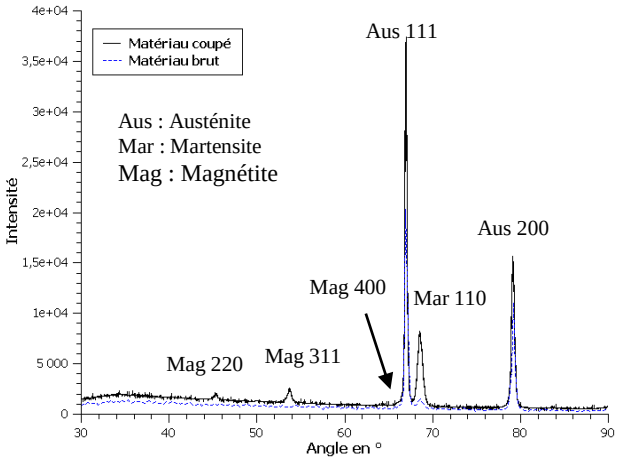


Figure 11: Diffractogramme DRX sur le matériau brut et la zone oxydée du matériau 301L coupé

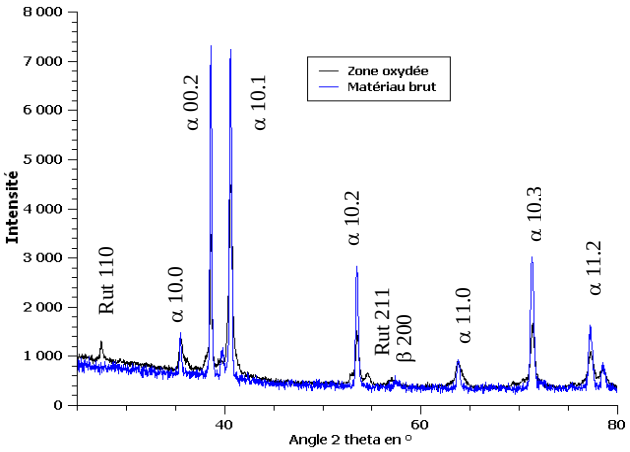
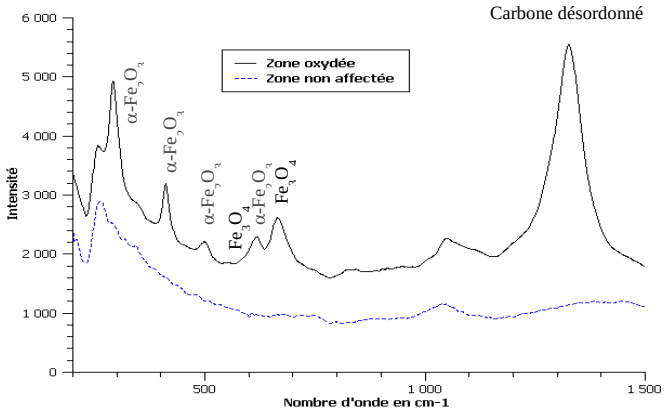


Figure 12 : Diffractogramme DRX de la zone oxydée et du matériau brut



Position 1 du jet d'eau
λ = 1030 nm
Laser : 400 W
Jet d'eau : 500 bars
Vitesse = 0,3 m/min
$Ø_{buse}$ = 0,25 mm
Raman 532 nm

Figure 13 : Spectre Raman de la zone brute et de la zone oxydée de l'acier 301L

Dans la zone voisine du bord de coupe, l'acier réagit avec la vapeur d'eau qui résulte de l'échauffement causé par le laser au point d'impact. Ce résultat confirme les travaux de la littérature qui a décrit la formation de magnétite à la surface de l'acier en présence de vapeur d'eau : le laser chauffe la surface de l'acier, et une part de cette chaleur est transférée à l'eau qui se transforme en vapeur. Cette dernière est très réactive avec l'acier et forme une couche de magnétite par oxydation du fer selon la réaction (1).

$$\text{Formation de la magnétite : } 3Fe + 4H_2O \leftrightarrow \mathbf{Fe_3O_4} + 4H_2 \qquad (1)$$

Mais la magnétite formée peut à nouveau réagir avec l'eau pour produire de l'hématite (Fe_2O_3) par réduction, ce qui limite la formation de la magnétite.

$$\text{Formation de l'hématite : } 2Fe_3O_4 + H_2O \leftrightarrow 3\mathbf{Fe_2O_3} + H_2 \qquad (2)$$

La microphotographie MEB (Fig 14a) et la carte EBSD des phases (Fig 14b) de la surface de la zone de coupe, montrent la présence de martensite qui s'est formée lors du processus de coupe. Cette expérience établit qu'une Zone Affectée Métallurgiquement (ZAM) peut être obtenue par un traitement duplex, où le flux d'eau refroidit instantanément la surface fondue localement par le laser, ce qui limite la largeur de la ZAT (100 µm dans les conditions d'essai). Ainsi, nous pouvons conjecturer que toute la martensite formée ne se transforme pas en austénite, comme l'indique la quantité plus élevée de martensite enregistrée.

a) b)

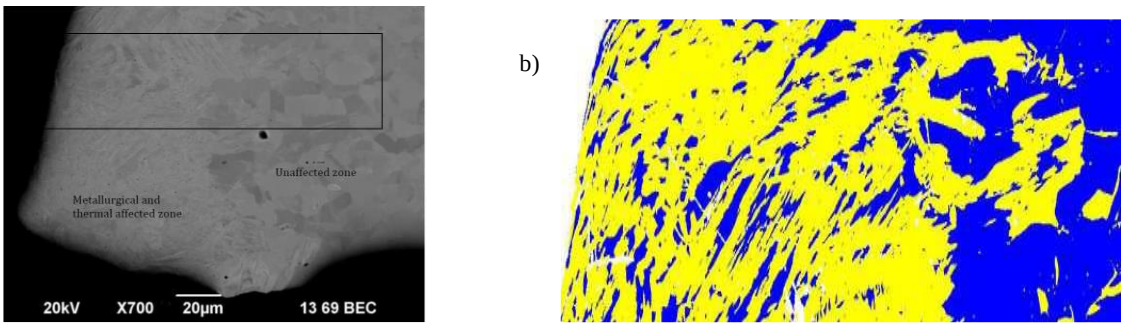


Figure 14 : a) micrographie MEB du borde coupe de l'acier 301L et b) la carte EBSD du bord de coupe montrant les phases de la ZAM, en jaune la martensite et en bleu l'austénite

La figure 15, présente les spectres Raman obtenus sur le TA6V avec les mêmes paramètres de coupe que pour l'acier. La première remarque est la disparition des pics de carbone amorphe après la découpe de l'échantillon (contrairement à la formation de carbone désordonné dans l'acier 301L). Ce carbone représente les divers composés organiques présents à la surface du matériau (matière organique, etc.). Par ailleurs, les spectres obtenus en spectroscopie Raman confirment les résultats de DRX et montrent la présence de rutile (TiO_2) dans la zone oxydée et dans les résidus de coupe. Nous pouvons donc déduire que le procédé de découpe hybride crée une couche d'oxyde de titane (TiO_2).

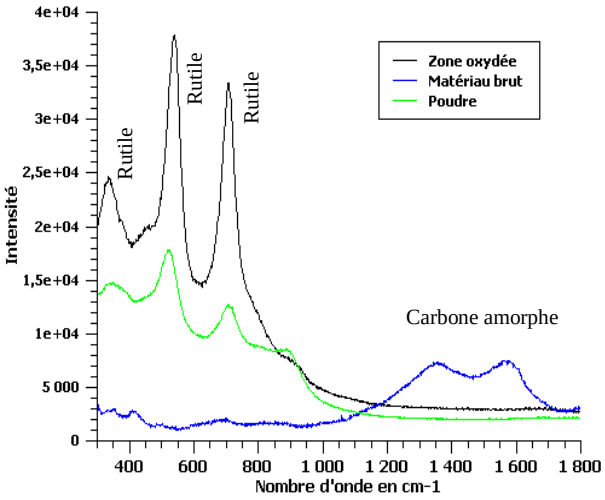


Figure 15 : Spectres Raman du TA6V avant découpe (brut), zone oxydée, résidus de coupe (poudrer)

La coupe est donc due à une réaction d'oxydation (3) du titane [Jaroenworaluck et al. 42] :

$$Ti + 2H_2O_{(g)} \leftrightarrow TiO_2 + 2H_{2(g)} \qquad (3)$$

La réaction d'oxydation du titane en rutile est beaucoup plus rapide dans l'eau que dans l'air, et l'énergie nécessaire à la réaction est plus faible. Les effets combinés de l'eau et du laser sont donc similaires et conduisent à la formation d'oxyde comme dans le cas de l'acier, mais à ceci près, que le rutile, étant chimiquement très stable, ne réagit plus avec l'eau, une fois formé. Bien que l'oxydation du titane dans l'air crée également des oxynitrures, ces derniers n'ont pas été détectés car ils ne peuvent pas se former du fait que l'échantillon est toujours en milieu aqueux lors de la coupe et n'étant pas contact avec l'air ambiant. Nous avons donc vu que la thermodynamique de l'interface multiple jet d'eau/laser/matériau lors de découpe hybride dans les conditions expérimentales de notre étude basée sur des contraintes industrielles réelles est très complexe. Des oxydes et des changements de phases sont alors formés dans l'acier et dans le titane.

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

Enfin, un autre résultat non moins intéressant a été obtenu lors de l'analyse chimique par Raman (Fig 16) et par micrographie MEB (Fig 17) des résidus métalliques de coupe de l'acier 301L montre que ces derniers se composent d'oxydes de fer (magnétite et hématite) mais ont également une structure sphérique de quelques dizaines de microns.

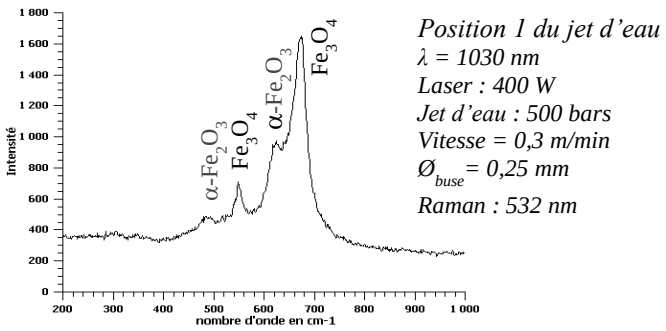


Figure 16 : Raman des résidus de coupe de l'acier 301L

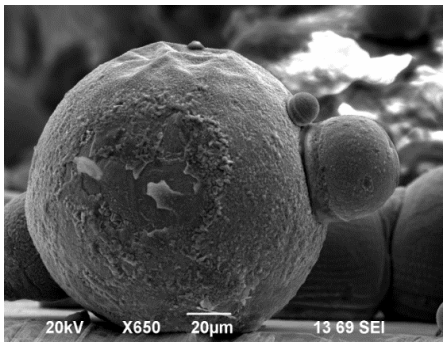


Figure 17: Micrographie MEB d'un résidu de coupe de l'acier 301L

Conclusion

L'outil hybride jet d'eau laser que nous avons développé dans l'Axe 1 a été utilisé ici pour tenter de développer une nouvelle approche du traitement et de mise en forme des matériaux métalliques, en nous appuyant sur une méthode d'expérimentation que nous avons construite et illustrée dans les exemples d'un acier inoxydable 301L et d'un alliage de titane TA6V. Au-delà de la capacité démontrée de cet outil à découper ces matériaux pour de faibles épaisseurs, nous avons mis en évidence quelques phénomènes physicochimiques inédits induits sur la surface du matériau cible notamment la formation de microstructures qui résultent de réactions d'oxydation ou de changement de phase.

Notre approche a conduit à la formation de magnétite et d'hématite, dans le cas de l'acier inoxydable 301L, ce qui pourrait avoir un intérêt relatif à la production d'une couche protectrice contre la corrosion. Aussi, la transformation d'une fraction de l'austénite en martensite en surface augure d'une nouvelle méthode originale de durcissement localisée au regard de l'état de l'art. De même, l'interaction du jet hybride avec le TA6V conduit à la formation de rutile. La réaction chimique résultante produit de l'hydrogène qui diffuse dans le matériau fondu. Cet hydrogène interstitiel conduit à la stabilisation de la phase β après la trempe. Cela signifie que cette méthode rend possible et aisé la formation d'une peau β à la surface de l'alliage titane $\alpha + \beta$ de manière à améliorer les propriétés de surface, telles que l'adsorption et l'absorption. Cela ouvre la voie au choix des propriétés de surface et leur maitrise en fonction de l'ambiance en service des pièces.
D'autre part, en faisant varier les paramètres du jet hybride notamment ceux agissant sur l'effort mécanique, le stress thermique et le temps de réaction, il est possible de moduler l'effet thermomécanique et l'activation thermique pour former de nouvelles microstructures et de nouvelles phases métallurgiques dans des matériaux difficiles. Enfin, ces travaux constituent une avancée dans le domaine de la connaissance des matériaux et leurs transformations. Et les méthodes de recherche ainsi élaborées pourront conduire au développement de solutions technologiques transférables, à terme.

Publications associées

Articles parus dans des revues internationales ou nationales

1. Weiss L., Aillerie M., Tazibt A., Tidu A., *Surface oxidation and phase transformation of the stainless steel by hybrid laser-waterjet impact*, Material Research Express 1(3) 036501, IOP Science, Published 2 September 2014
2. Weiss L., Tazibt A., Aillerie M., Tidu A., *Surface and microstructure modifications of Ti-6Al-4V titanium alloy cutting by a water jet/high power laser converging coupling*, Material Research Express (5)1, 2018 IOP Publishing Ltd, Published 26 January 2018

II.2 Interactions jet d'azote supercritique - matériaux métalliques et polymères

Problématique, contexte et objectif

Les industriels cherchent constamment à améliorer la durabilité des pièces mécaniques ou à alléger les structures pour répondre aux enjeux relatifs à la compétitivité, l'économie d'énergie et la réduction des déchets. Les enjeux scientifiques sont donc pluriels : il s'agit notamment de conférer aux matériaux des propriétés nouvelles comme par exemple la résistance mécanique, anti-usure, anticorrosion. Ainsi, la méthode de traitement superficiel que nous étudions, ici, présente un intérêt en termes de potentialités apportées relatives aux modifications superficielles (i) microstructurales, (ii) physiques et mécaniques. Cette méthode est thermomécanique, elle agit en voie sèche par projection d'un jet d'azote cryogénique supercritique sous haute pression, développée précédemment. Selon les conditions de traitement, différentes opérations peuvent être réalisées notamment (i) le durcissement, (ii) l'ablation, (iii) le décapage.

Le durcissement est une branche de la mécanique des matériaux qui a fait l'objet de nombreuses études scientifiques et développements. Il peut être obtenu à l'aide des méthodes conventionnelles suivantes :

- **Thermiques** (induction, trempe ou par laser ou faisceau d'électrons) : agissent par transformation martensitique. Le Laser CO_2 peut durcir en profondeur un acier inoxydable 316L mais de façon modérée (de 270 à 315 HV). Utilisée principalement dans l'automobile (Pignons, couronnes, arbres), l'outillage de forge, les pièces de frottement, la méthode présente les inconvénients relatifs au risque d'une fusion superficielle en raison des puissances mises en jeu, difficiles à maitriser.

- **Thermochimique** (cémentation, carbonitruration ou par nitruration). La nitruration est la plus répandue du fait de sa capacité à obtenir des duretés très élevées (jusqu'à 1200 HV) mais la méthode souffre de limites rédhibitoires : très faible épaisseur durcie (30µm), durée élevée du traitement (de 7 à 12h), résistance à la corrosion altérée, traitement localisé difficile à réaliser.

- **Mécanique** (shot peening, grenaillage sonotrode ou SMAT « Surface Mechanical Attrition Treatment »). Le durcissement est obtenu par écrouissage ou par déformation plastique qui résulte de l'affinement des grains. La dureté enregistrée peut atteindre 600 HV lorsque le SMAT est utilisé sous des températures cryogéniques. Néanmoins, la méthode induit des modifications structurelles comme par exemple une rugosité importante (environ 3,5 µm), un endommagement ou une contamination de la surface. L'autre inconvénient est la difficulté de réaliser un traitement localisé.

L'autre mode d'action à fort potentiel applicatif est le décapage, obtenu par différentes méthodes conventionnelles : chimiques (acides, solvants), thermiques (laser, plasma, flamme), mécaniques (usinage, rasage) et fluidiques (jet d'eau, CO_2, sablage). Ces méthodes sont amplement documentées et leurs limites bien connues en particulier en termes de sécurité et de performance

mais aussi en termes d'impact environnemental relatif à la production de volumes importants de déchets toxiques.

Nos travaux ont pour objectif d'étudier les interactions matériaux - jet d'azote supercritique sous haute pression et basse température, pouvant conduire à la fois à des modifications microstructurales, physiques et mécaniques mais aussi au décapage. Il s'agit d'identifier les domaines de recherche associés et d'élaborer les encadrements scientifiques qui permettront de comprendre les mécanismes d'action d'une sollicitation thermomécanique extrême couplant un effort mécanique et un stress thermique basse température. Mais le caractère innovant de la méthode présente des verrous scientifiques relatifs à la compréhension des mécanismes de modification et à la maitrise du procédé.

Nos recherches ont été menées dans le cadre du projet collaboratif ANR JAZOLTHOP qui traite du développement d'un procédé de jet d'azote liquide sous très haute pression. Les investigations théoriques et expérimentales ont été menées dans le cadre de la thèse de H. Laribou que j'ai co-encadrée (Pr C. Fressengeas, LPMM). Nos travaux se sont poursuivis dans le cadre de la thèse de M. Yahiaoui et du stage de master recherche de Y. Hajji que j'ai co-encadrés (Pr T. Grosdidier, LEM3).

Méthode

Dans un premier, nous avons abordé le cas du traitement superficiel de quelques substrats métalliques marqueurs du point de vue des modifications microstructurales, physiques et mécaniques localisées. Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à l'apport de la méthode pour le décapage en considérant un revêtement marqueur base polymère déposés préalablement sur des substrats métalliques. Notre démarche consiste à rechercher, de façon progressive, les conditions d'obtention de chaque type de modification, de comprendre les mécanismes et de mettre en évidence les paramètres influents et les invariants.

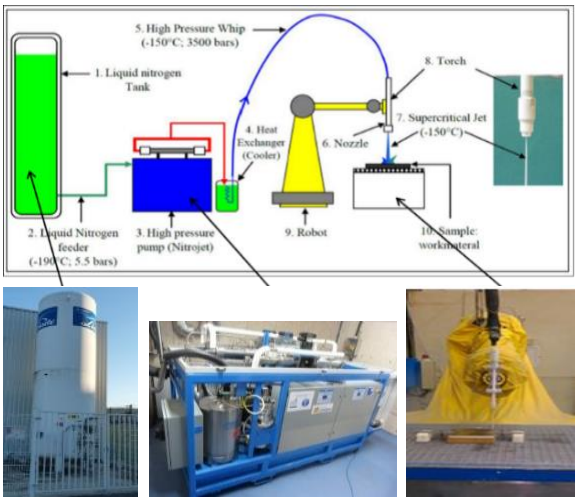


Figure 1 : Schéma de principe du banc d'essai de traitement par jet d'azote

Le banc d'essai (Fig 1), est constitué d'une source nitrogénique fournissant un jet d'azote cryogénique supercritique sous des conditions contrôlées de tir telles que la pression statique de l'azote, la distance de tir, le temps d'exposition du matériau cible, le diamètre de buse. Etant donné la complexité des phénomènes induits, nous avons bâti notre approche progressivement en orientant la stratégie en fonction de notre compréhension des mécanismes issue des résultats obtenus.

