# INSTABILITE DE LA CALEFACTION A HAUTE TEMPERATURE SUR UN CYLINDRE VERTICAL TREMPE DANS UN LIQUIDE SOUS-REFROIDI

GÉRARD FLAMENT, FRANÇOIS MOREAUX et GÉRARD BECK Laboratoire de Métallurgie, L.A. 159, Ecole des Mines, Parc de Saurupt, 54042 NANCY-CEDEX, France

# (reçu le 24 Novembre 1978)

Résumé—La déstabilisation explosive aléatoire de la caléfaction sur une surface solide à 850°C est observée dans l'eau sous-refroidie. Une injection d'eau froide à vitesse contrôlée, au voisinage de l'interface liquide-vapeur, provoque cette déstabilisation. Suivant les températures respectives du solide et de l'eau, la vitesse nécessaire à la déstabilisation varie de 0,10 m s<sup>-1</sup> à 2 m s<sup>-1</sup>. L'étude menée révèle l'influence quantitative de ces trois paramètres et conduit à un diagramme de stabilité de la caléfaction. La rugosité, la forme géométrique du solide ainsi que la position de l'aiguille d'injection affectent la stabilité. Le régime de vaporisation qui suit la déstabilisation est un régime mouillant à haute température de paroi qui procure un flux de chaleur voisin du flux de l'ébullition nucléée.

#### NOTATIONS

- $C_p$ , chaleur massique;
- D, diamètre d'une éprouvette;
- *H*, hauteur d'une éprouvette;
- M, masse d'une éprouvette;
- S, surface d'une éprouvette;
- t, temps;
- $V_i$ , vitesse d'injection;
- $\phi$ , flux de chaleur;
- $\Theta_{c}$ , température au centre d'une éprouvette;
- $\Theta_L$ , température du liquide;
- $\Theta_s$ , température de surface du solide;
- $\Theta_S(V_i, \Theta_L)$ , température de surface pour laquelle la caléfaction se déstabilise pour

une vitesse d'injection  $V_i$ , dans l'eau à  $\Theta_L$ ;  $\Theta_s(\Theta_i)$ , valeur limite supérieure de

 $\Theta_{s}(V_{i}, \Theta_{L})$  lorsque  $V_{i}$  est optimale.

#### 1. INTRODUCTION

LA CONNAISSANCE approfondie des mécanismes mis en jeu lors du transfert de chaleur diphasique entre un solide porté à haute température (850°C) et un liquide vaporisable, est très importante pour le métallurgiste. En effet, ces mécanismes déterminent les différentes lois de refroidissement obtenues lors de la trempe. On sait que, pour le métallurgiste, ce sont ces lois qui conditionnent les propriétés mécaniques des alliages métalliques trempés.

C'est pourquoi des études ont déjà été développées dans ce sens [1-3]. Les propriétés des alliages métalliques après trempe dépendent souvent de la vitesse de refroidissement de l'alliage à haute température. Or, pour les températures très élevées, la caléfaction s'installe souvent dès le début de l'immersion et bloque le transfert de chaleur. C'est donc sur l'existence et la stabilité de la caléfaction entre 850 et 300°C que porte notre étude.

Dans le cas de l'eau à température de saturation  $(100^{\circ}C \text{ à la pression atmosphérique})$  les conditions

d'existence de la caléfaction, sa stabilité et le transfert de chaleur obtenu pendant la trempe sont bien connus [3]. Les expériences de régime permanent peuvent être comparées à celles de régime variable [4].

Cependant, pour les liquides sous-refroidis les études de Bradfield [5] et Stevens et Witte [6,7] et de Walford [8] sont difficilement transposables au cas de la trempe.

De plus, l'utilisation récente par les métallurgistes de solutions aqueuses de polymères organiques prises à 20°C a donné des résultats très aléatoires bien que ces solutions soient très diluées. Un travail important reste donc à faire pour contrôler les lois de refroidissement susceptible d'être obtenues avec des liquides sous-refroidis.

# 2. POSITION DU PROBLEME

Dans un premier temps, on réalise des expériences classiques de trempe dans l'eau froide à l'aide d'une éprouvette cylindrique en argent (D = 16 mm, H = 48 mm). Cette éprouvette chauffée à  $850^{\circ}$ C, est trempée verticalement dans un litre d'eau distillée non dégazée. Pendant la trempe, on enregistre l'évolution de la température au centre géométrique de l'éprouvette à l'aide d'un couple thermoélectrique.