- Modifications microstructurales :

Notre choix des matériaux d'étude a été motivé par les éléments chimiques, en particulier le Cr ou Ni, susceptibles de constituer les marqueurs des transformations microstructurales : acier doux ferritique à bas carbone E24, aciers austénitiques, aluminium. Les traitements ont consisté à obtenir un spectre de modifications microstructurale avec ou sans ablation, afin d'encadrer et d'établir les conditions d'usage de la méthode de traitement. Tous les échantillons ont subi une préparation, par polissage poli miroir. Les caractérisations en laboratoire des échantillons traités englobent la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) associée à l'EBSD pour établir des

cartographies des phases métallurgiques en présence. Ces caractérisations sont complétées par des essais de traction et des mesures de micro-dureté afin d'appréhender quantitativement les apports de la sollicitation thermomécanique en termes de résistance mécanique et de tenue à l'usure. Pour tenter d'expliquer les phénomènes observés, nous avons mesuré l'effort appliqué par le jet sur le matériau ainsi que la température du matériau cible.

- Décapage :

Nous avons considéré des systèmes de matériaux revêtement/substrat marqueurs de la diffusion thermique. Le but est d'encadrer scientifiquement l'apport qualitatif et quantitatif du stress thermique qui caractérise la méthode de jet d'azote ainsi que les mécanismes caractéristiques du processus de décapage. Pour ce faire, nous avons préparé des échantillons d'essais constitués d'un revêtement polyamide que nous avons déposé par le procédé flamme sur différents substrats métalliques, à savoir le Cu, Al, Acier à bas carbone E24, Acier inoxydable AISI 316L.

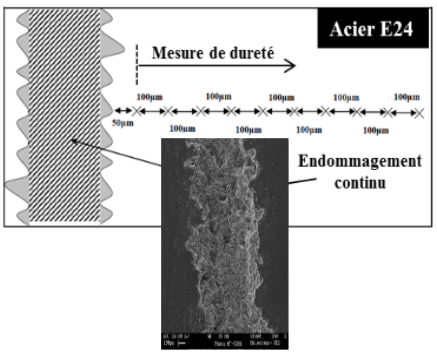
Principaux résultats

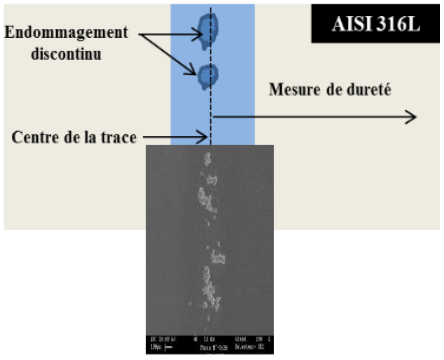
Les stratégies expérimentales de traitement des matériaux considérés et les méthodes de caractérisations nous ont permis d'identifier et de mesurer qualitativement et quantitativement les mécanismes complexes qui sont à l'origine des modifications de la microstructure superficielle et du décapage.

- Modifications microstructurales de surface (ablation, durcissement) :

Nous avons observé des comportements différenciés en fonction de la composition chimique du matériau cible. Ainsi, selon la figure 2, la résistance mécanique à l'enlèvement de matière de l'acier E24, par l'action thermomécanique extrême du jet d'azote, est inférieure à celle de l'acier inoxydable AISI 316L. Ce résultat est illustré par les traces, continue et discontinue générées par le jet sur les surfaces de ces aciers, respectivement.

a)





c)

c)

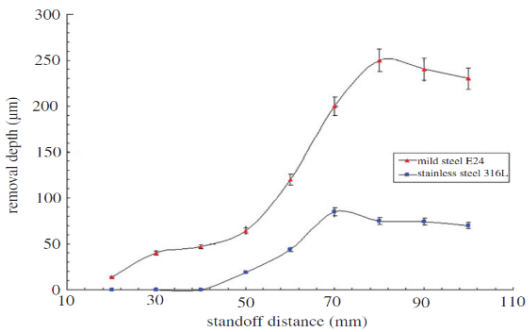


Figure 2 : Trace de l'ablation d'un acier E24 (a) et AISI 316L (b),
Masse enlevée en fonction de la distance de tir (c).

La figure 3 confirme l'aptitude de l'acier inoxydable 316L à durcir davantage (+21 HV) sous l'action thermomécanique du jet par rapport à l'acier E24 (+18 HV), ce qui peut expliquer la résistance mécanique enregistrée de l'acier 316L à l'ablation comparativement à l'acier E24.

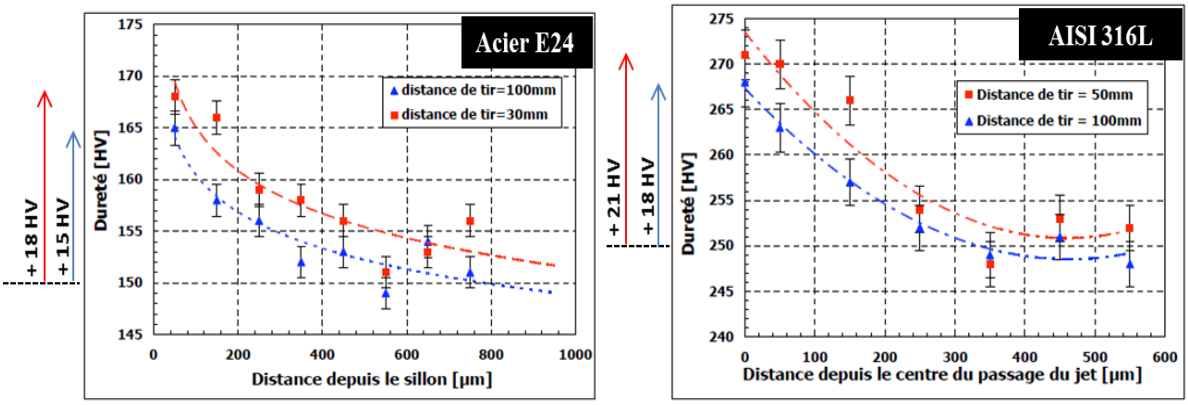


Figure 3 : Evolution de la dureté superficielle transverse à la trace a) d'un acier E24, b) acier AISI 316L, traités par jet d'azote, pression 3000 bars, vitesse d'avance 20 mm/min, Øbuse 0,2 mm.

Plus généralement, notre approche expérimentale suggère que les modifications microstructurales peuvent conduire à un durcissement qui serait dû à plusieurs facteurs ou leur combinaison : écrouissage, compression. Ces différentes causes possibles montrent la complexité et l'étendue de la recherche en ce domaine. Pour exemple, les caractérisations révèlent la cause du durcissement de l'acier ferritique E24 qui serait imputé à un écrouissage alors que les aciers austénitiques (AISI 316L, 304L) durciraient par le biais d'autres mécanismes que nous avons révélés dans le cadre des travaux de thèse de M. Yahiaoui, classée confidentielle car faisant l'objet de brevet en cours de dépôt.

L'autre résultat majeur qui constitue une avancée par rapport à l'état de l'art, réside dans le fait que le traitement étudié, lorsqu'il utilise la projection d'un jet d'azote embarquant des particules, peut induire une modification superficielle dont le faciès est inédit. Celui-ci se caractérise par une topographie particulière (Fig 4) formée de cratères (jusqu'à 300µm) et profonds (jusqu'à 200µm) résultant d'une déformation plastique qui se combine avec une ablation. L'intérêt de ces nouvelles surfaces a été démontré notamment en termes de performance de l'adhérence d'un revêtement Cold spray (Fig 5) améliorée par un facteur de 2 à 3 par rapport aux méthodes conventionnelles de préparation de surface (grenaillage). Cette orientation nous a conduit à développer une méthode d'étude qui touche aux *surfaces et interfaces* en particulier à la physicochimie des matériaux couplés revêtement / substrat. Notre démarche est détaillée dans nos travaux publiés dans [1].

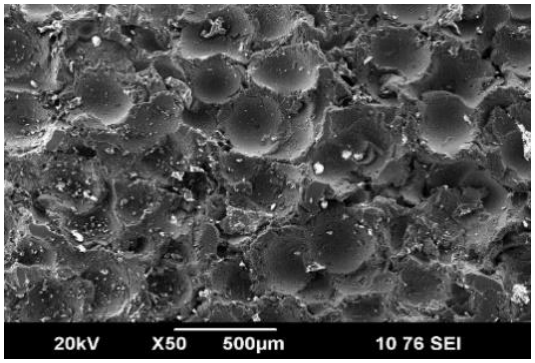


Figure 4 : Faciès d'une surface Alu traitée par l'outil jet d'azote chargé de billes de verre

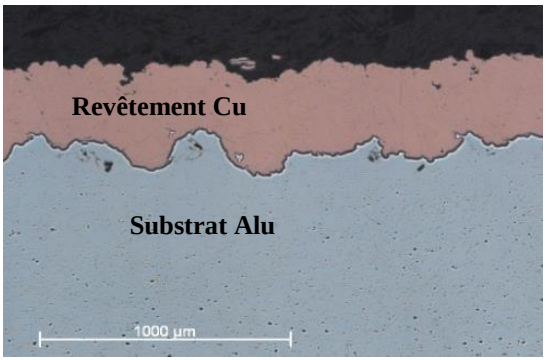


Figure 5 : Topographie de la surface du substrat Alu après un traitement au jet d'azote chargé de billes de verre avant revêtement Cu par Cold Spray

- Décapage :

Les résultats de l'étude expérimentale de décapage d'un substrat métallique revêtu d'un polymère, révèlent des mécanismes caractéristiques conduisant à une morphologie particulière de la trace décapée (Fig 6). La visualisation, par caméra rapide, à intervalles réguliers de 40µs, de la cinétique du décapage (Fig 7), peut contribuer à l'explication de ce mécanisme de rupture avec deux phases : une première phase de formation du copeau, suivie d'une phase de décollement de celui-ci.

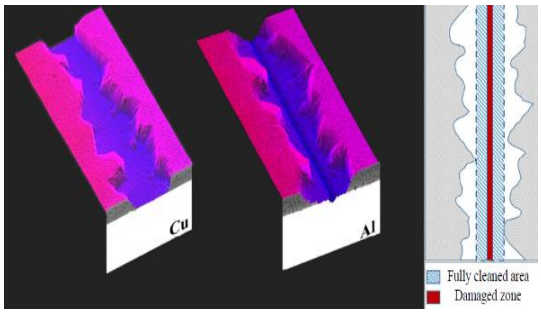


Figure 6 : Profilométrie laser de la trace polyamide sur substrats métalliques Cu et Alu

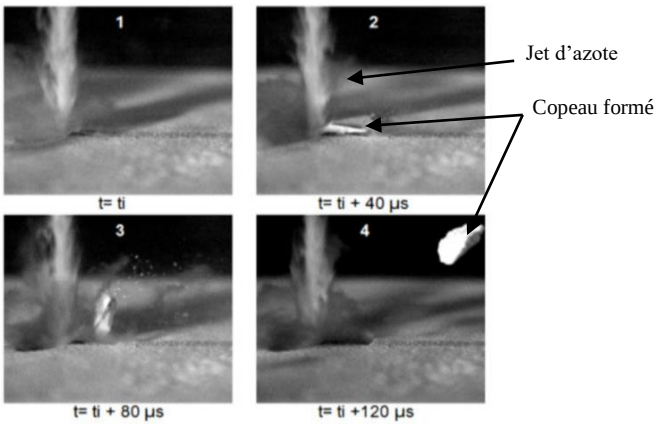


Figure 7 : Cinétique du décapage d'un polyamide, capturée par caméra rapide à 40µs

Le gradient thermique entre un substrat métallique et un revêtement polymère est donc un paramètre critique dans un processus de décapage. Ce résultat majeur et original nous a conduit à analyser plus finement l'apport de la diffusivité thermique du substrat. Ainsi, nous montrons que pour des conditions de tir fixées, un substrat cuivre de diffusivité thermique élevée (α = 117 x 10-6 m²/s), conduit à la formation de copeaux plus grands que ceux formés sur un substrat Aluminium, moins conducteur de chaleur (α = 98,8 x 10-6 m²/s). Cette tendance se confirme pour les substrat acier bas carbone E24 (α = 14,7 x 10-6 m²/s) par rapport à l'acier inox 316L (α = 12 x 10-6 m²/s). Il existe donc une corrélation entre la taille du copeau formé et la diffusivité thermique, α, du substrat métallique (Fig 8). Ces résultats sont explicités dans la publication de Y. Hajji [2].

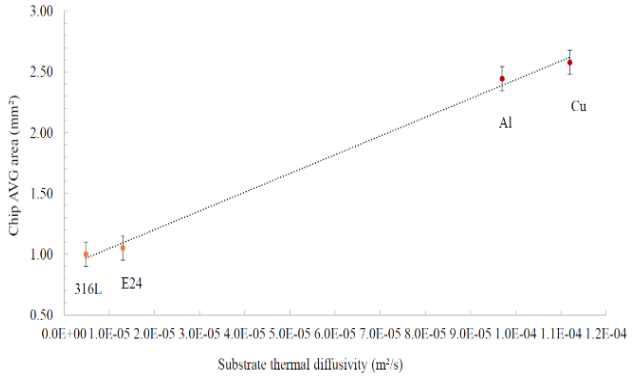


Figure 8 : Corrélation entre la surface moyenne du copeau et la diffusivité thermique du substrat

Caractérisation expérimentale des sollicitations mécaniques et thermiques :

Notre démarche expérimentale a permis de mettre en évidence des phénomènes révélateurs de comportements mécaniques caractéristiques qu'il conviendra de formaliser et de modéliser. Le but est de construire une approche théorique capable de décrire ces phénomènes par des modèles de prévision dont les éléments préliminaires sont proposés dans nos travaux [2, 3]. C'est dans cette optique que nous avons identifié l'effort mécanique et la température comme étant les paramètres

fondamentaux qui régissent les mécanismes thermomécaniques d'interaction. Ainsi dans cette phase, nous avons conçu des bancs d'essais qui ont permis de mesurer ces deux grandeurs au point. La figure 9 montre un enregistrement, réalisé à l'aide d'un dynamomètre, de la force appliquée par le jet au point d'impact avec la surface du matériau à traiter. Cette force est faible (entre 1 et 3 kg.f) comparée aux systèmes mécaniques conventionnels. La pression dynamique qui en découle varie avec le diamètre du jet au point d'impact selon une loi hyperbolique de type $1/x^2$ (Fig 10). Ce résultat met l'accent sur l'influence cruciale du diamètre du jet à l'impact, où une variation de 0,1mm peut induire une variation de 200 bars de la pression dynamique au même point.

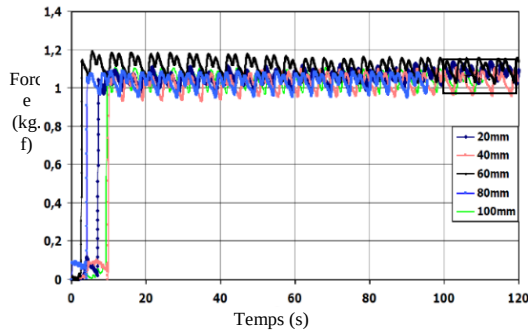


Figure 9 : Force d'impact mesurée au point d'impact, P = 2100 bars, Øbuse = 0,2mm

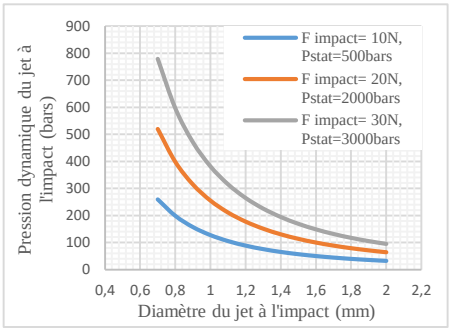
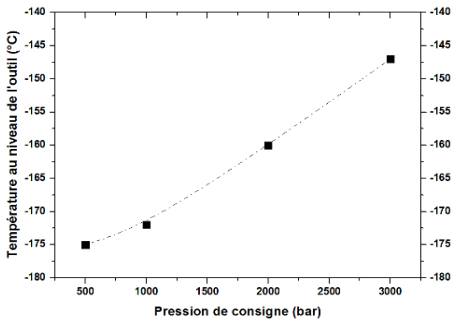


Figure 10 : Pression dyn. du jet sur une paroi en fonction du diamètre d'impact, Øbuse = 0,45mm

De même, nous avons enregistré un réchauffement du fluide N_2 avec la pression dans la conduite (Fig 11a). Ce résultat est prolongé par le refroidissement rapide du substrat mesuré au point d'impact (Fig 11b) quelle que soit la pression statique du jet N_2. Il est à intéressant de remarquer l'apport important de la pression statique du fluide sur le refroidissement du substrat. En ce sens, le refroidissement du substrat est plus marqué pour des pressions plus basses. A ce stade, nous pouvons énoncer les conditions de traitement, en termes de couple thermomécanique (P, T) qui favoriseraient les modifications microstructurales, à savoir la réduction du diamètre d'impact du jet et la baisse de la pression statique du jet.

a)



b)

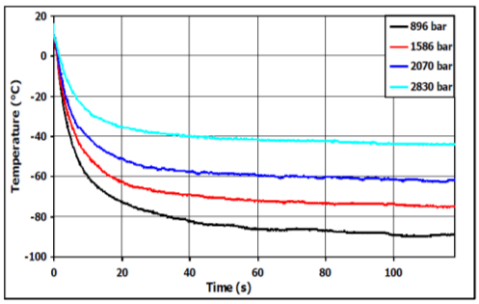


Figure 11 : a) Température du fluide N_2 en fonction de la pression statique dans l'outil, b) Température à 0,5mm en sous-surface du substrat en fonction du temps d'exposition pour différentes pressions statiques du jet N_2

Conclusion

La connaissance de la physique du jet associée aux apports de la pression statique et de la température corrélés aux paramètres process, est cruciale pour la construction de stratégies de traitement permettant d'obtenir les modifications microstructurales données. Il devient ainsi possible d'orienter ces stratégies de telle sorte que les mécanismes en jeu induisent une ablation, un durcissement ou un décapage. Si la synthèse de ces réponses comportementales multiformes peut désormais constituer une avancée dans le domaine de la mécanique des matériaux, le contrôle des mécanismes de modification demeure encore au stade exploratoire. Par contre, les résultats obtenus tant qualitatifs que quantitatifs devront constituer des données précieuses pour les études futures notamment pour la modélisation.

Publications associées

Articles dans des journaux internationaux ou nationaux

1. Tazibt A., Ezo'o G., Khalsi Y., Yahiaoui M., *Dry Surface Preparation Using Supercritical Cryogenic Nitrogen Jet Improves the Adhesion Strength of Cold Gas Sprayed Coatings (SCNCS)*, Materials Science Forum 941:1668-1673, December 2018
2. Hajji] Y., Entemeyer D., Serri J., Tazibt A., Yahiaoui M., Grosdidier T., *High Pressure Cryogenic Nitrogen Jet for Clean Coating Removal: Experimental Study of Polyamide Ablation*, Materials Science Forum, Trans Tech Publications, Switzerland ISSN: 1662-9752, Vol. 941, pp 1651-1655, 2018
3. Laribou H., Fressengeas C., Entemeyer D., Jeanclaude V., Tazibt A., *Surface Damage and Treatment by Impact of a Low Temperature Nitrogen Jet*, AIP Journal, 2010

Communications dans des congrès internationaux ou nationaux

1. Tazibt A., Ezo'o G., Khalsi Y., Yahiaoui M., *La préparation de surface par jet d'azote cryogénique supercritique améliore l'adhérence de revêtements projetés à froid par Cold Spray*, THERMEC'2018, Paris, 2018
3. Laribou, H., Fressengeas, C., Entemeyer, D., Tazibt, A, Jeanclaude, V., Pesci, R., *Effects of the impact of a low temperature nitrogen jet on metallic surfaces*, Proc. Of the Royal Society, 468, 3601-3619, 2012

II.3 Interactions jet d'azote supercritique - matériaux ligneux poreux

Problématique, contexte et objectif

Les travaux de recherche menés sur le thème des modifications des propriétés mécaniques, physiques thermo-hydriques et chimiques du matériau bois lors de l'interaction avec un jet d'azote, étaient initiés suite à la vérification de la faisabilité technologique du process que nous avons développé dans le premier axe de ce mémoire. Cette méthode originale de traitement permettrait d'élaborer des surfaces composites pouvant conduire à l'amélioration de la durabilité du bois et de le fonctionnaliser. L'enjeu est considérable si l'on sait que l'application principale est le bâtiment qui est responsable de 42.5% de la consommation d'énergie, en France.