La Fig. 1 représente neuf courbes de refroidissement obtenues en trempant cette éprouvette dans de l'eau à 40°C. Ces neuf courbes sont choisies parmi un ensemble de cinquante courbes qui sont toutes enregistrées pendant des expériences apparemment identiques.

Il apparaît donc que les lois de refroidissement obtenues peuvent varier dans des proportions considérables alors que les conditions opératoires, sont apparemment identiques: bac de trempe immobile, température de l'eau homogène, éprouvette immergée lentement et de façon reproductible.

L'observation du film de caléfaction montre que

1060



FIG. 1. Ensemble des lois de refroidissement possibles enregistrées au centre d'une éprouvette d'argent trempée depuis 850°C dans l'eau à 40°C. ---- éprouvette polie, ----éprouvette rugueuse.

les augmentations brutales de la vitesse de refroidissement coïncident avec une modification du mode de vaporisation de l'eau.

On observe une couche de caléfaction très lisse et apparemment sans fluctuations d'épaisseur contrairement au cas de l'eau bouillante. Le refroidissement est lent. Puis, la cassure des courbes correspond à une déstabilisation du film de vapeur qui est extrêmement violente et rapide. Elle est accompagnée d'un bruit aigu et intense, comparable à celui d'une explosion. Cette explosion peut entraîner le bris du bécher en verre contenant l'eau de trempe.

Cette déstabilisation explosive est suivie par un crépitement avec apparition de toutes petites bulles sur l'ensemble de l'éprouvette. Puis après une courte durée de cette forme d'ébullition, la caléfaction se reforme normalement. Elle peut alors rester stable jusqu'à la transition "normale" caléfaction-ébullition nucléée ou au contraire redonner lieu à d'autres déstabilisations. La succession parfois rapide de périodes de caléfaction et de périodes avec bulles donne l'illusion d'une "respiration" de l'ensemble de la couche de vapeur.

Chacun des cycles caléfaction-déstabilisation entraîne une augmentation de la vitesse de refroidissement qui donne les courbes en escalier de la Fig. 1.

Quand les cycles sont nombreux et rapprochés on obtient les courbes 7, 8 ou 9 (Fig. 1). L'observation du phénomène à l'aide d'une camèra rapide (5000 images s<sup>-1</sup>) montre que la déstabilisation s'amorce sur l'arête inférieure de l'éprouvette pour se propager



FIG. 2. Propagation de la déstabilisation de la caléfaction sur une éprouvette d'argent.  $\Theta_L = 30$  C,  $\Theta_S = 560$  C. Les temps sont en millisecondes.

sur l'ensemble de celle-ci dans un temps de l'ordre de  $20 \cdot 10^{-3}$ s (Fig. 2). L'observation des images (Fig. 2), ainsi que l'accélération du refroidissement permettent de supposer qu'il s'agit d'un mouillage et donc d'une forme d'ébullition. Bradfield [5] a mis en évidence des contacts entre liquide et solide sur une sphère de cuivre chromée trempée dans l'eau froide. Mais il note que ces contacts ne se produisent que lorsque la température de la sphère a atteint la moitié de sa valeur avant l'immersion c'est-à-dire  $350^{\circ}$ C. Il s'agit donc des mouillages précurseurs de la transition caléfaction-ébullition. De même, avec une sphère en argent de 25 mm de diamètre se déplaçant dans l'eau froide à la vitesse de  $1,52 \text{ m s}^{-1}$  Stevens et Witte [7] montrent que la caléfaction peut se déstabiliser à partir de  $538^{\circ}$ C dans de l'eau à  $24^{\circ}$ C. Walford [8] utilise une sphère en nickel de 6,35 mm de diamètre qui se déplace à la vitesse de  $1,5 \text{ m s}^{-1}$  dans de l'eau à  $40^{\circ}$ C. Avec des températures initiales de  $800^{\circ}$ C, il note des flux de chaleur équivalents à ceux de l'ébullition, mais sans contact apparent. Il interprète ce fait par l'existence d'une couche de vapeur mince turbulente.

Enfin Board *et al.* [9] chauffent une plaque mince à des températures comprises entre 100 et 900°C, immergée dans de l'eau froide (20 à 80°C). Ils décrivent plusieurs formes d'instabilités de la caléfaction accompagnées de flux de chaleur très importants et variables.

Ces phénomènes sont donc partiellement connus mais ce qui est différent dans le cas de nos expériences c'est, d'une part, le caractère apparemment aléatoire des courbes obtenues et, d'autre part, le fait que dès l'immersion de l'éprouvette (850°C) on puisse observer le mouillage explosif.

Pour pouvoir étudier soigneusement le phénomène et en particulier les conditions nécessaires à son existence, il importe d'en maîtriser le déclenchement en provoquant à l'interface vapeur-liquide une petite perturbation contrôlable et simple à mettre en oeuvre.

L'utilisation d'une aiguille hypodermique de petit diamètre et d'une seringue remplie d'eau à la même température que l'eau du bac permet de créér au voisinage de l'interface liquide-vapeur un courant de perturbation par injection. Ce courant modifie le champ des vitesses dans le liquide. Avec un système de mise en pression adéquat, il offre l'avantage d'être réglable en intensité (vitesse d'injection) et en direction. La perturbation est ainsi mieux définie et bien reproductible.

Ce moyen a été retenu pour faire une étude systématique des conditions dans lesquelles la caléfaction peut se déstabiliser. Les principaux paramètres sont évidemment la température de l'eau  $\Theta_L$ , celle du solide  $\Theta_S$  et l'intensité de la perturbation c'est à dire la vitesse d'injection  $V_i$ .

# 3. METHODE EXPERIMENTALE

# 3.1. Dispositif d'injection

Afin d'obtenir un écoulement à la sortie de l'aiguille qui soit aussi régulier et aussi reproductible que possible, on réalise une mise en charge par gravité.

L'aiguille hypodermique dont le diamètre intérieur est de 0,5 mm et la longueur 30 mm, est immobilisée à une distance de 2 mm de la surface de l'éprouvette. L'aiguille est orientable dans toutes les directions. Elle est reliée par l'intermédiaire d'un tuyau souple, à

une électrovanne commandée par un bouton poussoir. Cette électrovanne est placée aussi près que possible de l'aiguille afin de minimiser l'effet des phénomènes transitoires pendant l'ouverture de la vanne. En amont de cette vanne, le même tuyau souple de diamètre 5mm et de longueur 3m est plongé dans un bocal d'eau distillée. Ce bocal, a une contenance de 2 litres. Il est accroché à un rail vertical de façon à être surélevé par rapport au bac de trempe. La différence de niveau entre l'eau du bocal d'alimentation d'injection et l'eau du bac de trempe peut ainsi être aisément ajustée de 0 à 3 m. La variation de cette hauteur provoque la variation de la vitesse moyenne débitante à la sortie de l'aiguille. La durée d'écoulement étant toujours brève (20 s), le volume d'eau évacuée est faible et la variation de hauteur génératrice pendant l'écoulement peut, en toutes circonstances, être négligée.

Le système est étalonné par une mesure de débit. Connaissant par ailleurs la section de sortie du jet, il est possible de tracer la courbe caractéristique de l'installation  $V_i$  en fonction de la hauteur génératrice. On dispose donc d'un système simple permettant de faire varier  $V_i$  entre 0,10 et  $3 \text{ m s}^{-1}$  avec une incertitude moyenne de l'ordre de 11% sur  $V_i$ . Enfin remarquons que pour cette gamme de vitesse l'écoulement dans l'aiguille reste laminaire.

#### 3.2. Localisation de l'injection

Si on translate verticalement l'aiguille d'injection, parallèlement à la paroi solide, on constate que la stabilité de la couche de vapeur varie en fonction de la position de l'injecteur. La stabilité de la caléfaction croît lorsqu'on se déplace vers le haut de l'éprouvette. La position la plus favorable à la déstabilisation est celle qui est le plus proche du bas de l'éprouvette. Dans le cas d'une éprouvette cylindrique dont la base inférieure est hémisphérique la zone la plus sensible à l'injection est la zone de raccordement entre les parties cylindrique et hémisphérique de l'éprouvette.

### 3.3. Eprouvettes de trempe

Les éprouvettes de trempe sont des cylindres de diamètre 16 mm et de hauteur 48 mm dont la base inférieure est hémisphérique. En effet, les premières expériences ont mis en évidence que l'arête vive constituée par l'intersection du fond plat et du cylindre est à l'origine d'une instabilité incontrôlable de la caléfaction.