Sur le plan scientifique, ce matériau, outre son hétérogénéité très forte, présente du point de vue morphologique et à différentes échelles d'observation, des variabilités étendues sur plusieurs aspects mécaniques et physiques : hygroscopie, porosité. La conséquence en est que la structure du bois peut être le siège de trois régimes de transfert de masse : par capillarité, par diffusion vapeur et par diffusion hygroscopique. La connaissance de ces régimes peut permettre d'améliorer les techniques de séchage ou d'humidification et de maîtriser les effets secondaires tels les retraits différentiels et l'apparition des contraintes résiduelles. La modification de la forme peut être réversible (élastique) pour le bois. C'est cette propriété qui est souvent exigée pour les matériaux réhydratables. En fait, les effets de l'humidité sur le comportement du bois ont été décrits abondamment dans la littérature scientifique. Une modélisation des transferts est alors imposée, ce qui permettra de comprendre les effets de l'état mécanique d'infiltration d'un fluide dans le bois sur les lois de transfert. Dans ce cas, la modélisation des transferts du séchage et de l'humidification sera d'importance majeure dans le but de prévoir des applications notamment dans les domaines du transport et du bâtiment, où l'enjeu est l'économie d'énergie et la durabilité des structures.

Dans ce contexte, notre recherche se propose d'élaborer des surfaces aux propriétés maitrisées, et de comprendre les incidences de ceux-ci sur le comportement du matériau bois. Notre approche offre à la fois la possibilité d'ancrer mécaniquement des particules en surface, mais également de modifier plus en profondeur la morphologie des interfaces. Elle se démarque nettement des méthodes conventionnelles (plasma, corona, enduction,) par son fort pouvoir intrusif. En effet, il est possible d'implanter des charges fonctionnalisantes pouvant apporter des propriétés physiques (thermiques, massiques, électriques) ou chimiques protectrices (antibactérienne, anti moisissure)

en surface qui sont en contradiction avec le substrat. Les champs des possibles peuvent être étendus aux modifications de surface qui pourraient contribuer à minimiser des « désordres » tels que les remontées de tanins, les coulures de résine, ou ouvrir la voie à des solutions innovantes en matière de design ou de fonctionnalisation en ameublement (propriétés « easy to clean », antistatique, conductivité électrique, résistance au feu, bande rugueuse anti dérapant, etc.).

Nos travaux de recherche ont été menés dans le cadre de la thèse de A. Zerriaa [TH6] que j'ai co-encadrée sous la direction du Pr M. El-Ganaoui de l'université de Lorraine (LERMAB) en cotutelle avec l'université de Gabès (Pr S. Gabsi). Le caractère multi-échelle du matériau nécessitant le concours de plusieurs disciplines. Ces champs de connaissance ont nécessité la constitution d'un consortium expert en mécanique et physique du matériau bois mais aussi en procédés fluidiques inédits. L'aspect chimique est évidemment omniprésent pour le matériau bois de par sa composition et son comportement.

Méthode

Le sujet abordé étant vierge de toutes références, nous avons construit notre démarche progressivement en nous appuyant sur notre expertise scientifique et technologique multidisciplinaire. Dans un premier, nous avons vérifié la faisabilité technologique du procédé d'enrichissement surfacique d'échantillons tests cubiques de 25 mm de côté prélevés dans des essences de bois susceptibles de présenter un intérêt applicatif (sapin, hêtre, frêne, peuplier). Les particules ont été choisies pour leur variabilité étendue en termes de géométrie (arrondie, angulaire), de densité, de dureté et de composition chimique (Cuivre, Grenat almandin : $Fe_3Al_2(SiO_4)_3$, Fer). Nous avons conçu un banc d'essai spécifique (Fig 1) utilisé pour identifier les paramètres influents du process (Pression de l'azote, quantité de particules, vitesse d'avance), eux-mêmes corrélés ensuite avec la surface obtenue (gain de masse, profondeur d'ancrage).

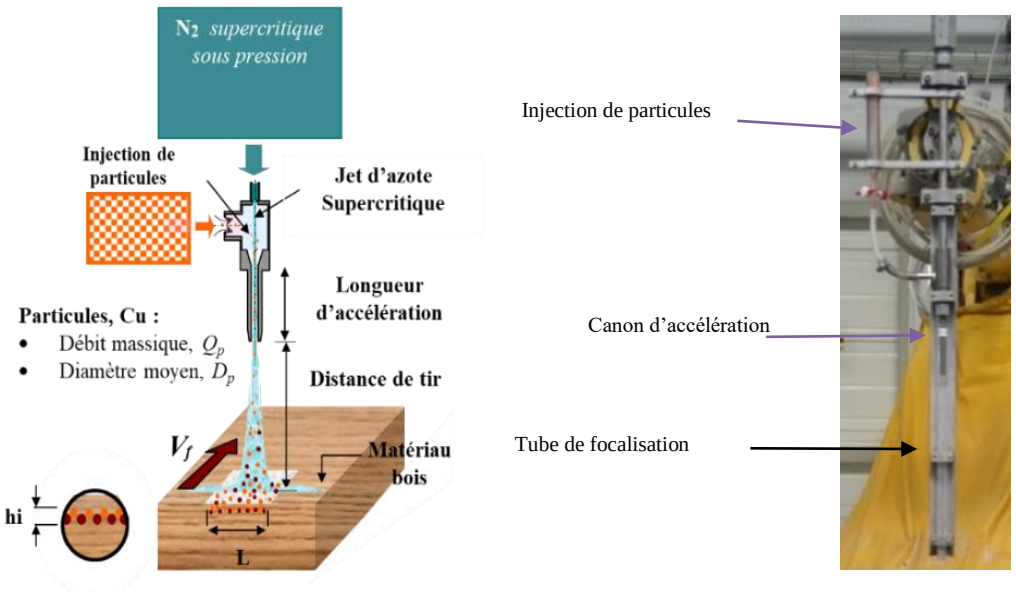


Figure 1 : Schéma de principe du banc d'essai d'enrichissement du bois et photo de l'outil de projection

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à la compréhension des apports des transferts de masse par ancrage mécanique assisté jet d'azote notamment aux nouvelles propriétés mécaniques, physiques et chimiques obtenues. Les traitements ont été réalisés sur les six faces de chaque échantillon, ce afin d'éliminer toute attaque fongique pouvant provenir d'une surface non traitée. Les nouvelles propriétés ont été mesurées en utilisant les méthodes de caractérisation courantes dans le domaine du bois, à savoir le lessivage, la minéralisation, mouillabilité, perte de masse et durabilité, l'imagerie (optique, MEB, tomographie 3D), dureté Brinell.

La durabilité a été étudiée du point de vue de la résistance contre les attaques fongiques selon la norme EN 113 (1997) qui utilise des boîtes de pétri contenant une culture de champignons d'attaque, dans lesquelles nous avons placé des échantillons traités par les particules de Cuivre et de Grenat (Fig 2). Des prises de masses anhydres ont été faites avant et après les essais de durabilité pour pouvoir calculer les pourcentages de pertes de masse causées par les champignons.

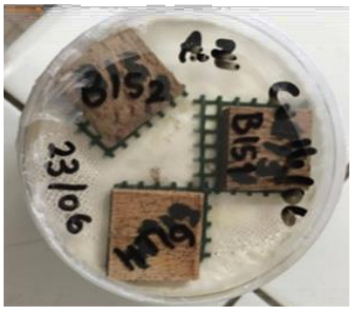
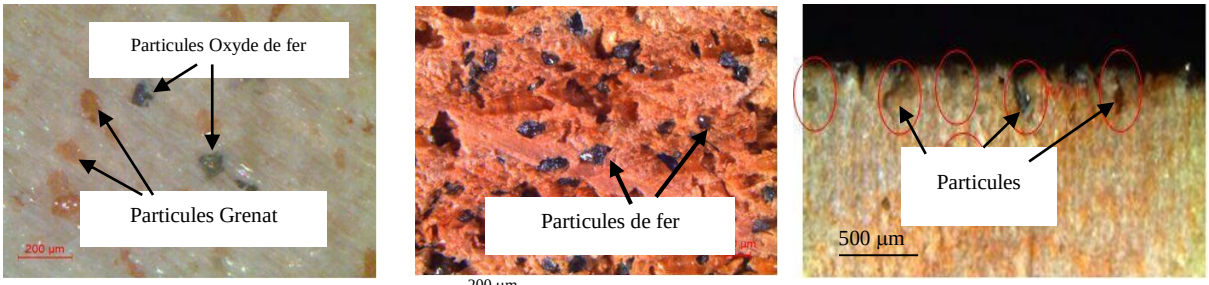


Figure 2 : Boite de pétri contenant les champignons « Coriolus Versicolor » et les échantillons traités

Principaux résultats

- Interactions physique et mécanique :

Les tests de faisabilité technologique que nous avons menés ont montré qu'il est possible d'ancrer mécaniquement des particules dans différentes essences de bois, en utilisant la méthode de jet d'azote (Fig 3). Dans les conditions d'expérimentation, nous avons pu produire différentes morphologies de surface composites enrichies sur des profondeurs comprises entre 200 et 600µm formant un plan parallèle à la surface (Fig 4a). Ainsi l'apport en masse est fonction du matériau bois considéré et des caractéristiques mécaniques et physiques des particules utilisées (Fig 4b).

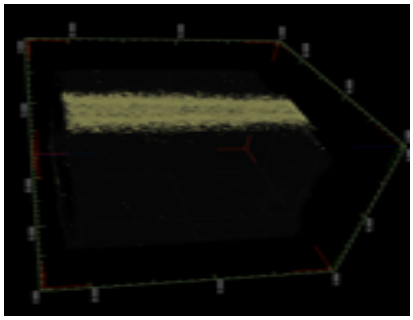


(a) (b) (c)

Figure 3 : Photos des surfaces de bois enrichies de particules : Grenat dans Spain (a), Fer dans Frêne, (c) profondeur d'ancrage des particules

Ainsi pour exemple, le Sapin présente une meilleure aptitude à l'enrichissement avec un gain de masse de 7,4% en utilisant des particules minérales (Grenat 220 mesh) de taille intermédiaire (60-70µm environ). Le Hêtre est plus résistant à l'enrichissement des essences étudiées. D'autre part, en dépit du faible taux d'ancrage des particules de cuivre comparé au Grenat, ce résultat présente néanmoins un intérêt scientifique et applicatif du point de vue de la réactivité chimique du bois vis-à-vis des attaques fongiques mais aussi du point de vue de la conduction électrique et thermique du bois.

(a)



(b)

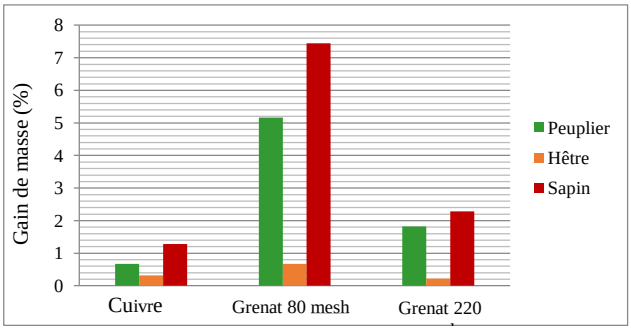


Figure 4 : Aptitude du bois à l'enrichissement surfacique : (a) tomographie 3D du plan d'enrichissement d'un échantillon de bois, (b) gain de masse par ancrage surfacique de particules

- Physique de la surface enrichie :

La mouillabilité consiste à déposer une goutte d'eau sur la surface du bois et à mesurer par la suite l'angle (Tetha) entre la goutte d'eau et la surface du matériau en fonction du temps. Les mesures de mouillabilité ont été effectuées sur les surfaces d'éprouvettes découpées radialement ou Tangentiellement dans les échantillons enrichis. L'étude comparative des traitements d'enrichissement au Grenat pour le Sapin (S), le Hêtre (H) et le Peuplier (P), montre que la mouillabilité ne varie pas dans le cas du Sapin dans la direction Radiale (SR) (Fig 5).
Sur le plan de la mécanique du bois enrichi, la dureté mesurée évolue en fonction de l'essence considérée (Fig 6). Ainsi contrairement au Peuplier, la dureté augmente pour les surfaces tangentielles et radiales (cas du Sapin). Enfin, pour le Hêtre, le plus dur des essences étudiées, la dureté augmente pour la surface tangentielle et diminue pour la surface radiale.

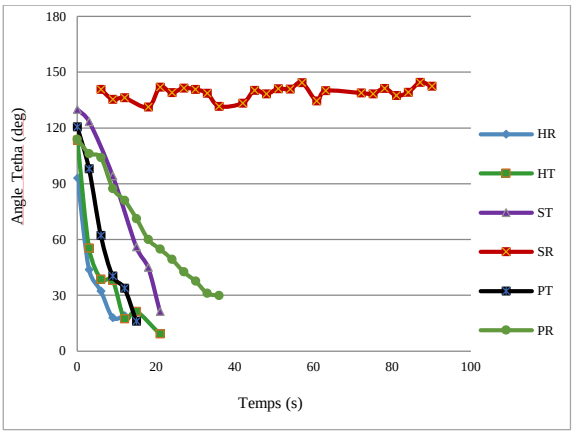


Figure 5 : Mouillabilité (Grenat 220 Mesh)

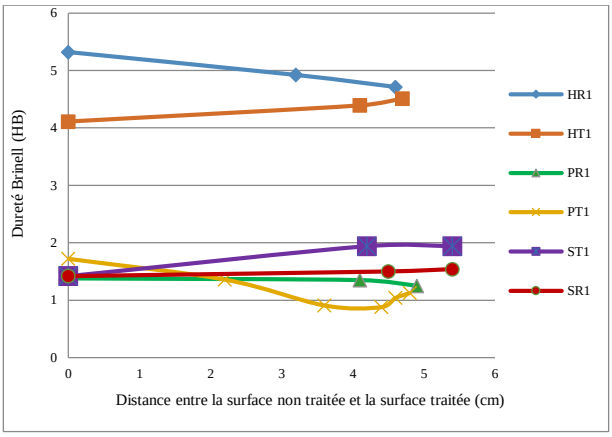


Figure 6 : Dureté Brinell (Grenat 220 Mesh)

- Interaction chimique, évaluation vis-à-vis de la durabilité du bois enrichi :

La figure 7a montre une faible perte de masse (5,39 à 7,64%) causée par l'attaque des champignons sur les éprouvettes traitées comparées aux témoins, ce qui montre que le traitement a bien agi. Selon la norme EN 113 (1997), les pertes de masses des éprouvettes traitées doivent être comprises entre 3 et 5% pour que le traitement puisse être considéré efficace. Nos résultats sont encourageants et confirment les résultats de la littérature. En effet, contrairement au Cuivre, le Grenat n'a pas d'effet fongicide spectaculaire (Fig 7b), mais agit plutôt en barrière physique en raison de la présence de la Silice (SiO_2) dans sa composition. Cet apport physique fera l'objet de nos recherches futures notamment pour lutter contre les termites, plus sensibles à la silice.

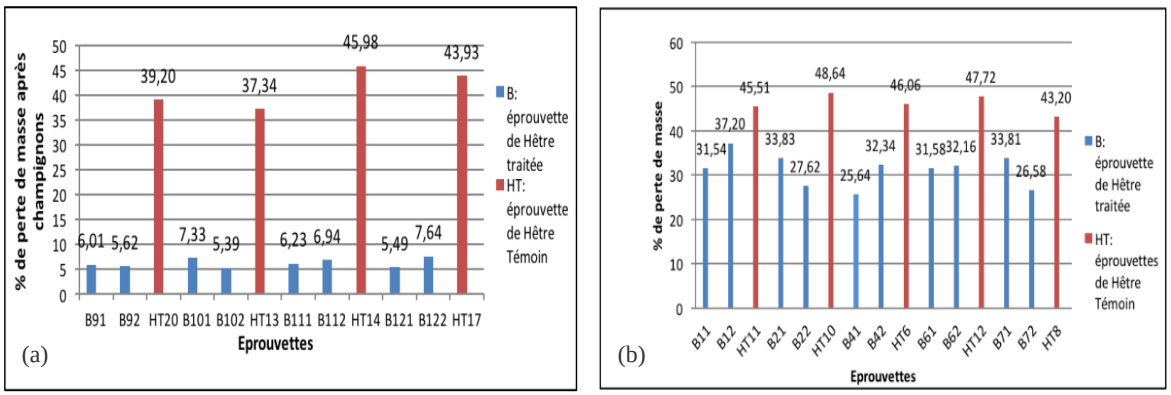


Figure 7 : Perte de masse (%) des éprouvettes traitées avec des particules de a) Cuivre, b) Grenat

Conclusion

La méthode d'enrichissement des essences de bois par le procédé de jet d'azote supercritique à haute pression et à basse température peut affecter certaines propriétés mécaniques, physiques et chimiques. La durabilité de certaines essences peut être augmentée comme la dureté et la lutte contre le vieillissement du bois par les attaques des champignons ou de termite. Cependant, ces améliorations sont à relativiser car les particules de cuivre présentent le risque de relargage dans l'environnement. Des études plus fines devront être menées ultérieurement et doivent porter sur l'encadrement scientifique des mécanismes de relargage des particules de cuivre et l'optimisation de l'apport chimique en conformité avec la norme EN 113 (1997), ce pour permettre d'envisager le transfert technologique.

Publications associées

Articles dans des journaux internationaux ou nationaux :

1 Zerriaa A., EL Ganaoui M., Tazibt A. Gabsi S., Gérardin C., Physical incorporation of particles in a porous media: a path to a smart wood, Eur. Phys. J. Appl. Phys. (2016) 74 : 24607, 2016.

Communications dans les conférences internationales :

1 Zerriaa A., EL Ganaoui M., Tazibt A. Gabsi S., Gérardin C., Functionalization of wood by mechanical incrustation of particles using supercritical nitrogen jet », Int. Conf. of Mat. and Energy, ICOME, Tianjin, China, July 06-09, 2017.
2 Zerriaa A., EL Ganaoui M., Tazibt A. Gabsi S., Masson E., Gérardin C, Physical incorporation of metallic particles in Timber by the Nitrogen jet method, JAZOLTHOP, World Conf. on Timber Eng., WCTE, Vienna, Austria, August 22-25, 2016.
3 Zerriaa A., EL Ganaoui M., Tazibt A. Gabsi S., Gérardin C., Functionalization of wood by mechanical inlay of supercritical Nitrogen dry charges, Int. Cong. on Mat. and Energy, CIMATEN, Sousse, Tunisia, 17-19 Déc. 2016.
4 Zerriaa A., EL Ganaoui M., Tazibt A. Gabsi S., Gérardin C., Physical incorporation of particles in a wood porous subside through a stream of nitrogen at high pressure and low temperature, Int. Conf. of Materials and Energy, ICOME 2015, Tetouan, Morocco, May 19-22, 2015

II.4 Interactions jet d'azote supercritique - matériaux à base polymère

Problématique, contexte et objectif

Les technologies jet d'azote pourraient être particulièrement intéressantes pour la fonctionnalisation physique de substrats polymères ou de composites à base polymère. Les modifications superficielles apportées s'obtiennent par impact à grande vitesse du jet avec ou sans incrustation de particules sans le matériau cible. Aujourd'hui, la topographie du textile constitutif de la prothèse de la valve cardiaque est imposée par l'arrangement fibreux qui reste limité en termes de possibilités. L'interface de la structure fibreuse avec le milieu extérieur s'en trouverait alors modifiée. Nos recherches s'inscrivent dans l'un des axes de recherche de fonctionnalisation de telles fibres pour rechercher des solutions aux problèmes d'interactions du dispositif avec les tissus biologiques (formation exagérée fibrose au contact du textile, calcification).

La modification de la topographie de la surface des fibres permettrait : (1) d'augmenter la surface spécifique du substrat offerte à une fonctionnalisation chimique éventuelle, (2) d'embarquer des particules ayant une fonction biologique sur les fibres (protéines, médicaments, etc.) dans le but de favoriser les réactions biologiques face à la mise en place de l'implant textile, (3) de rendre la surface des fibres plus texturée pour limiter la formation de fibrose sur l'implant. Le concept pourrait s'appliquer, à terme, à d'autres dispositifs comme les prothèses vasculaires ou les filets à hernie.

D’autres applications comme par exemple l’amélioration des performances des composites, en améliorant l’adhésion à l’interface fibre-résine, et l’ennoblissement par voie sèche de tissus par dépôt « mécanique » de pigments colorés sans recours à l’eau (voie chimique), pourraient constituer des domaines de développement connexes importants.

Les travaux menés dans le domaine de la réparation des valves cardiaques ont permis de mettre en évidence la nécessité de texturer la surface des fibres constituant la prothèse synthétique, afin d’optimiser le comportement *in vivo* de la valve. La figure 1 représente l’analyse histologique de 2 biotextiles implantés in vivo chez la brebis en position valvulaire et mettent en évidence qu’en augmentant la texturation de la surface (Fig 1c), il est possible de limiter l’encapsulation du dispositif par la fibrose. Il est ainsi possible de conserver des propriétés de flexibilité nécessaires au bon fonctionnement de la valve.

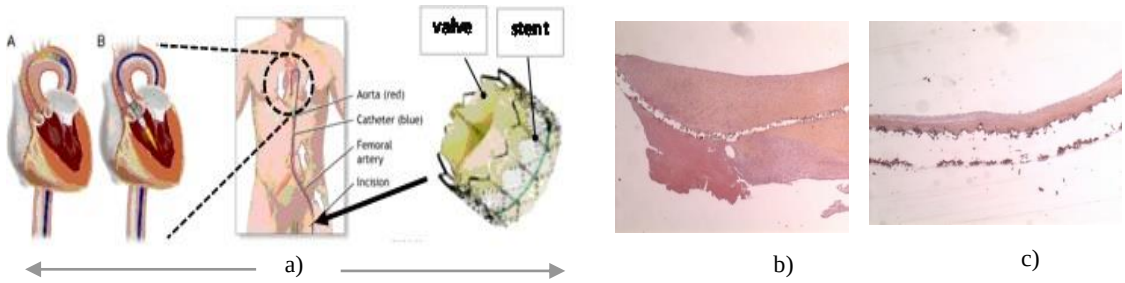


Figure 1 : a) Prothèse de valve cardiaque bio-textile implantée in vivo, b) photo d’une formation massive du fibroblaste autour de la prothèse bio-textile, c) diminution du fibroblaste autour de la prothèse bio-textile

Ces résultats sont en accord avec d’autres résultats de la littérature qui mettent en évidence qu’une surface plus rugueuse génère moins de réaction inflammatoire et donc de formation de fibrose [1,2]. En associant une couche de fibres de petit diamètre à une structure fibreuse obtenue avec des fibres de plus gros diamètre, il serait possible d’obtenir une interface de contact plus rugueuse tout en pouvant garantir une résistance mécanique suffisante. Cependant le délaminage entre couches est possible. La texturation par jet d’azote permettrait d’accroître la rugosité, sans les problèmes liés à l’assemblage de couches fibreuses. Il existe actuellement des techniques de dépôt chimique par plasma pour rendre des surfaces plus hydrophiles (et donc moins sujettes à fibrose) par greffage (liaisons covalentes) de molécules. Cependant, l’efficacité sur la fibrose et la durée de vie n’est pas suffisamment garantie. Combiner cette approche avec la texturation par jet d’azote pourrait permettre d’améliorer les résultats en modifiant en plus la rugosité des filaments.

Nous avons démontré la faisabilité technologique de la modification de surface sur un polymère dans le cadre d’un stage de master recherche que j’ai encadré avec le LPMT (Pr F. Heim), Université de Haute Alsace. Celui-ci travaille au développement d’une prothèse de valve cardiaque synthétique textile qui puisse être implantée par chirurgie non invasive. Nos travaux se poursuivent actuellement dans le cadre de la thèse de Y. Khalsi que je codirige en collaboration avec l’équipe du Pr F. Heim et du post-doc de F. Khoffi que j’encadre en parallèle sur le même thème en collaboration avec les laboratoires LPMT et BIOS (Université de Reims) dans le cadre du projet collaboratif inter Carnot BIOSURF ICEEL/MICA.

Notre approche est innovante du fait que les technologies proposées n’ont été utilisées jusque-là que pour traiter des surfaces solides à des fins autres que celles visées. Elle permettrait de modifier mécaniquement et durablement un état de surface en polymère. Mais la maitrise de la topologie adressée présente des Verrous : il est important de pouvoir bien contrôler la projection et par conséquent l’interaction particule/substrat polymère. Il est donc crucial de connaître l’énergie cinétique critique, à une température donnée, du flux impactant la surface. Le couplage masse des particules / vitesse de projection doit donc être évalué et défini en fonction des propriétés de surface requises. La capacité des particules à texturer localement la surface du polymère, sans incrustation, reste aujourd’hui une inconnue. Il s’agira de définir dans quelles mesures la taille des microparticules envisagées va influer ces caractéristiques et notamment d’identifier quelle taille

critique provoque l'incrustation. La projection va forcément s'accompagner d'une modification des propriétés mécaniques du substrat fibreux qu'il va falloir évaluer pour vérifier le niveau de dégradation éventuel. La topographie idéale qui conduira à fortement limiter la formation d'une coque fibreuse reste à définir. Il faudra avec un large panel d'échantillons et des topographies variées, tester l'interaction de ces échantillons au contact de cellules fibroblastique/inflammatoires.

L'objectif est de mettre au point les méthodes de projection afin de les ajuster à la topographie de surface spécifique qu'est celle d'un matériau fibreux polymère. On identifiera par la suite les couplages process (paramètres de projection) - polymère (géométrie) permettant d'élaborer des surfaces modifiées ayant les caractéristiques physiques et mécaniques requises. L'objectif scientifique est de comprendre et de contrôler le comportement du matériau cible lors d'une sollicitation thermomécanique générée par le jet N_2 sur sa surface. Il s'agira de caractériser le matériau en termes d'état de surface obtenu et de résistance mécanique en fonction des conditions de projection appliquées. Il s'agira ensuite de vérifier les performances du matériau au contact d'un environnement biologique.

Méthode

Pour atteindre les objectifs scientifiques et techniques, nous avons mis en place une stratégie comportant trois volets. Le premier volet est consacré à la production d'échantillons aux surfaces modifiées obtenues expérimentalement sur le banc d'essai (Fig 2) de TJFU par projection de jet d'azote chargé de particules neutres chimiquement, à savoir des microbilles de verre. Le protocole de test comprend les paramètres process dont la pression statique du jet d'azote, la distance de tir, la température du substrat, le diamètre et la quantité des particules injectées dans le jet.

L'objectif, ici, est d'établir les corrélations entre les paramètres de traitement et les géométries des surfaces impactées. Le deuxième volet porte sur les caractérisations (observations MEB, RAMAN, résistance mécanique) des surfaces modifiées pour en déterminer les propriétés physiques, mécaniques et chimiques apportées au matériau polymère après traitement mais aussi pour comprendre les mécanismes de modification en jeu. Enfin, le troisième volet de nos recherches est dédié à la validation de la biocompatibilité des fibres traitées, notamment au travers de l'évaluation du comportement des fibroblastes humains primaires au contact des différentes formulations des fibres polymères traitées et non traitées. Des études de fibroses et d'inflammation chez le petit animal seront également envisagées à plus long terme.

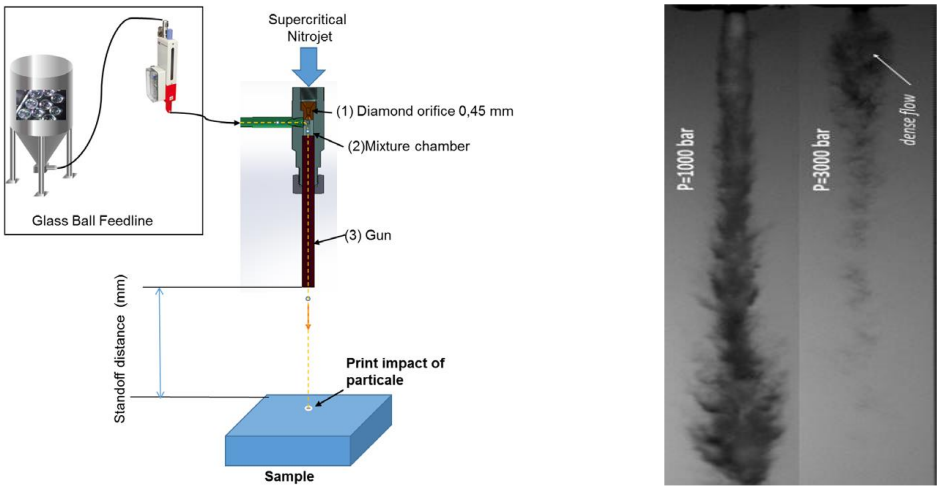


Figure 2 : A gauche : Schéma de principe du banc d'essai de traitement du polymère par jet d'azote chargé de particules. A droite : Photo du jet d'azote.

Principaux résultats

Nous présenterons, à ce stade de nos recherches, les résultats partiels majeurs ayant été publiés en attendant les autres résultats majeurs y compris ceux relatifs à l'influence du traitement de surface par jet d'azote chargé sur la fixation des cellules biologiques du fibroblaste sur les surfaces traitées.

Afin de comprendre les mécanismes de modification induits par le jet complexe chargé de particules, nous nous sommes intéressés, dans un premier temps, à l'étude de la morphologie de l'impact élémentaire d'une particule seule projetée par un tel jet sous différentes conditions de tir. Nous avons ainsi pu faire l'analogie avec la théorie de Hertz en particulier par rapport à la vitesse critique (1) d'impact de la particule conduisant à la formation du cratère (Fig 3a et b) par déformation plastique.

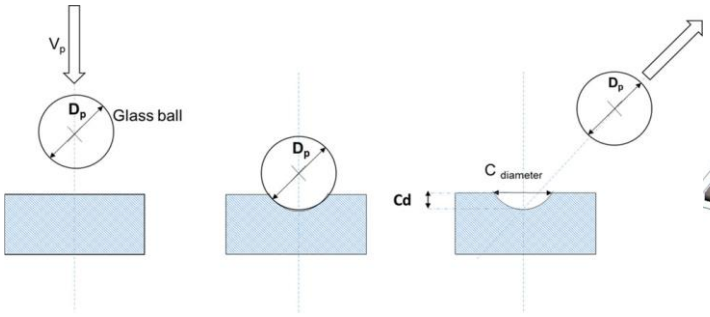


Figure 3a : Le modèle d'impact sphère - surface (cratère)

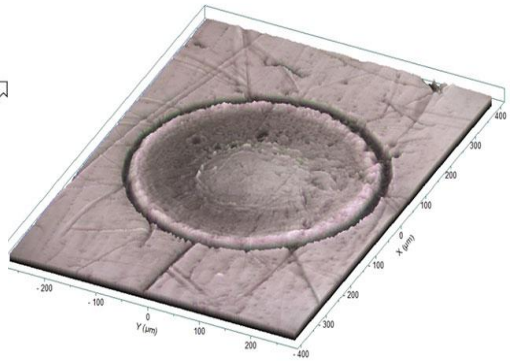


Figure 3b: Forme du cratère mesurée par RAMAN (D_p = 400 µm, Dt = 100 mm, P = 2000 bars)

$$V_e = \frac{\pi^2}{2\sqrt{10}} \frac{\sigma_e^{5/2}}{\rho_p^{1/2}} \left(\frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_p^2}{E_p} \right)^2 \qquad (1)$$

où, σ_e, limite élastique su matériau ; ρ_p, masse volumique de la particule ; ν et ν_p, coefficients de Poisson du matériau et de la particule, respectivement. E and E_p, modules de Young du matériau et de la particule, respectivement.

Selon le modèle de Hert (1), la vitesse critique de formation du cratère sur un polymère PET est de 0,23 m/s. Or, dans nos conditions opératoires, la vitesse d'impact de la particule mesurée par caméra rapide est comprise entre de 150 et 500 m/s, ce qui montre bien la probabilité de formation de cratères par déformation plastique. D'autre part, la profondeur, C_d, du cratère peut être reliée au diamètre du cratère, D_c, pour un diamètre donné, D_p, de la particule projetée, par la formule mathématique (2) suivante :

$$C_d = D_p - \frac{1}{2}\sqrt{{D_p}^2 - {D_c}^2} \qquad (2)$$

La formulation (2) présente l'intérêt de pouvoir établir une corrélation entre le modèle théorique de la géométrie du cratère et la mesure pour différentes conditions de tir. Ainsi, pour connaitre la profondeur d'impact, il suffirait de mesurer le diamètre du cratère (Fig 4) par une méthode optique aisée, la profilométrie laser par exemple, puis déduire la profondeur d'impact à l'aide de la relation (2). Ainsi, cette approche par impact élémentaire, il deviendrait possible de construire un modèle mathématique de prévision permettant de décrire la géométrie de la surface modifiée en fonction des paramètre d'outil jet fluide notamment la pression statique du jet d'azote, la distance de tir, le diamètre et le débit massique des particules injectées dans le jet. Ce modèle corrélé pourrait alors constituer une base intéressante d'une approche théorique solide en complément de la méthode expérimentale de mesure de la rugosité.

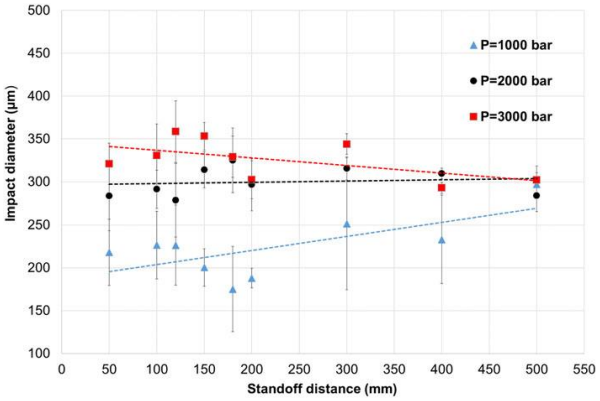


Figure 4: Influence de la pression et de la distance de tir sur le diamètre du cratère formé (D_p = 400 µm)

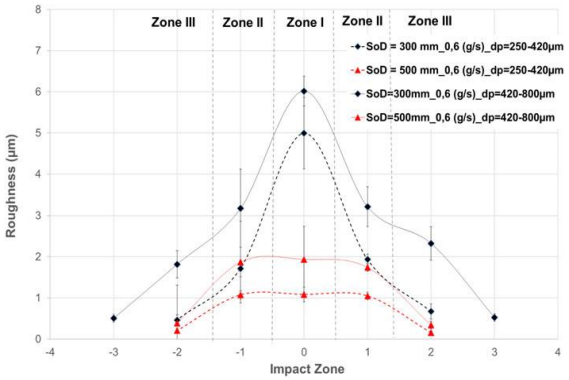


Figure 5 : Evolution de la rugosité en fonction du diamètre de la particule (débit des particules 0.6 g/s)

L'étude élémentaire d'un impact isolé fournit des éléments intéressants pour la compréhension des mécanismes d'impact obtenus par faisceau de particules. En fait, pour des particules de diamètre fixé, la profilomètrie laser obtenue sur une surface impactée, montre un spectre de cratères de diamètre et profondeur variant avec la distance de tir et la pression statique du jet (Fig 4). La taille du cratère tend vers une valeur limite comprise entre 250 et 300µ pour des distances de tir autour de 500mm. Les observations MEB révèle une topographie particulière sous forme de spectre de rugosité répartie en zones concentriques homogènes (Fig 6a) : densité de cratères (Fig 6b, c, d). Par exemple, comme le montre la figure 7, la rugosité enregistrée est comprise entre 0,1µ (périphérie) et 6µ (zone centrale).

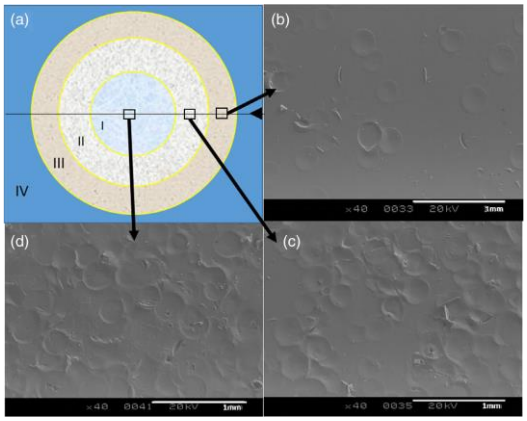


Figure 6: Topographie obtenue par l'impact simultané d'un faisceau de particules

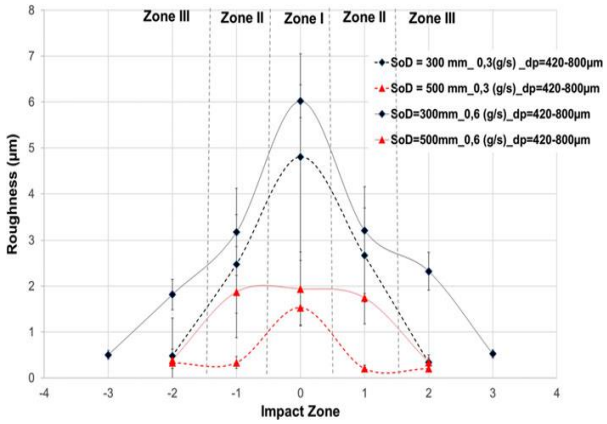


Figure 7 : Evolution de la rugosité en fonction du débit massique des particules (D_p = 420–800 µm)

A ce stade de la recherche, nous obtenons des résultats encourageants du point de vue de la géométrie recherchée de la surface du polymère, à savoir une rugosité comprise entre 5 et 15m requise pour la fonctionnalisation du textile en PET. Ce résultat majeur est actuellement en cours d'affinement dans le cadre des travaux de thèse (Y. Khalsi) et de Post-doctorat (F. Khoffi) pour : (i) maitriser la rugosité dans l'intervalle fonctionnel et (ii) évaluer le comportement du tissu traité dans un environnement biologique.

Conclusion

Nous avons étudié le potentiel d'un nouveau traitement de surface mécanique visant à modifier la topologie de surface de matériaux à base de polymères utilisés dans les implants médicaux. Des particules solides incorporées dans un jet d'azote supercritique à grande vitesse, ont été pulvérisées sur les surfaces du polymère PET et les effets des paramètres du jet tels que la pression statique, la distance de tir, la taille et le débit massique des particules, ont été étudiés. En particulier, l'influence des paramètres process sur la rugosité obtenue, a été analysée et évaluée.

Nous avons constaté que les particules plus grosses induisaient des diamètres et des profondeurs de cratère plus grands. De plus, l'augmentation de la pression statique du jet de 1000 à 3000 bars permet d'augmenter le diamètre du cratère. Cependant, une distance de tir de seuil de 300 mm est requise pour obtenir une rugosité uniforme à la surface du matériau. Les paramètres process tels que le débit massique de particules, la distance de tir, la pression statique du jet et le diamètre des particules projetées influent fortement sur la rugosité.

Enfin, l'étude a montré qu'il est possible d'obtenir, de façon répétitive, une surface de PET avec une rugosité de 6 µm requise pour les matériaux fibreux. Les résultats préliminaires d'évaluation en milieu biologique au contact des cellules fibrotiques ont montré que la méthode de traitement conduit à la réduction de la formation du fibroblaste. Ce résultat encourageant nous a amené à poursuivre actuellement nos recherches notamment pour traiter la fibre polymère PET structurée en textile tissé mono et multi-filament. Ce changement d'échelle proche du cas applicatif (prothèse cardiaque), souligne la pertinence de ce nouveau procédé ainsi que son potentiel de transfert.