Dans la plupart des expériences l'éprouvette est en argent afin de limiter les écarts de température entre centre et surface. La surface de l'éprouvette est soigneusement polie.

#### 3.4. Processus expérimental

Les éprouvettes sont chauffées à 850°C dans un four électrique placé au dessus du bac de trempe. La tige de l'éprouvette est fixée sur un chariot qui se déplace verticalement. Ce système permet de faire passer l'éprouvette du four dans le bac de trempe avec suffisamment de précision pour l'amener dans une position bien reproductible par rapport à l'aiguille d'injection qui est fixe.

Le bac de trempe est de forme parallélépipédique et en verre afin de permettre l'observation des phénomènes. Il contient 1 litre d'eau distillée non dégazée. L'immersion de l'éprouvette se fait lentement, afin d'éviter toute perturbation initiale. Cette immersion amène la partie supérieure de l'éprouvette 10 mm en dessous du niveau de l'eau. Les phénomènes rapides sont observés à l'aide d'une caméra qui autorise des vitesses de prise de vues variant de 1000 à 10 000 images s<sup>-1</sup>.

La température  $\Theta_L$  de l'eau étant fixée, l'injection est déclenchée à la vitesse choisie  $V_i$  avant l'immersion de l'éprouvette, ceci afin d'éviter l'écoulement transitoire susceptible de fausser les résultats. On obtient une loi de refroidissement caractéristique du couple ( $\Theta_L, V_i$ ).

## 4. RESULTATS

L'étude expérimentale de la déstabilisation est menée pour différentes valeurs de  $\Theta_L$ : 30, 40, 50, 55, 60, 65, 70°C. Nous commenterons plus particulièrement le cas de l'eau<sup>a</sup> 60°C.

# 4.1. Cas particulier $\Theta_L = 60^{\circ}C$

Les résultats sont représentés sur la Fig. 3. La courbe 1 est celle qui correspond à une trempe sans injection avec une caléfaction de durée maximale obtenue à condition de prendre toutes les précautions pour éviter la déstabilisation spontanée. Les courbes 2 à 10 correspondent à des vitesses  $V_i$  croissantes de 0,10 à 2 m s<sup>-1</sup>.

La courbe 6 de la Fig. 3 correspond à  $V_i$ = 0,46 m s<sup>-1</sup>. Dans la première partie du refroidissement, la caléfaction est stable et le transfert de chaleur n'est pratiquement pas modifié par le jet puisque la courbe se confond avec la courbe 1.



FIG. 3. Trempes d'une éprouvette d'argent dans l'eau à  $\Theta_L$ = 60°C avec injection; (1)  $V_i = 0$ ; (2)  $V_i = 0.13 \text{ m s}^{-1}$ ; (3)  $V_i = 0.26 \text{ m s}^{-1}$ ; (4)  $V_i = 0.34 \text{ m s}^{-1}$ ; (5)  $V_i = 0.40 \text{ m s}^{-1}$ ; (6)  $V_i = 0.46 \text{ m s}^{-1}$ ; (7)  $V_i = 0.63 \text{ m s}^{-1}$ ; (8)  $V_i = 1.05 \text{ m s}^{-1}$ ; (9)  $V_i = 1.40 \text{ m s}^{-1}$ ; (10)  $V_i = 2.00 \text{ m s}^{-1}$ .

Lorsque  $\Theta_s$  diminue et atteint 480 °C le refroidissement s'accélère brutalement, donnant une courbe de refroidissement irrégulière. Ce sont les successions rapides de caléfaction et de mouillages qui provoquent cette irrégularité de la courbe.

L'observation du phénomène montre que la caléfaction se déstabilise effectivement avec un bruit d'explosion caractéristique. On a donc  $\Theta_s$   $(0,46 \text{ m s}^{-1}, 60^{\circ}\text{C}) = 480^{\circ}\text{C}$ . Les mouillages en série se produisent de nombreuses fois jusqu'à ce que  $\Theta_s$  atteigne 400 C où une caléfaction stable s'installe pendant un certain temps, ceci est confirmé par un arrondi visible sur la courbe. Cette dernière période de caléfaction précède un mouillage irréversible et beaucoup moins violent qui a l'apparence de l'ébullition nucléée.