Publications associées

Articles dans des journaux internationaux ou nationaux :

1. Khalsi Y., Heim F., Tazibt A., Jason T. L., « N_2 Supercritical Jet to Modify the Characteristics of Polymer Material Surfaces: Influence of the Process Parameters on the Surface Topography », Polymer Engineering & Science, Published online in Wiley Online Library. © 2018 Society of Plastics Engineers, 2018

Communication sous forme de poster

1. Khalsi K, **Tazibt A.**, Khoffi F., Kerdjoudj H., Chevrier J., Heim F., *Biological response of a biomedical fabric (PET) modified by micro particles-laden supercritical N2 jet*, 11th European Symposium of Vascular Biomaterials ESVB 2019, Strasbourg, France, 17-19/10, 2019

Conclusions des travaux de recherche

Les méthodes classiques de traitement et d'usinage des matériaux par projection de jets fluides, sont celles qui utilisent un jet d'eau pur ou chargé de particules. Mes travaux de valorisation de la recherche académique ont permis d'élargir ces méthodes à des jets fluides complexes originaux pouvant apporter de nouvelles propriétés aux matériaux cibles notamment en termes d'allégement, de durabilité et de réduction des déchets. Dans ce contexte, j'ai développé trois outil jets fluides adressant des problématiques multi-matériaux au-delà de l'état de l'art :

- un micro jet d'eau abrasif à basse pression, capable de percer des micros trous dans des matériaux durs et fragiles sans les endommager ;

- un jet d'eau guidant un laser de puissance à haute pression, capable d'usiner des matériaux métalliques ou à base de polymère en limitant la zone affectée thermiquement et sans générer de déchets abrasifs additionnels. De plus les surfaces de certains aciers austénitiques et alliages de titane, peuvent être traitées en leur conférant des propriétés anticorrosion (aciers) et une nouvelle métallurgie (titane) ;

- un jet d'azote supercritique cryogénique sous pression capable d'apporter une multitude de propriétés en surface : durcissement, texture, topologie, ajout de matière.

Notre approche multi-physique et multidisciplinaire a permis de proposer des méthodes de recherche associant des thématiques transversales autour des matériaux, microstructure, mécanique des fluides, mécanique des matériaux, physique, chimie, photonique. Ainsi, nous avons mis en évidence des réactivités différenciées du matériau cible en fonction de la thermodynamique du jet fluide impactant. Celles-ci peuvent aller d'une action mécanique, thermique, thermomécanique invasive ou non invasive à un transfert de matière :

- l’approche analytique du micro jet d'eau diphasique (eau/particules), permet de décrire l'énergie cinétique de chaque phase en présence. Il devient désormais possible de contrôler l'énergie des particules de façon à favoriser le perçage par érosion (effort de cisaillement pur appliqué par les micros particules) par rapport à un endommagement (contrainte de compression appliquée par le jet d’eau). Ce comportement est d’autant vrai que le matériau cible est dur et fragile tel que le silicium. Ce résultat original a fait l'objet d'un transfert.

- la méthode expérimentale que nous avons développée pour la mesure, en temps réel, de l'indice de réfraction de l'eau sous différentes pressions statiques (jusqu'à 2500 bars) et pour différentes longueurs d'onde de laser dans le visible, a permis de construire une approche multi-physique capable de déterminer, par des formules mathématiques simples, les propriétés optiques (indice de réfraction) et physiques (densité, polarisabilité) de l'eau sous hautes pressions. Notre méthode offre aux chercheurs les outils de mesure et de calcul permettant de compléter la table des propriétés de l'eau ou, plus généralement, celles d'un fluide homogène sous pression. L’autre résultat majeure est la possibilité de calculer la position du point de focalisation d'un laser continu dans un milieu fluide homogène sous hautes pressions. A présent, un des applicatifs envisagé est le couplage d'un laser et d’un jet d'eau sous haute pression tel qu’illustré dans notre mémoire.

- la valorisation des lois fondamentales de la mécanique des fluides en les appliquant aux gaz réels compressibles à l'état supercritique voire hypercritique (densité d'un liquide, viscosité d'un gaz), avec comme exemple industriel, l'azote liquide porté à des pressions pratiques jusqu'à 3000 bars et une basse température jusqu'à -180°C puis projeté via un orifice calibré à

grande vitesse. Il en résulte un jet d'azote supercritique cryogénique sous hautes pressions. en détente rapide, dont la thermodynamique évolue drastiquement entre la sortie de bue et la surface d'impact.

Dans ce dernier cas d'étude, nos travaux permettent de fournir des éléments de compréhension précieux notamment pour expliquer et contrôler le comportement du jet fluide complexe. Ces connaissances peuvent aider au développement d'outils spécifiques tels que celui breveté mais pas seulement. Elles permettent également de contrôler les mécanismes en jeu lors de l'impact d'un tel jet avec un matériau substrat donné (transformation métallurgique, écrouissage, introduction de contraintes compressives, introduction de contraintes thermiques et élastiques de traction, etc.). Par ailleurs, le mécanisme d'enlèvement d'un revêtement (cas du décapage) révèle le rôle crucial joué par le stress thermique apporté par un jet d'azote supercritique cryogénique impactant.

Le champ d'étude est étendu au domaine du fluide diphasique en nous intéressant particulièrement au jet d'azote chargé de particules. Cela peut être intéressant du fait des apports de propriétés chimiques ou biologiques inédites selon les natures des particules projetées et du substrat cible :

- chimiques : par le transfert de particules réactives (cuivre, argent) fongicides dans un matériau poreux ligneux (bois) ;

- biologiques : par l'élaboration de bio traitement pouvant conduire à des textures durables particulières sur la surface d'un polymère de synthèse biocompatible (exemple du PET). De telles surfaces texturées possèdent la propriété de répulsion vis-à-vis des cellules fibrotiques au contact du milieu biologique. Ce résultat majeur est prometteur en ce sens qu'il conduirait, après des développements ultérieurs plus fins, au développement de prothèses cardiaques ou, plus généralement, d'implants médicaux en textile synthétique biocompatible.

Au final, en plus des connaissances apportées sur le plan scientifique et technologique, nous sommes arrivés au résultat selon lequel il existerait autant d'outils jets fluides que de matériaux à traiter. Aussi les méthodes que nous avons développées pourraient constituer des supports méthodologiques et des contenus scientifiques nouveaux. Ceux-ci pourraient être mis à la disposition des chercheurs tant au niveau de la modélisation des écoulements complexes que des méthodes expérimentales d'interactions jet - matériau.

L'autre originalité de mes travaux réside dans le volet transfert que j'ai apporté. Celui-ci s'est principalement nourri des projets applicatifs issus des besoins exprimés par les industriels. A travers les quelques exemples de projets applicatifs et de transfert, j'ai montré qu'il est possible, jusqu'à une certaine mesure, de valoriser la recherche académique dans un cadre collaboratif multidisciplinaire aux interfaces des thématiques transversales et des expertises complémentaires des équipes.

Si les outils et les méthodes développés et résumés dans ce mémoire, permettent d'étendre le champ de la connaissance des jets fluides complexes et leurs conséquences sur les matériaux cibles à traiter, il reste encore beaucoup de développements à accomplir pour mieux connaitre leurs limitations et implications dans le monde de la recherche industrielle et du transfert technologique.

Chapitre 3

Le projet de recherche

1. Contexte scientifique, enjeux et objectif

Mon projet de recherche s'inscrit dans la continuité de mes travaux dont la mise en perspective s'enrichit de nouveaux thèmes et d'un axe complémentaire, tous transversaux aux thématiques des équipes académiques partenaires. Ainsi les thèmes abordés et les méthodes de recherche initiées peuvent constituer un socle de compétences interdisciplinaires et multi-technologiques utiles pour aborder les problématiques multi-matériaux que posent les grands enjeux sociétaux, à savoir l'économie d'énergie par l'allègement des structures, la durabilité des pièces mécaniques, le respect de l'environnement par la réduction des déchets, et la communication par connectivité des objets.

Il comprend trois volets retraçant le continuum de notre recherche, de l'amont (recherche) avec des cas applicatifs à l'aval (transfert) :

- **La valorisation de la recherche académique,**
- **Le transfert**,
- **Les brevets**

Les travaux que je mènerai s'inscrivent dans la continuité des deux axes de recherche que j'ai initiés et qui seront enrichis de thèmes nouveaux transversaux ainsi que d'un nouvel axe, complémentaire, que je suis en train d'ouvrir actuellement :

- **Axe 1 : Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant**
- **Axe 2 : Etudes des interactions jets complexes – matériaux**
- **Axe 3 : Particularités de la Fabrication additive par projection à froid**

L'objectif poursuivi est de concentrer, au sein d'une plateforme sans murs une recherche d'excellence au niveau international. Celle-ci sera formée par des équipes mixtes multidisciplinaires mutualisant des moyens scientifiques et technologiques uniques qui contribuent au rayonnement international des laboratoires académiques et des centres techniques industriels de transfert, associés. Cet objectif est réaliste, à moyen terme, il pourra être atteint grâce à un environnement favorable auquel nous avons contribué et qui s'appuie sur les facteurs factuels suivants :

- Les technologies de jets fluides complexes impactant sont des savoir-faire de l'équipe TJFU qui sont intégrées au labcom Surfo3m que je dirige et qui mutualise déjà les moyens des équipes CRITT CM2T, le CTIF, l'Institut de Soudure et ICAR (en cours).
- Ces technologies adressent des problématiques multi-matériaux qui sont dans les thématiques transversales des équipes académiques avec lesquelles j'ai développé des collaborations dans le cadre d'équipes mixte, à savoir avec le LEM3, LERMAB, LMOPS, LPMT.
- Je travaille actuellement à la consolidation de la collaboration et à son élargissement à l'équipe du Centre des Matériaux de Mines ParisTech.
- Le réseau est conforté par le programme régional inter CRT et CTI du grand Est que je coordonne, sur le thème de la Fonctionnalisation des Matériaux, des Surfaces et Interfaces (FMSI) en collaboration avec IREPA LASER, INSTITUT DE SOUDURE, CIRTES, CERFAV, CM2T, CRITT MDTS.

La masse critique scientifique et technologique qui sera issue de la constitution des équipes mixtes, est une motivation forte car elle favorisera, d'une part, une recherche différenciante et d'excellence internationale. D'autre part, cela pourrait permettre d'augmenter le taux de réussite aux appels à projets collaboratifs nationaux et européens, si l'on connait le contexte actuel des regroupements des compétences et du financement de la recherche de plus en plus rare.

2. Programme de recherche et de transfert, Valorisation par les brevets

Les projets, que je présente ici, peuvent paraitre ambitieux et il est loin de moi la prétention de les mener seul sans l'aide précieuse de mon équipe que j'anime composée de docteurs, doctorants, ingénieurs de recherche et d'étude et de techniciens de laboratoire. Ils ne pourront pas être, non plus, réalisés sans la collaboration notamment avec les équipes académiques multi disciplinaires partenaires pour le volet valorisation et avec les industriels pour le volet transfert.

2.1 Projets de recherche

La poursuite de mes travaux se fera dans le cadre de thèses, en collaboration avec les équipes académiques partenaires. Deux thèses sont, d'ores et déjà, envisagées. La première se rapportant à l'axe 1.3 avec l'équipe de T. Grosdidier (LEM3, UL), la seconde marquera les premiers travaux qui seront menés sur la thématique de l'axe 3.1 avec l'équipe de M. Jeandin (Centre des Matériaux de Mines ParisTech) :

2.1.1 - Axe 1 : Etude et développement d'outils jets fluides complexes impactant
Sous axe 1.3 : Etude et développement de l'outil jet d'azote supercritique cryogénique

Projet « JCB - Volet outil jet fluide » :

Nos travaux sur ce thème ont révélé la complexité du comportement versatile du fluide azote à l'état supercritique, associée à une méconnaissance des effets thermomécaniques induits en fonction de la nature du matériau traité. Ainsi, la méthode développée pour générer un jet d'azote pur destiné pour le durcissement superficiel d'alliages d'aciers, nous a conduit à étendre nos travaux à l'exploration d'un nouveau concept d'outil de jet d'azote chargé de billes métalliques. Le but est de modifier la microstructure superficielle de l'acier par déformation plastique sévère, et de mesurer les apports du procédé jet d'azote cryo chargé de billes métalliques, en termes de propriétés mécaniques en surface (durcissement) et de microstructure (taille des grains, transformation de phase).

Nous avons déjà abordé ces points dans le cadre du stage de master recherche de F. Andriama en collaboration avec le LEM3 et IJL. Une configuration de laboratoire du concept d'outil je d'azote cryogénique supercritique chargé de billes métalliques, que nous avons construite et testée dans le stage de master, a montré la capacité d'un tel jet à induire à la surface de quelques aciers austénitiques des déformations plastiques. Celles-ci ayant conduit à un durcissement en profondeur supérieur aux valeurs proposées par l'état de l'art. Un programme de recherche approfondie a d'ores et déjà été défini par l'équipe LEM3 (T. Grosdidier, D. Entemeyer) / TJFU (A. Tazibt). Il sera mis en œuvre dans le cadre d'une nouvelle thèse prévue en Mai 2020. Je serai associé à cette thèse en qualité de codirecteur. Deux volets seront abordés : optimisation d'un outil jet fluide spécifique (axe 1.3), interaction jet - matériaux (axe 2.2).

2.1.2 - Axe 2 : Etudes des interactions jets complexes – matériaux
Sous axe 2.2 : Interactions jet d'azote supercritique – matériaux métalliques

Ce thème comprend quatre projets en cours de montage :

Projet « JCB - Volet matériaux »

Ce projet a débuté en mai 2019 dans le cadre du master recherche de F. Andriama., en collaboration avec le LEM3 (Pr T. Grosdidier), dont le thème est à l'interface avec les axes 1.3 et 2.2. Ce travail sera poursuivi dans le cadre d'une thèse qui sera mise en place en Mai 2020 et portera sur le thème

de l'interaction d'un jet d'azote chargé de billes métalliques avec des aciers. L'objectif est d'étudier les modifications microstructurales induites par un tel traitement de surface.

Projet « TexTir »

Ce projet porte sur l'élaboration de surfaces complexes dans un matériau biocompatibles base titane, en utilisant l'outil jet d'azote supercritique chargé de particules, développé dans l'axe 1.3. Ce projet sera mené dans le cadre du ressourcement Carnot ICEEL en collaboration avec les équipes académiques de l'IJL, du LCPME, et du CRITT METALL 2T, dont voici un court aperçu des contributions des équipes :

- TJFU réalisera les micro-structurations des surfaces de titane qui permettent l'accroche et prolifération des cellules osseuses. Il optimisera les micro-structures pour que les surfaces de titane soient les moins adhésives possibles pour les bactéries.
- IJL vérifiera la préservation des propriétés initiales de l'ulvane (des polysaccharides anioniques sulfatés solubles dans l'eau extraits d'algues vertes de type ulve ou entéromorphe) déposé par plasma, mettra au point les protocoles pour un dépôt plasma de l'ulvane sur le titane et sous contraintes hydrodynamiques, fonctionnalisera les surfaces micro-structurées avec de l'ulvane.
- Le LCPME vérifiera l'effet anti-adhésif et antibiofilm de l'ulvane greffé sur surface modèle (l'or) vis-à-vis des bactéries à cibler (sous contraintes hydrodynamique), évaluera l'effet antimicrobien de l'ulvane sur des bactéries planctoniques à cibler, étudiera et validera le matériau fonctionnalisé et ses effets positifs sur cellules osseuses vs effets antibiofilm/anti-adhésif.
- Le CTITT METALL 2T réalisera les expertises des revêtements polymère bioactifs qui seront déposés par la technique Cold Spray.

Enfin, nous avons envisagé de compléter ces travaux avec la contribution du laboratoire des Biomatériaux et Inflammation en Site Osseux (BIOS) de l'Université de Reims, dans le cadre du projet ***Tibiotex***. BIOS réalisera une étude biologique sur surface modèle (influence de l'ulvane sur la croissance des cellules osseuses), évaluera les effets anti-inflammatoire et immuno-stimulant de l'ulvane sur les cellules osseuses. Ce projet a été déposé à l'ANR en octobre 2019. Les résultats attendus qui seront issus des projets TexTir et Tibiotex auront une incidence forte sur le plan scientifique et du transfert en particulier dans le domaine biomédical.

Projet « PHC UTIQUE » 2020 **de coopération France – Tunisie : « Valve cardiaque synthétique en matériau hybride fibreux »**

Le remplacement de la valve aortique par chirurgie non invasive, est devenu une alternative au remplacement chirurgical chez des patients non éligibles à la chirurgie ouverte. L'utilisation d'un matériau textile fibreux pourrait permettre de développer une nouvelle valve pour remplacer les modèles actuels (biologiques ou mécaniques). L'objectif de ce projet est de développer une valve cardiaque synthétique en matériau hybride fibreux. La valve sera fabriquée par un assemblage d'un substrat en tissu fibreux (typiquement un PET) apportant de la résistance mécanique et d'une couche de non-tissé permettant un état de surface approprié pour l'interaction avec le milieu biologique. La méthode de projection d'azote à « froid » et à « chaud » pourraient présenter un intérêt pour l'obtention du tissu hybride (tissé et non-tissé) et aussi pour la modification physique de surface. En effet, la méthode proposée permettrait de modifier mécaniquement et durablement la rugosité des fibres constituant le tissu. Aujourd'hui, la topographie d'un tel textile, est imposée par l'arrangement fibreux qui reste limité en termes de possibilités. La présence d'une surface de non-tissé permettrait de rendre le matériau textile moins inflammatoire et limiter l'encapsulation du dispositif par la fibrose. Les propriétés de flexibilité nécessaires au bon fonctionnement de la valve seraient ainsi conservées. Cette étude permettrait de compléter les travaux d'investigation déjà réalisés au LPMT et au TJFU sur le thème du textile comme matériau valvulaire.

Il s'agira, d'abord, d'optimiser la fabrication de la valve cardiaque hybride en faisant varier les paramètres de tissu textile (armure, surface spécifique du fil, etc.) et de la couche de non-tissé (matière, porosité, taille de fibre, etc.). Au niveau de la fabrication du tissu, on s'intéressera en particulier à la possibilité d'intégrer des fils de Nitinol directement dans la structure fibreuse, en utilisant la méthode de jet d'azote. Ainsi, les fils pourront jouer directement le rôle de stent. Il s'agira ensuite de caractériser les propriétés physiques (rugosité, perméabilité…) et mécaniques (résistance mécanique, flexibilité, essais de compression, essais de fatigue, etc.) du matériau final en fonction des paramètres de fabrication. Finalement, il s'agira de vérifier les performances du matériau au contact d'un environnement biologique. Cette approche est innovante du fait que la méthode proposée n'a été utilisée que pour le traitement des surfaces pour des applications industrielles. Elle permettrait de développer un matériau hybride durable avec une résistance mécanique élevée et un état de surface offrant une bonne interaction avec le milieu biologique.

Structures partenaires :

- Laboratoire de Physique et Mécanique Textile de Mulhouse, LPMT (France)
- CRITT Technique Jet Fluide et Usinage, TJFU (France)
- Laboratoire de Génie Textile, LGTEX (Tunisie)
- Laboratoire des Maladies Transmissibles et Substances Biologiquement Actives, LMTSBA (Tunisie)

Thèses en cotutelles (Tunisie-France)

-Thèse 1 : Matériau textile hybride pour application cardio-vasculaire
-Thèse 2 : Valve cardiaque « stentée » en matériau fibreux hybride

Projet « H_2 » :

Ce projet est initié par l'équipe mixte LEM3/TJFU comme l'une des applications potentielles du jet d'azote supercritique pur ou chargé de particules actives. Il adresse la problématique des matériaux pour le stockage réversibles d'H_2. Il fait suite à des résultats encourageants que nous avions obtenus des analyses préliminaire d'échantillons que nous avions préalablement traités par jet fluide. Des travaux exploratoires seront poursuivis en utilisant des particules actives qui favoriseraient la réactivité chimique du substrat vis-à-vis des molécules d'hydrogène.