Lorsque  $V_i$  varie,  $\Theta_S$  ( $V_i$ , 60°C) croit avec  $V_i$  et passe de la valeur 380°C pour  $V_i = 0.13 \,\mathrm{m \, s^{-1}}$ (courbe 2) à la valeur 680°C pour  $V_i = 1.05 \,\mathrm{m \, s^{-1}}$ (courbe 8). La description des phénomènes reste inchangée. Simplement, pour les courbes 2 et 3, la première déstabilisation entraîne immédiatement l'apparition de l'ébullition nucléée sans que la caléfaction puisse se reformer. Seul le bruit et l'observation du film au ralenti permettent de s'assurer de l'existence des deux phénomènes distincts car ils se succèdent dans un temps très bref.

Pour des valeurs de  $V_i$  supérieures à 1,05 m s<sup>-1</sup>, nous constatons que pour  $\Theta_s > 680^{\circ}$ C, il ne peut plus se produire de déstabilisation explosive de la caléfaction. Le mouillage peut se produire mais il resté localisé dans la zone d'impact du jet sans se propager. L'examen cinématographique et l'absence du bruit caractéristique de la propagation le confirment. Il y a donc coexistence sur la même éprouvette d'une zone mouillée à transfert de chaleur élevé et d'une zone de caléfaction à transfert faible. L'aire de la zone mouillée augmentant avec  $V_i$ , son influence sur le refroidissement peut être très sensible. C'est ce que montrent les courbes 9 et 10 de la Fig. 3 où on observe un accroissement avec  $V_i$  de la pente de la courbe de refroidissement pendant la caléfaction contrairement au cas des courbes 1 à 8.

Mais l'absence de brusque changement de pente sur les courbes 9 et 10 montrent bien qu'il n'y a pas propagation du mouillage. Pour  $\Theta_s > 680^{\circ}$ C, la caléfaction est donc stable puisque quelle que soit l'intensité de la perturbation, elle se maintient sur l'ensemble de l'éprouvette. Pour  $\Theta_s \leq 680^{\circ}$ C la caléfaction est instable mais la propagation de l'instabilité ne se fera à cette température de paroi que si  $V_i$  est optimale. En effet, comme le montre la courbe 9 de la Fig. 3, une vitesse  $V_i$  trop élevée provoque un mouillage local mais retarde parfois la propagation de ce mouillage. Sur la courbe 9 cette première propagation se produit pour  $\Theta_s = 460^{\circ}$ C.

Donc l'augmentation de  $V_i$  entraîne l'augmentation de  $\Theta_S$  ( $V_i$ , 60°C) jusqu'à une valeur limite notée  $\Theta_S$  (60°C) au-dessus de laquelle il n'y a pas propagation de la déstabilisation. Cette valeur est atteinte ici pour  $V_i = 1,05 \text{ m s}^{-1}$ .

800

ပ

ŝ

En conclusion:

(a) la déstabilisation n'est pas obtenue pour une vitesse maximale d'injection mais pour une vitesse optimale. Il semble que pour des vitesses trop élevées l'existence même d'une zone de mouillage sous l'impact du jet soit néfaste à la propagation de cette instabilité.

(b) pour  $\Theta_s > 680^{\circ}$ C, la caléfaction est inconditionnellement stable; et pour  $\Theta_s \leq 680^{\circ}$ C, la caléfaction est instable et la température limite  $\Theta_s$  notée  $\Theta_s$  ( $V_i$ , 60°C) pour laquelle la première instabilité se propagera, diminue avec  $V_i$ .

# 4.2. Cas général

Les commentaires détaillés qui viennent d'être exposés dans le cas de l'eau à 60°C peuvent s'appliquer pour les autres valeurs de  $\Theta_L$  moyennant quelques remarques.

4.2.1.  $\Theta_L > 60^{\circ}$ C. Quand  $\Theta_L$  dépasse 60°C, la température de surface limite au dessus de laquelle la caléfaction est stable, c'est-à-dire  $\Theta_s(\Theta_L)$ , diminue.

 $\Theta_{S}(\Theta_{L})$  décroît jusqu'à être confondue avec la température de transition classique quand  $\Theta_{L}$  atteint 85°C. Pour  $\Theta_{L} > 85^{\circ}$ C la caléfaction est donc stable, quelle que soit la valeur de  $\Theta_{S}$ .