Projet « Bois antibactérien » :

Ce projet est une suite des travaux de thèse de A. Zerriaa en collaboration avec le LERMAB (Pr M. El-Ganaoui, Pr C. Gérardin) et l'Université de Gabès de Tunisie (Pr S. Gabsi). Ces travaux exploratoires ont montré l'intérêt de traiter certaines essences de bois, très utilisées dans la construction, par l'incorporation de particules de cuivre comme agent chimique de lutte contre les champignons et de préservation durable antivieillissement. Nous nous intéresserons particulièrement à la compréhension du comportement microbiologique du bois traité ainsi que l'encadrement des conséquences du traitement sur les caractéristiques mécaniques et physiques du matériau. L'objectif est d'optimiser la méthode de traitement et d'évaluer ensuite son potentiel de transfert dans le secteur de la construction. Ces travaux seront poursuivis avec la même équipe d'encadrement. Un industriel est d'ores et déjà identifié, il sera associé à ces travaux dans la partie relative à la fourniture d'essences de bois et à l'évaluation des apports du traitement dans les conditions industrielles. Ces travaux pourront être conduits dans le cadre d'une thèse.

2.1.3 - Axe 3 : Particularités de la Fabrication Additive (FA) par projection à froid

J'ai introduit ce nouvel axe, dans le cadre du CPER 2015/2020 et de la mise en place du laboratoire commun Surfo3m au sein de TJFU. Ces actions correspondent à l'acquisition par TJFU d'une installation de projection dynamique à froid, dite « cold spray ». Les apports déjà maitrisés du jet d'azote supercritique nous ont amené à explorer les hybridations de ces deux technologies. Cet axe étend nos activités de recherche et de transfert aux domaines de la Fabrication Additive (FA) par dépôt, à froid, de couches successives de matières sur un substrat pour former : (i) une surface

protectrice ou ayant des propriétés en contradiction avec le substrat comme par exemple la métallisation d'un matériau à base polymère (pour lui conférer les propriétés de conduction), (ii) une pièce 3D à la métallurgie multi-composants (par projection de poudres métalliques composites de différentes métallurgies) ou des fonctions multiples (extraction de calories, blindage Electro Magnétique, etc.). Enfin, cet axe est transversal aux thématiques des équipes académiques et des centres techniques partenaires. Il comprend, à présent, les sous axes suivants :

- **Elaboration des surfaces et des interfaces fonctionnelles avant dépôt FA**
- **Fabrication Additive par projection à froid**

Ces deux sous axes sont inscrits au programme pluriannuel de la Région grand Est de ressourcement des Centres de recherche industrielle et de transfert. Ce programme, appelé BeBest, a débuté en juillet 2017 :

A - Elaboration des surfaces et des interfaces fonctionnelles

Le programme de recherche a pour objectif d'étudier et d'expérimenter les combinaisons / hybridations des procédés de projection de matières portées par des fluides à chaud (laser) et à froid (gaz d'azote) avec ou sans fusion de la matière projetée (poudres). Les applications industrielles adressées concernent les secteurs des énergies, le nucléaire, l'aéronautique, l'automobile et bien d'autres encore. Tous ces secteurs font face à des défis technologiques majeurs de plus en plus complexes, où les associations des technologies et des compétences pourraient seules apporter des solutions efficaces et performantes. BE BEST traite toutes les facettes technologiques relatives à la transformation d'un matériau et l'élaboration d'un produit durable et intelligent. Celui-ci peut être : a) fonctionnalisé en mode multi-échelle en surface (PRACORMat II), assemblé à d'autres matériaux dont les propriétés sont différentes b) métal /composite (DINAMITE II), c) élaboré par hybridation de procédés de fabrication additive.

- Le projet PRACORMat II « Développement de Procédés de commutation réactive des matériaux ».
Ce ressourcement débutera en Janvier 2020. Il a pour objectif d'étudier plus finement les phénomènes induits lors de l'interaction d'un jet fluide (azote, eau, Cold spray, Plasma) avec un matériau, et de développer à l'échelle de laboratoire des surfaces fonctionnelles avec des propriétés inédites : conduction électrique et thermique d'un matériau à base polymère / composite (circuits électroniques, protection anti foudre des fuselages d'avions en composite), isolation électrique localisée (par dépôt d'une couche de polymère sur un substrat métallique), blindage Electro Magnétiques (connecteurs électriques en polymère), anti bactériennes et accélératrices de la croissance cellulaire (dispositifs médicaux en alliage de titane). Ce projet sera mené en collaboration avec les équipes spécialisées des CRT grand Est : CRITT METALL 2T (Cold Spray), CRITT MDTS (Plasma), Aerial (Microbiologie), CERFAV (Expertise en matériau Verre)

- Le projet DINAMITE II a pour objectif de développer des méthodes d'assemblages multi-matériaux métal/composite en respectant les contraintes relatives aux normes du secteur aéronautique. Ainsi, différentes configurations de préparation de surface et d'assemblages seront étudiées, expérimentés et comparées. L'objectif majeur est de mettre en évidence et de comprendre les apports d'un traitement de surface par jet fluide avant assemblage multi-matériaux métal / composite. Le projet regroupe des partenaires spécialisés : INSTITUT DE SOUDURE (laser), CIRTES (brasage), CRT TJFU (Traitement de surface par jet fluide), IREPA LASER (Traitement de surface par laser). L'enjeu adressé concerne l'allégement des structures aéronautiques et l'amélioration de la durabilité des pièces. A l'issue du projet, des démonstrateurs à échelle réduite d'assemblages multi-matériaux seront produits en vue de développements futurs dans le cadre de projets collaboratifs ou industriels.

B - Fabrication Additive par projection à froid

Le projet ambitionne d'étudier et développer, à l'échelle de laboratoire, des méthodes originales de fabrication additive obtenues par hybridations des procédés maitrisés par les partenaires, à savoir le dépôt de matière métallique par fil Laser (INSTITUT DE SOUDURE), la STRATOCONCEPTION (CRT CIRTES), le COLD SPRAY (CRT TJFU, CRT CM2T), et le dépôt de matière par jet d'azote supercritique chargé (CRT TJFU). Les nouveaux matériaux obtenus feront l'objet d'études scientifiques visant à comprendre les adhésions intermétalliques et les nouvelles métallurgies induites. L'enjeu est de proposer aux industriels des solutions innovantes propres et durables pour la fabrication additive et rapide de pièces techniques ayant plusieurs propriétés à la fois (conduction, protection anti corrosion à haute température, etc.).

2.2 Projets de transfert

Le transfert est une activité importante que je mène au CRT TJFU notamment à travers des projets applicatifs industriels traitant des problématiques multi-matériaux posées par le traitement au jet fluide complexe impactant. Pour rappel, ce sont les travaux de valorisation de la recherche académique qui m'ont permis d'accroitre mes connaissances tant au niveau du comportement du fluide complexe impactant, lui-même, qu'au niveau des effets complexes d'un tel jet sur la microstructure et la mécanique du matériau cible. Pour la période à venir, de nombreux projets de transferts sont à l'étude mais je n'évoquerai, ici, que les avancés et ont une portée internationale, chacun se rapportant à un axe différent.

2.2.1 - Axe 1 : Développement d'outils jets fluides complexes impactant
Sous axe 1.2 : Développement de l'outil hybride jet d'eau laser de puissance

Le prototype d'outil hybride jet d'eau laser développé dans l'axe 1.2, est limité par l'absorption importante du laser continu 1030 nm utilisé alors. La technologie des lasers ayant beaucoup évolué depuis, il devient à présent possible de disposer d'une source laser de puissance (500 W) doublé en fréquence avec une longueur d'onde de 522 nm. Cette nouvelle génération rend possible la continuation de nos travaux, avec comme objectif de reconnecter l'outil prototype existant à cette source, et étudier le comportement du nouveau jet fluide hybride ainsi que les phénomènes induits lors de son interaction avec les matériaux candidats à traiter. L'autre objectif est d'évaluer la capacité d'un tel jet à usiner les matériaux. L'acquisition d'une source laser doublé en fréquence est en cours pour la suite des essais.

2.2.2 - Axe 2 : Interactions jets complexes – matériaux
Sous axe 2.3 : Interaction jet fluide complexe – matériaux métalliques

Les travaux menés, dans ce projet, se situent dans le contexte industriel du post traitement de pièces de forme complexe, obtenues par fabrication additive. La problématique réside dans le fait que la rugosité de la pièce brute d'étude est de l'ordre de 100µm. Le besoin industriel exprimé par ARIANE ESPACE consiste à réduire la rugosité initiale à un niveau final qui doit se situer autour de 5□m. Les premières stratégies expérimentales mises en œuvre en utilisant notre outil breveté semble donner des résultats intéressants comparés à l'outil classique. Cela est dû au fait que l'énergie développée par le nouvel outil est répartie, de façon homogène, sur une surface plus grande (bande de 8 à 10mm de largeur au lieu de 2mm pour les outils classiques). Dans la phase présente, un démonstrateur a été réalisé sur une pièce de forme en tuyère représentative de l'application industrielle. Une phase est en cours de préparation pour optimiser le porcess.

Sous axe 2.4 : Interaction jet fluide complexe – matériaux ligneux poreux

Une thèse sur le thème de l'élaboration et usinage des matériaux agro composites bio sourcés (assemblage entre des fibres naturelles et des matrices polymères) est en cours mise en place en

codirection (A. TAZIBT) avec l'équipe I2MP de Mohamed El-MANSORI (directeur de la thèse, laboratoire MSMP à ENSAM Chalons). Ma contribution portera sur l'étude comportement du matériau agro composite lors de la coupe orthogonal en utilisant un outil inédit de jet d'azote supercritique basse température. En effet, malgré le fait que l'usinage cryogénique s'avère utile pour améliorer le cisaillement des fibres végétales en rigidifiant les fibres et la matrice, un tel traitement est susceptible d'introduire des molécules présentes dans le fluide à l'intérieur de la fibre végétale à cause de son caractère hydrophile. De ce fait, l'usinage cryogénique des agro composites nécessite une étude scientifique afin de mener une modélisation approfondie de ce procédé et ainsi de valider sa mise au point pour sa future intégration dans la chaine de fabrication industrielle des bio-composites. Ce projet peut conduire à un partenariat avec l'université de TEXAS A&M, notamment avec le l'institut TEES (TEXAS Engineering Experiment Station) dirigé par le professeur Satish Bukkapatnam.

2.2.3 - Axe 3 : Fabrication additive par projection à froid avancée
Sous axe 3.1 : Elaboration de surfaces et interfaces

Dans ce sous axe, le projet européen CO3 que nous avons remporté suite à un appel à projets Clean Sky 2/2018, et présenté précédemment, entre dans sa phase de réalisation depuis le 1er mars de l'année en cours. Pour rappel, ce projet vise à développer un démonstrateur de fuselage de train d'atterrissage. Ce démonstrateur est une pièce 3D de forme complexe, elle sera élaborée en matériau composite à base de polymère revêtu d'une couche métallique superficielle en cuivre ou en aluminium. Le besoin émane d'un groupement d'industriels européens du secteur de l'aéronautique qui souhaite tester les apports de nos technologies jet fluide, en termes de performance de la méthode de métallisation que nous avons proposée. Celle-ci est originale du point de vue de la stratégie qui combine le dépôt d'une première-couche métallique obtenue par implantation mécanique en sous-surface par projection d'un jet d'azote supercritique chargé de particules métallique. Ensuite, une seconde couche finale sera déposée par la méthode de cold spray à hautes pression sur la première couche. Les verrous résident dans la méconnaissance, a priori, des mécanismes d'adhérence de ce système complexe et la maitrise de l'hybridation des ceux méthodes sur une pièce 3D pilote grandeur réelle. Une autre stratégie de métallisation est également envisagée, à savoir tester l'apport du Cold Spray basse pression en assisté par un pré-dépôt par jet d'azote chargé.

2.3 Valorisation par les Brevets

Mes activités de recherche touchent à des domaines technologiques innovants et non conventionnels, où le niveau de maturité est souvent bas à moyen (TRL entre 2 et 5). Mon but est de poursuivre la dynamique de protection que j'ai engagée en 2016, avec le brevet international sur la seringue sans aiguille en collaboration avec la société CROSSJET, le brevet français sur l'outil de traitement superficiel par jet d'azote chargé de particules, l'extension de ce brevet au niveau international avec une revendication supplémentaire portant sur la métallisation des matériaux à base de polymère par l'outil jet d'azote supercritique chargé de particules. En complément de ces trois brevets, d'autres sont en cours de préparation notamment sur le « Procédé » de traitement superficiel d'aciers. Ce brevet sera conjoint TJFU/UL (LEM3). Un autre brevet « Procédé » sur l'obtention d'une topologie biocompatible pour les implants médicaux, en utilisant l'outil jet d'azote supercritique chargé de particules, est cours de préparation également, de façon conjointe TJFU/UHA (LPMT).

Références bibliographiques

- Alfille J.P., Pilot G., de Prunelle D., New pulsed YAG laser performances in cutting thick metallic materials for nuclear applications, Proceeding SPIE, 134–144, 1996
- Alvi F.S., Ladd J.A, Bower W.W., Experimental and Computational Investigation of Supersonic Impinging Jets, AIAA Journal, 40, 599-608, 2002
- Alvi F. S., Iyer K., Mean and Unsteady Properties of Supersonic Impinging Jets With Lift Plates, The 5th AIAA/ CEAS Aeroacoustics Conference, AIAA Journal, 1829, 1999
- Amar K. DE., Speer J. G., Matlock D. K., Murdock D. C., Mataya M. C., Comstock R. J. Jr, Deformation-Induced Phase Transformation and Strain Hardening in Type 304 Austenitic Stainless Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, 37A, 1875-1886, 2006
- Ammar Y., Swailes D., Bridgens B., Chen J., Influence of surface roughness on initial formation of biofilm, Surf. Coatings & Technol., 6, 284:410, 2015
- Anduze M., Etude expérimentale et numérique de micro-écoulements liquides dans les microsystèmes fluidiques, Sciences de l'ingénieur (physics), Inst. Nat. des Sci. Appl. de Toulouse, HAL, Feb 2016
- Azhari A., Schindler C., Kerscher E., Improving surface hardness of austenitic stainless steel using waterjet peening process, Int. Journal of Adv. Manuf. Tech., 63(9-12), 1035-1046, 2012
- Azhari A., Schindler C., Hilbert K., Godard C., Kerscher E., Influence of water jet peening and smoothing on the material surface and properties of stainless steel 304, Int. Journal of Adv. Manuf. Tech., 63(9-12), 1035-1046, 2014
- Baker D.W., Liu X., Weng H., Luo C., Tang L., Fibroblast/fibrocyte: surface interaction dictates tissue reactions to micropillar implants, BioMacromolecules, 12(4), 997-1005, 2011
- Banov A. Paints and Coatings Handbook, Structures Publishing Company, Farmington, 1973
- Bellón J.M., Contreras L.A., Buján J., Palomares D., Tissue response to polypropylene meshes used in the repair of abdominal wall defects, Biomaterials, Apr - May, 19(7-9)669, 1998
- Biehler J., Hoche H., Oechsner M., Corrosion properties of polished and shot-peened austenitic stainless steel 304L and 316L with and without plasma nitriding, Surf & Coat. Tech. 313, 40-46, 2017
- Bitter J.G.A., A study of erosion phenomena part I, Wear., vol. 6, Issue 1, Jan – Feb, 5-21, 1963
- Black J.M, Mraz E.A. Inorganic Surface Treatments for Weather-Resistant Natural Finishes, Research Paper FPL – 232, USDA Forest Service, Madison, 1974
- Borcia C., Punga I.L., Borcia G., Surface properties and hydrophobic recovery of polymers treated by atmospheric-pressure plasma, Appl. Surf. Sci., vol. 317, 103-110, 2014
- Bowne F.L. Wood Properties and Paint Durability, U.S. Department of Agriculture Forest Service, Forest Products Laboratory, Madison, 1962
- Branam R., Mayer W., Characterization of Cryogenic Injection at Supercritical Pressure, Journal of Propulsion and Power, 19(3), 342-55, 2003
- Cakmak E., S Vogel. C., Choo H., Effect of Martensitic Phase Transformation on the Hardening Behavior and Texture Evolution in a 304L Stainless Steel under Compression at Liquid Nitrogen Temperature, Mat. Sci. and Eng. A589, 235-241, 2014
- Cao H., Mchugh K., Chew S.Y., Anderson J.M., The topographical effect of electrospun nanofibrous scaffolds on the in vivo and in vitro foreign body reaction, J. Biomed, Mat. Res., 1151-9, 2010
- Chillman A., Ramulu M., Hashish M., Waterjet peening and surface preparation at 600 MPa: a preliminary experimental study, J. of Fluid Eng., 129(4), 485-490, 2007
- Daimon M., Masumura A., Measurement of the refractive index of distilled water from the near-infrared region to the ultraviolet region, Appl. Opt. **46**(18), 3811–3820, 2007
- Davarpanah A, Hemat A.H., Larki M., Coating Removal Techniques In Aerospace Industrie, Journal of Powder Metallurgy & Mining, 2017
- Ding X. Z., Liu X. H., Grain size dependence of anatase-to-rutile structural transformation in gel-derived nanocrystalline titania powders, J. of Mat. Sci. Letters, Vol.15, p.1789-1791, 1996
- Donaldson C. D., Snedecker R., A Study of Free Jet Impingement - Part 2 : Free Jet Turbulent Structure and Impingement Heat Transfert, J. of Fluid Mech., 45(3), 477-512, 1971
- Drew D.A., Annual. Rev. Fluid Mech., 261, 1983

- Dupont A., Caminat P., Enhancement of material ablation using 248, 308, 532, 1064 nm laser pulse with a water film on the treated surface, J. of Appl. Phy., 78, 2022–2028, 1995
- Dymond J. H., R. Malhotra, The Tait equation: 100 years on, Int. J. Thermophys. **9**(6), 941–951, 1988
- Eisenberg H., Equation for the refractive index of water, J. Chem. Phys. **43**(11), 3887–3892, 1965
- Elbing F., Anagreh N., Dorn L., Dry ice blasting as pretreatment of aluminum surfaces to improve the adhesive strength of aluminum bonding joints, Int. J. of Adhesion and Adhesives 23, 69-79, 2003
- Feng Y., Jianming W., Feihong L. Numerical Simulation of Single Particle Acceleration Process by SPH Coupled FEM for Abrasive Waterjet Cutting, Int J. of Adv Manuf Technol 59:193-200, 2012
- Fredj N. B., Sidhom H., Braham C., Ground surface improvement of the austenitic stainless steel AISI 304 using cryogenic cooling, Surf. and Coat. Tech., 200(16-17), 4846-4860, 2006
- Gale, F., Robbins, J.C., "Removal of Interior Coatings at the Statue of Liberty." Bulletin of the Association for Preservation Technology 16, no. 3/4, 63-65, 1984
- Gey N., Petit B., Humbert M., Electron Backscattered Diffraction Study of ε/α'Martensitic Variants Induced by Plastic Deformation in 304 Stainless Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 36A, 3291-3299, 2005
- Ghanegaonkar P. M., Ramanujachari V., Vijaykant S., Experimental Investigation on Supersonic Jet Impingment, Indian J. of Eng. and Mat. Sci., 11, 100-106, 2004
- Guntner C. J., Reed R. P., Martensitic Transformation Products and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels at Low Temperatures, Advances in Cryogenic Eng., 7, 500-502, 1962
- Gutierrez H, Portman T, Pershin V, Ringuette M. Evaluation of biocidal efficacy of copper alloy coatings in comparison with solid metal surfaces: generation of organic copper phosphatenano flowers, J. Appl. Microbiol. 114 (3), 680–687, 2013
- Hacini L., Le N. V., Bocher P., Effect of impact energy on residual stresses induced by hammer peening of 304L plates, J. of Mat. Processing Tech., 208, 542-548, 2008
- Hashish M., A modelling for abrasive water jet machining, Flow Industries Research, ASME, 111, 154-162, USA, April 1989
- Harvey A. H., Gallagher J. S., Revised formulation for the refractive index of water and steam as a function of wavelength, temperature and density, J. Phys. Chem. Ref. Data **27**(4), 761–774, 1998
- Henderson B., The connection between sound production and jet structure of the supersonic impinging jet, J. of Acoustical Soc. of America 111(2), 735-47, 2002
- Hock K., Adelmann B., Hellmann R., Comparative study of remote fiber laser and water-jet guided laser cutting of thin metal sheets, Phy. Procedia, vol.39, p.225-231, 2012
- International Association for the Properties of Water and Steam, Release on Refractive Index of Ordinary Water Substance as a Function of Wavelength, Temperature and Pressure, 1997
- Kartal S.N, Terzi E. Removal of Nano and Micronized-Copper from Treated wood by Chelating Agents, International Research Group on Wood Protection, IRG/WP/13-50294, 2013
- Kim T., Kim Y., Kim S. K., Numerical Study of Cryogenic Liquid Nitrogen Jets at Supercritical Pressures, Journal of Supercritical Fluids, 56, 152–163, 2011
- Kim J-H., Kim S-K., Lee C-S., Kim M-H., Lee J-M., A constitutive equation for predicting the material nonlinear behavior of AISI 316L, 321, and 347 stainless steel under low-temperature conditions, Int. J. of Mech. Sci. 87, 218-225, 2014
- Kim H., Murakami H., Effects of surface topography on the connective tissue attachment to subcutaneous implants, Int. J. Oral Maxillofac. Implants., May-June 21, 354-65, 2006
- Kirts, R., Stone, P., Paint removal using cryogenic processes. Naval Civil Engineering Laboratory Technical Note, 29-07139, 1992
- Klosterhalfen B., Junge K., Klinge U., The lightweight and large porous mesh concept for hernia repair, Expert Rev. Med. Devices, Jan, 2(1):103-17, 2005
- Kolind K., Dolatshahi A., Pirouz, Lovmand J., A combinatorial screening of human fibroblast responses on micro-structured surfaces, Biomaterials., 31, 9182, 2010
- Krothapalli A., Rajkuperan E., Alvi F., L. Lourenco, Flow Field and Noise Characteristics of a Supersonic Impinging Jet, Journal of Fluid Mechanics, 392, 155-181, 1999
- Kumagai M., Akita K., Imafuku M., Ohya S. I., Workhardening and the microstructural characteristics of shot and laser-peened austenitic stainless steel, Mat. Sci. and Eng. A608, 21-24, 2014

- Kruml T., Polak J., S. Degallaix, Microstructure in 316LN Stainless Steel Fatigued at Low Temperature, Mat. Sci. and Eng., A293, 275-280, 2000
- Kruusing A., Underwater and water-assisted laser processing: Part 1 - General features, steam cleaning and shock processing, Optics and Lasers in Engineering 41, 307–327, 2004
- Lai J., Sunderland B., Xue J., Yan S., Zhao W., Folkard M., Study on hydrophilicity of polymer surfaces improved by plasma treatment, Appl. Surf. Sci., 252, 3375-3379, 2006.
- Lamont P. J., Hunt B. L., The Impingement of Underexpanded, Axisymmetric Jets on Perpendicular and Inclined Flat Plates, J. of Fluid Mech., 100 (3), 471-511, 1980
- Launder B. E., Spalding D. B., The Numerical Computation of Turbulent Flows, Computer Methods In Applied Mechanics And Engineering, 3, 269-289, 1974
- Lebedev A. A., Kosarchuk V. V., Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels, Int. J. of Plasticity 16, 749-767, 2000
- Liu R, Ruddick J.N.R, Jin L. The Influence of Copper (II) Chemicals on the Weathering of Treated Wood, Part I. ACQ Treatment of Wood on Weathering, International Research Group on Wood Preservation, IRG/WP/94-30040, 1994
- Lucia P, Jaroslav H, Vit, K. Increase of wettability of soft- and hardwoods using microwave plasma. International Journal of Adhesion & Adhesives. 45, 125-131, 2013
- Mayer W., Telaar J., Branam R., Schneider G., Raman Measurements of Cryogenic Injection at Supercritical Pressure, Heat and Mass Transfer, 39, 709-719, 2003
- Mitchell D., Honnery D., J. Soria, Optical Measurements in Free and Impinging Underexpanded Jets, The 13th Int Symp on Application of Laser Techniques to Fluid Mechanics, 2006
- Mullick S., Madhukar Y. K., Roy S., Nath A. K., Development of a Water-Jet Assisted Underwater Laser Cutting Process, World Academy of Sci., Eng. and Tech., Int J of Industrial and Manufacturing Eng., Vol:7, No:4, 2013
- NASA Space Flight Awareness Supplier Award, NITROCISION, March 25, 2005
- NitroJet-Unique technology for the Aeronautics Industry, NITROCISION, SAE Aerospace Conf., sept 2004 in St. Louis, MO, October 11, 2004
- Olson G.B., Cohen M., A Mechanism for the Strain-Induced Nucleation of Martensitic Transformations, J. of the Less Common Metals, 28, 107-118, 1972
- Olson G.B, Cohen M., Kinetics of Strain-Induced Martensitic Transformation, Metallurgical Transaction A. 6A, 791-795, 1975
- Oschwald M., Schik A., Supercritical Nitrogen Free Jet Investigated by Spontaneous Raman Scattering, Experiments in Fluids, 27, 497-506, 1999
- Petit B., Gey N., Cherkaoui M., Bolle B., Humbert M., Deformation Behavior and Microstructure/Texture Evolution of an Annealed 304 AISI Stainless Steel Sheet, Experimental and Micromechanical Modeling, Int. J. of Plasticity, 23, 323-341, 2007
- Phalnikar K. A., Kumar R., Alvi F. S., Experiments on Free and Impinging Supersonic Microjet,. Experiments in fluids, 44, 819-830, 2008
- Pophali A., Interaction Between a Supersonic Jet and Tubes in Kraft Recovery Boilers, Thèse de Doctorat, Dep. of Chem. Eng. and Appl. Chem. Univ. of Toronto, 2011
- Porter J.A., Louhisalmi Y.A., Karjalainen J.A., Füger S., Cutting thin sheet metal with a water jet guided laser using various cutting distances, feed speeds and angles of incidence, Int J. of Advanced Manufacturing Tech., Vol 33, Issue 9–10, pp 961–967, July 2007
- Pundir B., Dhanak M., Surface Pressure Fluctuations Due to an Impinging Supersonic Underexpanded Jet, The 48th AIAA Aerospace Sciences Meeting, 107, 2010
- Rabek J.F., Photo stabilization of Polymers: Principles and Application, Elsevier, London, 1990
- Rahimi M., Owen I., J Mistry., Impingement heat transfer in an under-expanded axisymetric air jet, Int. J. of Heat and Mass Transfer, 46, 263-272, 2003
- Richerzhagen B., Housh R., Wagner F. R. Water jet guided laser cutting: a powerful hybrid technology for fine cutting and grooving, Advanced Laser Appl Conf & Exposition, Synova, Jan, 2004
- Richerzhagen B., Brevet n°WO9956907 Material shaping device with a laser beam which is injected into a stream of liquid, 1999

- Rotella G., Dillon O. W. Jr, Umbrello D., L., The effects of cooling conditions on surface integrity in machining of Ti6Al4V alloy, The Int. J. of Adv. Manuf. Tech., 71(1-4), 47-55, 2014
- Sanders J. E., Bale S. D., Tissue response to microfibers of different polymers: polyester, polyethylene, polylactic acid, and polyurethane. J. Biomed. Mat. Res. 62, 222-227, 2002
- Samih Y., Bolle B., Dong C., Grosdidier T., Thermomechanical surface treatments of austenitic stainless steels and their effects on subsequent nitriding during "Duplex" treatments, Thèse de Doctorat, Univ. de Lorraine, Metz, 2014
- Sanders J.E., Stiles C.E., Hayes C.L., Tissue response to single-polymer fibers of varying diameters: evaluation of fibrous encapsulation and macrophage density, J. Biomed. Mat. Res., 52, 231-7, 2000
- Schmidlin P.R., Stawarczyk B., Wieland M., Attin T., Effect of different surface pre-treatments and luting materials on shear bond strength to PEEK, Dent. Mater., 26(6), 553-9, 2010
- Seetharaman V., Krishnan R., Influence of the Martensitic Transformation on the Deformation Behaviour of an AISI 316 Stainless Steel at Low Temperatures, J. of Mat. Sci., 16, 523-530, 1981
- Shipway P. H., Weston D. P., Thermal effects in blasting and erosion of polymeric materials, J. of Mat. Processing Tech. 209, 6161-6167, 2009
- Singh J., Influence of Deformation on the Transformations of Austenitic Stainless Steels, J. of Mat. Sci., 20 (9), 3157-3166, 1985
- Strawbridge, A., Evans, H.E., Mechanical failure of thin brittle coatings. Engineering Failure Analysis. Volume 2, Issue 2, 85-103, 1995
- Sun Y., Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel, Tribology International 57, 67-75, 2013
- Tanaka M., Recommended table for the density of water between, Handbook of Chemistry and Physics, 79th ed. (CRC-Press, 1999), Chap. 6. 20M, 1999
- Tao K., Brown D. W., Vogel S. C., Choo H., Texture Evolution during Strain-Induced Martensitic Phase Transformation in 304L Stainless Steel at a Cryogenic Temperature, Metallurgical and Materials Transactions A, A37, 3469-3475, 2006
- Tian F., Hosseinkhani H., Hosseinkhani M., Khademhosseini A., Quantitative analysis of cell adhesion on aligned micro- and nanofibers, J. Biomed Mater. Res., Feb, 84(2), 291-9, 2008
- Uehara K., Kumagai S., Chip formation, Surface Roughness and Cutting Force in Cryogenic Machining, Annals of CIRP 17(1), 409-416, 1968
- Vaesken A., Pelle A., Pavon-Djavid G., Rancic J., Chakfe N., Heim F., Heart valves from polyester fibers: a preliminary 6-month in vivo study, Biomed. Tech., Jun 27, 63, 271-278, 2018
- Weibel G. L., Ober C. K., An overview of supercritical CO2 applications in microelectronics processing, Microelectronic Eng. 65, 145-152, 2003
- Williams R.S. Weathering of wood, in: R. Rowell (Ed.), Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites, CRC Press, Boca Raton, 139–185, 2005
- Xie Y, Xiao Z, Grueneberg T, Militz H, Hill CAS, Steuernagel L, Effects of chemical modification of wood particles with glutar aldehyde and 1,3- dimethylol-4,5-dihydroxyethyleneurea on properties of the resulting polypropylene composites. Compos Sci Technol. 70, 2003-11, 2010

Brevets :

- Hume H., Warnecke R., Palmer G., Fekete L.,; System and method for Delivering Cryogenic Fluid, US patent 20080099582 A1, December 18, 2007, issued May 1, 2008
- Hume H., Warnecke R., Palmer G., Fekete L System and method for delivering cryogenic fluid, US Patent Application: 20060053165, Kind Code A1, NitroCision LLC, Idaho Falls, March 9, 2006

Annexes

Copie des 3 Publications les plus significatives, 2 Brevets,
Lettre du directeur du Carnot ICEEL

Denis ROIZARD
Directeur de l'institut Carnot ICEEL
Directeur de Recherche au CNRS
courriel: Denis.Roizard@univ-lorraine.fr
Tél: +33 (0) 3 7274 3795

Objet: Soutien de la candidature à l'HDR
de M. Abdel TAZIBT

Nancy, le 22/12/2019

L'institut Carnot ICÉEL a été constitué en 2007 autour de 23 composantes scientifiques et technologiques historiquement en Lorraine, soit principalement 13 laboratoires de l'Université de Lorraine et 6 centres technologiques (CRITTs et CTIs) du Pôle de Recherche et de Transfert de Technologies (PRETT). C'est dans cet environnement de composantes d'excellence portant le label CARNOT que j'ai fait la connaissance de M. Tazibt, responsable R&D au sein du Critt Jet Fluide et Usinage (TJFU) à Bar le Duc.

J'ai pu constaté et apprécié que loin d'être un scientifique isolé dans un centre technologique de pointe, M. Tazibt était un chercheur très actif qui avait développé au fil de sa carrière un réseau de collaborations avec plusieurs laboratoires en Lorraine, notamment LMOPS, LEM3, LERMAB, LRGP, LEMTA, IJL, et même au-delà, en Alsace, IS2M, LPMT, ainsi qu'au Luxembourg, en Italie et aux USA.

Le Carnot ICEEL a été pour M. Tazibt une nouvelle opportunité pour pousser son domaine de spécialité sur les matériaux, opportunité qu'il a bien saisie pour développer de nouvelles collaborations académiques. Ses compétences et domaines d'applications recouvrent la fonctionnalisation de la surface des matériaux par des méthodes de type jets fluides et la compréhension des phénomènes induits en termes d'effets mécaniques, thermiques et structuraux. Ces nouvelles collaborations ont d'ailleurs permis à M. Tazibt de porter plusieurs projets de recherche à relativement bas TRL (<5) et de les faire financer par les Carnot ICEEL, MICA et ARTS.

Ses qualités de chercheur, d'animation scientifique, son intérêt tant pour des sujets amont que des sujets aval, sa vision en termes d'applications potentielles font de M. Tabizt un scientifique accompli.
C'est pourquoi je soutiens pleinement sa démarche académique qui l'amène maintenant à postuler à l'Habilitation à Diriger des Recherches.

Pour faire valoir ce que de droit,

Denis Roizard
Directeur de l'institut Carnot ICÉEL

ICÉEL Institut Carnot centré sur l'Énergie et Environnement – UMS CNRS3653
ENSIC, 1 rue Grandville BP 20451 54501 Nancy Cedex
Tél. +33 (0)3 7274 3667 https://iceel.eu/

Université d'Ottawa
Faculté de génie

Département de
Génie Mécanique

uOttawa
L'Université canadienne
Canada's university

University of Ottawa
Faculty of Engineering

Department of
Mechanical Engineering

Ottawa

Le 24 Novembre 2020

Rapport sur le mémoire présenté par Tazibt Abou-el-foutouh

en vue de l'obtetion du diplôme d'Habilitation à Diriger des Recherches

de l'Université de Lorraine

Monsieur Tazibt Abou-el-foutouh, Directeur recherche et innovation (CRITT TECHNIQUES JET FLUIDE ET USINAGE (TJFU), ICEEL) a soumis un document de synthèse de ses activités en vue de l'obtention du diplôme d'Habilitation à Diriger des Recherches dont j'ai eu copie, pour évaluation.

Le mémoire intitulé « Approche multi-physique des relations Procédés Jets fluides - Propriétés Matériaux- De l'étude des phénomènes à la valorisation et au transfert au monde socio-économique », comporte 3 chapitres (Le dossier personnel, Le dossier recherche, Le projet de recherche), une section références bibliographiques et des annexes. Le document présente une synthèse de l'ensemble des activités de recherche, d'enseignement et de responsabilités collectives, incluant une liste de publications et exemples et des efforts d'encadrements/supervision. Le document décrit en détails les domaines de compétences du candidat et les principaux résultats de ses travaux dans les divers axes de recherche explorés depuis plus de dix ans.

Le candidat est directeur recherche et innovation du CRITT TJFU, directeur du Laboratoire Jets Fluides Complexes & Matériaux, Carnot ICÉEL, responsable des programmes de recherche industrielle et des collaborations avec les équipes académiques et responsable des stages de formation par la recherche (Doctorats, Masters) « Traitements des matériaux par les procédés jets fluides complexes impactant » depuis 2007. Il a préalablement obtenu un diplôme postdoctoral de l'Université des Sciences et Techniques de Lille - École des Mines de Douai portant sur la « Mécanique des micro-jets poly-phasiques en écoulement supersonique » après avoir obtenu un doctorat en Mécanique, de l'Université des Sciences et Techniques de Lille portant sur l'« Étude théorique et expérimentale du processus d'accélération de

particules abrasives dans un jet d'eau sous très haute pression – Interaction avec le matériau à découper ». Ces deux diplômes forgeront les principaux domaines et axes de recherche du candidat.

Les activités d'enseignement du candidat sont décrites dans le document et laissent voir son désir profond de transmission des connaissances et de formation de la future génération, par des investissements en effort et en temps considérables, ainsi que des contributions administratives pour la collectivité. Le document laisse transpirer un dévouement important pour la société et la croissance des connaissances pour le bien commun à travers les multiples transferts et valorisations technologiques.

Le dossier de recherche se résume en deux parties qui sont inter reliées. En premier lieu, du point de vue plus fondamental et plus relié au développement des procédés sont présentées les méthodes d'étude de milieux fluides complexes impactant. Par exemple le micro jet d'eau abrasif à basse pression, le jet d'eau sous pression guidant un laser de puissance et le jet d'azote cryogénique supercritique. Le développement de ces procédés innovateurs (en particulier le jet d'eau guidant un laser) passe nécessairement par la compréhension des processus fondamentaux et donc des efforts de modélisation ont été entrepris. Les résultats des efforts de modélisations ont permis l'identification des processus fondamentaux ainsi que des paramètres guidant les procédés et ont conduit au développement de certains concepts d'outils jets fluides originaux qui ont ainsi pu être développés sous forme de prototypes pour fin de validation et démonstration ayant été utilisés dans des projets applicatifs et de transferts. En second lieu, le candidat aborde de possibles et prometteuses approches visant les traitements de surface. Ces approches offrent la possibilité de modifier la microstructure, les propriétés mécaniques, chimique et physiques des surfaces par activation sous la sollicitation d'un jet donné, développé dans la première partie. Il s'agit donc de la partie 'appliquée' du développement des procédés de la première partie. Quelques exemples d'études de cas à fort potentiel de transfert sont présentés : le jet d'eau laser pour traiter les alliages d'acier et de titane, le jet d'azote supercritique pour modifier les substrats métalliques, décaper un revêtement multi-matériaux, conférer aux matériaux ligneux (bois) des propriétés physiques et chimiques antibactériennes, texturer un polymère biocompatible pour le rendre peu propice à la fixation de cellules biologiques en vue de la fonctionnalisation de prothèses valvulaires. Tous ces exemples démontrent clairement la pertinence des travaux effectués et des axes de recherche.

Vient ensuite la présentation du projet de recherche qui comprend deux volets. Le premier volet est dévoué à la poursuite logique des travaux déjà entrepris et prometteurs dans les deux axes présentés auparavant. De plus, il est proposé d'enrichir la recherche par l'addition d'un nouveau thème de traitement dont la faisabilité de la recherche a été apportée dans le cadre d'un récent stage de master recherche. Cependant, le thème est confidentiel car il fait actuellement l'objet d'une demande de brevet, ce qui réduit malheureusement cette importante nouvelle contribution à l'état quasi-spéculatif, ce qui est dommage car il apparait important d'avoir aussi un nouveau thème solide. Le second volet proposé porte sur une nouvelle approche de l'interaction jet - matériau. Il est prévu mener des travaux sur l'étude et le développement de surfaces par dépôt de couches successives de matière par projection dynamique à froid dite Cold Spray, en couplant de façon originale la technique avec celle du jet d'azote supercritique utilisée comme procédé de préparation de surface. Ce nouvel axe ambitieux s'attaquera aux

problématiques relatives à la métallisation des polymères et composites pour la conduction électrique (protection antifoudre en aéronautique, blindage électromagnétique), la tenue anticorrosion en milieux agressifs (haute température, acide, pression), la fabrication additive de pièces de grandes dimensions.

En résumé, il apparait que globalement, les axes proposés ont un grand potentiel de transfert et les travaux proposés favoriseront une meilleure compréhension des mécanismes de modification de la surface des matériaux traités ainsi qu'une maitrise des phénomènes fluidiques complexes. Le candidat possède les connaissances, l'accès aux outils et au personnel hautement qualifié pour mener à bien l'ensemble des travaux proposés, avec une feuille de route impressionnante. Il me fait donc plaisir de recommander positivement que le mémoire soit présenté devant comité pour examen final pour l'obtention du diplôme d'Habilitation à Diriger des Recherches.