4.2.2.  $\Theta_L < 60^{\circ}$ C. Si  $\Theta_L$  décroit,  $\Theta_S(\Theta_L)$  augmente et atteint la température initiale d'immersion soit  $\Theta_S$ = 850°C. Les mouillages sont alors explosifs et se propagent dans tous les cas. La vitesse  $V_i$  nécessaire pour déstabiliser la caléfaction, à  $\Theta_S$  donnée, décroit avec  $\Theta_L$ .

En particulier, il faut noter que pour  $\Theta_L = 30^{\circ}$ C une vitesse  $V_i = 0.10 \text{ m s}^{-1}$  est suffisante pour provoquer la déstabilisation dès l'immersion. Ceci explique les déstabilisations spontanées observées pour le cas de l'eau à 40°C (Fig. 1). En effet, on peut admettre que des perturbations naturelles peuvent exister dans le bac qui sont suffisantes pour provoquer une déstabilisation spontanée de la caléfaction. L'agitation de l'eau pour homogénéiser sa température avant la trempe, la vitesse d'introduction de l'éprouvette, les mouvements de convection naturelle dans le liquide sont autant de perturbations susceptibles de provoquer le phénomène surtout aux faibles valeurs de  $\Theta_L$ .

#### 4.3. Diagramme de stabilité

L'ensemble des résultats obtenus peut être résumé par un diagramme où l'on porte  $\Theta_s$  en ordonnée et  $\Theta_L$  en abscisse (Fig. 4).

La courbe représentative des variations de  $\Theta_S(\Theta_L)$ en fonction de  $\Theta_L$  est presque une droite. Elle sépare la zone de caléfaction stable de celle de caléfaction instable. Pour quatre valeurs de  $V_i$  figurent sur ce diagramme les variations de  $\Theta_S(V_i, \Theta_L)$  en traits pointillés. Pour  $\Theta_S > \Theta_S(V_i, \Theta_L)$  la caléfaction n'est pas déstabilisée pour une perturbation inférieure ou égale à  $V_i$ . Pour  $\Theta_S < \Theta_S(V_i, \Theta_L)$  elle est déstabilisée si la perturbation créée est supérieure ou égale à  $V_i$ .

La température limite inférieure de transition



possibles en fonction de  $\Theta_s$ ,  $\Theta_L$  et  $V_i$ ,  $\star\star\star$ : Température  $\Theta_s$  minimale en dessous de laquelle l'ébulition nucléée existe toujours.  $\blacksquare \blacksquare \blacksquare : \Theta_s(\Theta_L)$ : température  $\Theta_s$  maximale au dessus de laquelle la caléfaction est stable.  $\bigcirc \bigcirc : \Theta_s$  (0.63 m s<sup>-1</sup>;  $\Theta_L$ );  $\blacksquare \blacksquare : \Theta_s$  (0.46 m s<sup>-1</sup>;  $\Theta_L$ );  $\square \square : \Theta_s$  (0.26 m s<sup>-1</sup>;  $\Theta_L$ );  $\bigstar \blacktriangle : \Theta_s$  (0.13 m s<sup>-1</sup>;  $\Theta_L$ ).

caléfaction-ébullition nucléée est également portée sur le diagramme. Compte tenu de la grande instabilité de la caléfaction quand  $\Theta_s$  est faible, la température de transition est difficile à déterminer.

Les courbes en pointillés représentent en quelque sorte les lignes d'équistabilité. La stabilité croît à la fois avec  $\Theta_s$  et  $\Theta_L$  mais cependant plus vite avec  $\Theta_L$ qu'avec  $\Theta_s$ . C'est le gradient de température dans le liquide, dû au sous-refroidissement  $(100 - \Theta_L)$  qui est le paramètre le plus important.

La courbe  $\Theta_s$  (0.13 m s<sup>-1</sup>,  $\Theta_L$ ) est intéressante car étant donnée la faible valeur de  $V_i$ , on peut considérer que pour une trempe ordinaire la transition "apparente" c'est-à-dire la déstabilisation de la caléfaction peut se produire dans un domaine de température situé sur le diagramme entre cette courbe et celle qui délimite la zone d'ébullition nucléée. La zone d'irreproductibilités est donc grande, elle s'étend de  $\Theta_s = 300^{\circ}$ C à 530°C dans le cas de l'eau à 30°C par exemple. Il suffit alors d'une très faible perturbation ( $V_i = 0,13 \text{ m s}^{-1}$ ) pour déstabiliser la caléfaction.