Amicalement,

Bertrand Jodoin

Bertrand Jodoin

Professeur, Département de Génie Mécanique

Université d'Ottawa

Rapport sur le mémoire de Monsieur Abdel, Abou EL-Foutouh TAZIBT intitulé :
« Approche multi-physique des relations Procédés Jets fluides – Propriétés Matériaux »

Mémoire rédigé en vue de l'obtention de
l'habilitation à diriger des recherches de
l'Université de Lorraine.

Rapport rédigé par :
Pascal LAFON, Professeur des universités.
Université de Technologie de Troyes
Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée (LASMIS)
12 Rue Marie Curie, CS42060 10004 TROYES CEDEX

M. Tazibt, est actuellement directeur recherche et innovation du CRITT Techniques Jet Fluide et Usinage (TJFU). Il a obtenu un doctorat en 1995 de l'université des sciences et techniques de Lille portant sur l'étude théorique et expérimentale du processus d'accélération de particules abrasives dans un jet d'eau sous très haute pression. Après deux années de post-doctorat à l'École des Mines de Douai, il a intégré en 1999 le CRITT TJFU en tant que responsable du département usinage non conventionnel, et occupe depuis 2007 le poste de directeur recherche et innovation. En parallèle M. Tazibt a assumé des activités d'enseignement à l'INP Lorraine et dans le centre de Chalons en Champagne d'Arts et Métiers Paristech. Il a également été coordinateur auprès de la Délégation Régionale de la Recherche et de la technologie d'un programme de transfert de technologie dans le cadre du CPER 2015/2020, et également responsable scientifique depuis 2015 d'un laboratoire de recherche commun entre le CRITT M2T et le Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF).

Dans ce mémoire long de 107 pages, très clairement présenté, richement illustré et structuré en 3 parties, Mr Tazibt, dresse un bilan précis et synthétique de 25 ans d'une importante activité couvrant tout le cycle recherche, valorisation et transferts de technologies.

La première partie regroupe le curriculum vitae et un bilan complet des activités d'enseignement d'administration et de recherche et de transferts de technologies avec des indicateurs chiffrés (encadrements, publications, contrats et projets de recherche). M. Tazibt totalise ainsi 16 publications dans des revues internationales, 17 communications dans des congrès et conférences ainsi que 3 brevets. Ses travaux l'ont conduit à co-encadrer 6 doctorants dont 5 ont soutenus pour un pourcentage total d'encadrement de 200%, et 14 stagiaires de master. M. Tazibt a été étroitement impliqué dans de nombreux projets collaboratifs : dans 3 projets européens comme responsable scientifique des activités de valorisation, dans 6 projets nationaux (ANR, ADEME et FUI) dont 2 projets ANR comme coordinateur et dans 10 projets (dont 6 comme coordinateur) financés soit par les collectivités territoriales soit dans le cadre du Carnot ICEEL. Finalement M. Tazibt présente sa démarche pour le transfert de technologie, démarche illustrée par 6 projets aboutis de transferts de technologies avec le CEA LETI (micro perçage de wafer), MBDA missilier (démantèlement de missiles), CROSSJECT (développement d'une buse d'injection pour seringue sans aiguille), LISI Aerospace (nettoyage de pièce de forge), Fives Stein Manufacturing et WIG (décapage propre).

La seconde partie présente de manière plus détaillée un bilan des travaux réalisés et conduits par M. Tazibt. Cette synthèse est articulée autour de 2 axes. Le premier concerne l'étude des propriétés des jets fluides complexes impactant et le second celle de l'interaction entre ces jets et les matériaux impactés.

Dans le premier axe, trois types de jets sont étudiés. Les jets d'eau abrasifs à basse pression dont l'application principale est la découpe de précision de matériaux durs et fragiles, matériaux difficiles à usiner avec des moyens conventionnels. Ici le verrou scientifique résidait dans la détermination et la maîtrise des conditions permettant le mélange des particules abrasives avec le jet d'eau. La démarche développée s'appuie sur une modélisation analytique calée et comparée avec des simulations numériques. Ces travaux ont permis de concevoir un prototype d'outil de micro perçage de wafer en silicium. Le second type de jet, est un jet d'eau sous pression gainant un laser de puissance dont l'application principale et le découpage de matériaux thermosensibles, permettant de préserver les caractéristiques du matériau découpé et de diminuer significativement les déchets (pas de particules abrasives à traiter). Cette technologie de jet originale est développée depuis 2006 et nécessite de caractériser les propriétés optiques de l'eau à haute pression et de maitriser les couplages multi-échelles depuis les variations de longueur d'onde du LASER à l'échelle nanométrique jusqu'à l'échelle méso de la chambre de couplage. La démarche développée ici s'appuie sur des modélisations de l'indice de réfraction de l'eau et des phénomènes hydrodynamique dans la chambre de couplage et des expérimentations pour l'indice de réfraction de l'eau. Là encore ces travaux ont donné lieu au développement d'un prototype à basse pression pouvant permettre d'envisager un prototype à haute pression. Le troisième type de jet concerne les jets d'azote cryogénique supercritique à haute pression. Cette activité se développe depuis 2005 à partir d'une installation unique en Europe mise en place au CRITT TJFU. Les applications envisagées concernent le décapage, l'ablation et le traitement de surface. Pour caractériser et étudier les propriétés de ce type de jet, M. Tazibt s'appuie sur des simulations numériques mettant en évidence la structure du jet, un banc d'essai avec une source nitrogénique et des

moyens de captations adaptés (caméra rapide). L'outil développé a fait l'objet d'un brevet et est utilisé aujourd'hui dans des projets applicatifs et de transfert pour du décapage et du traitement de surface.

Le second axe des activités de recherche concerne l'interaction avec différents types de matériaux impactés par le jet d'eau et LASER et les jets d'azote. Les essais développés avec l'outil hybride jet d'eau LASER ont permis de mettre en évidence sur des aciers inoxydables (301L) et des alliages de titane (TA6V) des réactions d'oxydation ou de changement de phase induisant la formation de microstructures au niveau de la surface de la découpe. De même dans le cas de jet d'azote supercritique, les effets des impacts sont caractérisés sur un alliage d'aluminium. On obtient ainsi une formation de micro cratères sur la surface impactée, cet état de surface favorisant l'adhérence de revêtement de type cold spray. Le décapage de cuivre revêtu de polymères via de ce type de jet est étudié avec la mise en évidence de l'influence de la conductivité thermique du substrat sur l'opération de décapage. Une application à la découpe de bois avec des jets d'azote supercritique chargé de particules est également développée. L'étude montre un effet bénéfique sur la durabilité du bois vis à vis du vieillissement et des attaques fongiques. Ces jets d'azote supercritique sont aussi utilisés pour fonctionnaliser des polymères avec une application dans le biomédical pour des valves cardiaques. La maîtrise de la formation de micro cratères à la surface du polymère via les paramètres du procédé permettant de diminuer la formation de fibroblaste.

Dans la troisième partie de son mémoire M. Tazibt développe son projet de recherche, ce projet s'inscrivant dans la continuité des travaux précédents et tout en s'élargissant sur le thème de la fabrication additive par projection à froid. Ainsi M. Tazbit souhaite poursuivre les développements en mettant l'accent sur les applications des jets d'azote supercritique chargé de particules pour des applications sur des matériaux biocompatibles à base de titane, mais également sur des matériaux textiles fibreux ou hybrides (tissés et non tissés) pour des valves aortiques. Le traitement des bois par incorporation de particules de cuivres via des jets d'azote chargé sera également poursuivi. A ces activités M. Tazibt souhaite ajouter développer une technologie de fabrication additive par projection à froid hybridée avec des procédés plus conventionnels comme le dépôt de matière métallique par fil LASER, la stratoconception ou le cold spray. Pour conclure cette partie des actions de transferts potentiels sont identifiées.

M. Tazibt démontre dans ce mémoire qu'il a su développer une expertise scientifique et technologique reconnue, y compris à l'échelle internationale, dans le domaine des jets de fluides complexes, de la maîtrise de leurs propriétés et de leurs applications dans le domaine du découpage et du traitement de surface. Cela est d'autant plus remarquable que le parcours de M. Tazibt est tout à fait original dans l'éco système du monde de la recherche académique et du transfert de technologie.

Les activités de recherche de M. Tazibt sont bien valorisées, par des publications scientifiques, des thèses soutenues et de nombreux projets collaboratifs. Les résultats obtenus par M. Tazibt sont tout à fait significatifs, particulièrement dans le domaine du transfert de technologies avec des originalités fortes (jet d'azote supercritique chargé de particules, dispositif d'injection sans aiguille). Le rôle moteur et coordinateur pour de nombreux projets collaboratifs que joue M Tazbit atteste clairement d'une capacité à identifier des problèmes scientifiques et à concevoir et mettre en œuvre une démarche effective pour apporter des solutions à ces problématiques. Dans cette démarche M. Tazibt montre également sa capacité à travailler en étroite collaboration avec plusieurs équipes de recherche universitaires (LEM3, LERMAB, LMOPS, LPMPT), des centres de transferts de technologies (CIRTES, CRT CM2T, CRITT MDTS) et de nombreux industriels. Les perspectives de travail sont riches mais claires et associées pour chacune d'entre elle à des partenariats pertinents avec des moyens identifiés.

En conclusion, au vu de l'importance, de la qualité et de la nature des travaux présentés dans ce mémoire démontrant clairement les capacités à développer et encadrer des activités de recherche de valorisation et de transferts de technologies, j'émets un avis très favorable afin que ces travaux soient présentés publiquement en vue de l'obtention de l'habilitation à diriger des recherches de l'Université de Lorraine.

Troyes le 27 novembre 2020

P. LAFON

Professeur des universités.
Université de Technologie de Troyes.

Rapport sur le mémoire de thèse présenté par

Monsieur Abdel TAZIBT

Pour l'obtention de

l'habilitation à diriger les recherches (HDR) de l'Université de Lorraine

Par

Caroline Richard

Professeur, Université de Tours

Le rapport de synthèse présenté par **Mr A. Tazibt** s'intitule : « Approche multi-physique des relations Procédés Jets fluides - Propriétés Matériaux. *De l'étude des phénomènes à la valorisation et au transfert au monde socioéconomique* ». Il se présente sous la forme d'un volume de 107 pages divisé en une introduction générale de 2 pages, suivie de trois grands chapitres et d'une conclusion générale. Le premier chapitre de 42 pages décrit son curriculum vitae. Le deuxième chapitre (45 pages) composé de deux sous-chapitres donne une description de l'activité effectuée soit les deux axes majeurs de cette activité recherche qui concernent l'étude et développement d'outils jets fluides complexes impactant et l'étude des interactions jets fluides complexes – matériaux. Le troisième chapitre (7 pages) est focalisé sur les perspectives envisagées à court, moyen et long termes. Le rapport se termine par une partie annexe regroupant 3 articles emblématiques, deux brevets ainsi qu'une lettre de recommandation du directeur de l'institut Carnot ICÉEL.

La quasi-majorité du travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au CRITT TJFU (Jet Fluide et Usinage) ; **Mr A. Tazibt** en est d'ailleurs le directeur de recherche et de l'innovation depuis 2007 après avoir été le responsable du département Usinage non conventionnel Jet fluide depuis le début des années 2000.
Il exerce de nombreuses responsabilités en tant qu'expert technologique au Commissariat d'Investissement à l'Innovation et à la Mobilisation Economique (C2IME Metz). Il est aussi responsable scientifique du laboratoire commun SURFO'3M en partenariat avec le CRITT M2T (Nancy) et le Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF Sèvres) ou encore coordinateur auprès de la Délégation Régionale de la Recherche et de la Technologie (D2RT), dans le cadre du Contrat de Projet Etat Région (CPER) 2015/2020. Il est souligné qu'il a participé à la création de laboratoire commun ou plateforme. Il est parfaitement impliqué dans le tissu socio-économique de sa région.

De ce fait, **Mr A. Tazibt** a participé et conduit de très nombreux projets de recherche collaboratifs tant internationaux que nationaux. On note trois projets européens H2020, Interreg et PCRDT et 19 projets nationaux de types ANR, FUI et Ademe. Ses capacités de

Université de Tours, GREMAN UMR CNRS 7347
Polytech Tours- Département Mécanique et Systèmes. - 7, Avenue Marcel Dassault - 37200 TOURS

Tél. 02 47 36 13 36 ou 02 47 36 13 22 - Fax 02 47 36 13 11

management, d'animation sont donc indéniables et il est bien montré sa connaissance de l'organisation de la recherche tant académique qu'industrielle en région Grand Est, son souci d'internationaliser ses activités (Etats Unis, Japon, entre autres) ainsi que son intérêt pour les opérations de transfert technologique (il est co-inventeur de trois brevets -dont deux avec extension internationale- et a déposé une enveloppe Soleau).

Les thématiques de recherche de **Mr A. Tazibt** sont aux interfaces de la mécanique des fluides, microstructures, mécanique des matériaux et physique /optique. Il s'est focalisé sur un procédé de fabrication innovant soit à la découpe et à l'usinage par jet abrasif (eau et azote cryogénique), basse et haute pression. La technologie d'usinage non conventionnel au jet est l'un des procédés qui se développe le plus rapidement dans le secteur des machines-outils en raison de sa polyvalence et de sa simplicité d'utilisation. Cependant, **Mr A. Tazibt** s'est attaqué à des problématiques assez particulières dans ce domaine. En premier lieu, il s'est penché sur la réalisation et la conception d'outils complexes comme la réalisation de micro-perçage de wafers en silicium pour des applications microfluidiques, et à des usinages par jet hybride avec laser de puissance. Il a été également l'un des premiers en Europe à introduire l'usinage par Jet d'azote cryogénique supercritique sous haute pression pour le décapage et le traitement de surface.
Le deuxième axe de ses recherches concerne les interactions outils (jet)/ matériaux usinés de différentes natures (métallique, polymères, composite-ligneux). En effet, la maîtrise de certains fluides comme l'azote liquide par exemple nécessite une bonne maîtrise : le fluide cryogénique n'est jamais entièrement liquide, mais plutôt di-phasique, car même avec des conduites fortement calorifugées, il y a toujours une portion de l'azote liquide qui se transforme en gaz. Cela nécessite donc des conception d'outils spécifiques.

On recense 16 publications dans des revues internationales avec comité de lecture (rang A). L'auteur a également effectué 17 communications lors de conférences internationales ainsi que 7 communications dans les média ou revues spécialisées dont 1 prix poster.

Depuis 2006, il a co-encadré six doctorants en association avec des chercheurs de l'Université de Metz et de l'Université de Lorraine, et pour une thèse avec un collaborateur de l'Université de Haute Alsace. Il a également accompagné deux post-doctorants et encadré de 14 stagiaires de Master et 2 élèves ingénieurs en PFE. **Mr A. Tazibt** a également une expérience en enseignement (2000-2006) avec la mise en place de cours et TP en DESS et cursus ingénieur tant à l'ENSAM qu'à l'Université polytechnique de Milan en Italie.

Le troisième chapitre est consacré au projet de recherche qui s'inscrit dans la continuité des précédents travaux mais agrémentés de nouvelles thématiques transverses comme l'usinage d'agromatériaux élaborés par fabrication additive par exemple et avec la participation à de nombreux projets collaboratifs nationaux et internationaux dont certains s'appliquent au domaine biomédical.

En conclusion, je considère que le travail de **Mr A. Tazibt**, ainsi que la sélection des travaux personnels de production scientifique soumis, montrent, sans absolument aucun conteste, la capacité et la qualité du candidat à diriger des recherches et concorde bien avec un travail

Université de Tours, GREMAN UMR CNRS 7347
Polytech Tours- Département Mécanique et Systèmes. - 7, Avenue Marcel Dassault - 37200 TOURS

Tél. 02 47 36 13 36 ou 02 47 36 13 22 - Fax 02 47 36 13 11

correspondant à celui demandé pour l'obtention de l'Habilitation à Diriger des Recherches (HDR), voire au-delà. En conséquence, je donne **un avis très favorable** pour qu'elle soit soutenue publiquement.

Fait à Tours, le 17 novembre 2020

Pr. Caroline Richard

Université de Tours, GREMAN UMR CNRS 7347
Polytech Tours- Département Mécanique et Systèmes. - 7, Avenue Marcel Dassault - 37200 TOURS

Tél. 02 47 36 13 36 ou 02 47 36 13 22 - Fax 02 47 36 13 11

Résumé

Les procédés jets fluides sous Haute Pression (HP) sont utilisés comme méthodes de modification des propriétés des matériaux par projection à froid et à grande vitesse de fluides multi-composants sur le substrat à traiter. Selon les caractéristiques hydrodynamiques et physiques du jet impactant, ces modifications peuvent être obtenues par enlèvement ou ajout de matière ou encore en conservant la masse du substrat. Pour cela, on utilise le jet comme un flux transportant des propriétés physiques, chimiques, biologiques, et des énergies de natures différentes cinétique, thermique. En théorie, ces propriétés et énergies sont alors transférées au matériau cible via la surface de celui-ci selon des mécanismes complexes, mécaniques, thermiques, thermomécaniques, induisant des transformations métallurgiques et microstructurales. Ce travail s'intéresse aux relations de quelques configurations industrielles de jets fluides complexes et des propriétés superficielles des matériaux impactés par de tels jets. Les méthodes de recherche développées dans ce mémoire proposent un encadrement de plusieurs problématiques matériaux adressées par les procédés jets fluides considérés. Après une brève présentation de chaque problématique, ce mémoire rassemble les travaux d'étude des particularités de trois natures de jets innovants et de quatre interactions de ceux-ci avec des matériaux représentatifs de cas industriels. Pour déterminer le comportement et les propriétés physiques et hydrodynamiques de chaque nature de jet, une approche qualitative et quantitative de modélisation des structures des phases constitutives est présentée : un Microjet d'eau abrasif à basse pression, un Jet d'eau HP assisté Laser, un jet d'azote cryogénique supercritique HP. La connaissance des fondamentaux scientifiques et technologiques qui régissent ces jets fluides complexes, a permis d'expliquer les différents mécanismes complexes d'interactions avec les matériaux marqueurs tels que utilisés en industrie : jet d'eau HP assisté laser - matériaux métalliques, jet d'azote HP supercritique - matériaux métalliques et polymères, jet d'azote HP supercritique - matériaux ligneux poreux, jet d'azote HP supercritique - matériaux à base de polymères.

Abstract

High Pressure (HP) fluid jet processes are used as methods for modifying the properties of materials by cold spraying and high-speed multi-component fluids on the substrate to be treated. Depending on the hydrodynamic and physical characteristics of the impinging jet, such modifications can be obtained by either removing or adding material or without causing any change in the substrate mass. For this, the jet is used as a complex flow carrying physical, chemical, biological, and energy of different natures such as kinetic, thermal. In theory, both these properties and energies are then transferred to the target material via the surface of the substrate according to complex mechanisms as mechanical, thermal, thermomechanical, and inducing metallurgical and microstructural transformations. This work focuses on the relationships of some industrial configurations of complex fluid jets and the surface properties of materials impacted by such impinging fluid jets. The research methods developed in this work provide a framework for several materials issues that are addressed by the considered fluid jet processes. After a brief presentation of each material issue, this work assembles the study of the peculiarities of three types of innovative fluid jets as well as those of four interactions of these jets with materials representative of industrial cases. To determine the behavior as well as the physical and hydrodynamic properties of each type of jet, both qualitative and quantitative approach to modeling the structures of the constitutive phases is presented for namely: low pressure abrasive micro-waterjet, HP waterjet assisted laser, HP supercritical cryogenic nitrogen jet. Knowledge of the scientific and technological fundamentals describing these fluid jets has made it possible to explain the various complex mechanisms of interactions of the studied fluid jets with materials as used in industry: HP waterjet assisted laser - metallic materials, HP supercritical nitrogen jet - metallic and polymer materials, HP supercritical nitrogen jet - porous woody materials, HP supercritical nitrogen jet – polymer based materials.