#### 4.4. Influence de paramètres autres que $\Theta_L$ , $\Theta_S$ et $V_i$

Au cours des expériences de trempe avec ou sans injection, il est apparu que certains paramètres

1063

Caléfaction

stable

peuvent modifier de façon considérable la stabilité de la caléfaction. Ceci signifie que les courbes présentées sont valables dans le cas particulier étudié. Les principaux paramètres dont l'influence est notable sont liés à l'état de surface du solide: rugosité et propriétés thermiques.

4.4.1. Rugosité de la surface du solide. Sur les figures, les courbes en traits continus sont obtenues avec une éprouvette très bien polie. Par contre, sur les Figs. 1 et 5 sont portées les courbes obtenues avec la même éprouvette dont la surface est rendue très rugueuse par abrasion avec un papier abrasif à très gros grain.



FIG. 5. Trempes d'une éprouvette d'argent dans l'eau à  $\Theta_L$ = 30°C avec injection; — éprouvette polie, — éprouvette rugueuse (1)  $V_i = 0$ ; (2)  $V_i = 0.1 \text{ m s}^{-1}$ ; (3)  $V_i = 0$ ; (4)  $V_i = 0.8 \text{ m s}^{-1}$ ; (5)  $V_i = 0.92 \text{ m s}^{-1}$ .

La stabilité de la caléfaction est fortement accrue dans ce cas. En effet, pour  $V_i = 0.8 \text{ m s}^{-1}$  (courbe 4, Fig. 5), il n'y a pas de déstabilisation. Cependant, la vitesse  $V_i$  étant importante le coefficient de transfert de chaleur pendant la caléfaction est sensiblement plus élevé. Il faut une vitesse  $V_i = 0.92 \text{ m s}^{-1}$  (courbe 5) pour voir apparaître à  $\Theta_s = 625^{\circ}$ C une première instabilité. Mais celle-ci ne se produit qu'une fois et la caléfaction se reforme et subsiste ce qui prouve sa trés grande stabilité.

Pour déstabiliser la caléfaction, la vitesse  $V_i$ nécessaire dans le cas de la courbe 5 (Fig. 5) est neuf fois plus élevée que dans celui de la courbe 2 correspondant à la même éprouvette bien polie.

Paradoxalement, on observe que, à cette grande stabilité, correspond une transition classique caléfaction ébullition nucléée plus précoce avec l'éprouvette rugueuse. Ceci s'explique bien par le fait que les aspérités provoquées par le papier abrasif sont autant de sites favorisant des micro-contacts entre le liquide et le solide à la fin de la caléfaction [5, 10, 11].

Cette phase de micro-contacts en fin de caléfaction commence toujours sur le bas de l'éprouvette, car la couche de vapeur y est la plus mince. Ces contacts, qui peuvent être observés pendant 3 ou 4 s avant la transition, sont accompagnés d'un léger crépitement. Leur nombre et l'aire de la surface concernée augmentent régulièrement jusqu'à la transition. Ils améliorent légèrement mais régulièrement le transfert de chaleur sur le fond de l'éprouvette ce qui explique la forme doucement arrondie des courbes avant la transition. Cet arrondi contraste avec la cassure très nette due à la déstabilisation explosive et ces deux types de transition ne peuvent être confondus. Ce phénomène est observé pour toutes les températures  $\Theta_1$  comprises entre 30 et 80°C. En revanche, le coefficient de transfert de chaleur de caléfaction n'est jamais modifié. La grande stabilité de la caléfaction sur une éprouvette rugueuse se traduit par une excellente reproductibilité des courbes obtenues même pour  $\Theta_L < 30^{\circ}$ C. Il est même possible d'observer des caléfactions durant 7 à 8 secondes dans le cas de l'eau à 1°C.

4.4.2. Etat de surface physico-chimique. Le phénomène de déstabilisation de la caléfaction à haute température a essentiellement été observé avec des éprouvettes en argent. Il était donc intéressant de voir en quoi l'argent peut le favoriser.

Afin de séparer propriétés superficielles et propriétés de masse, une technique de dépôts métalliques par électrolyse sur la surface de l'éprouvette est utilisée. Une éprouvette en nickel et une en cuivre sont recouvertes d'un dépôt d'argent de 10 µm d'épaisseur et elles sont trempées dans l'eau sousrefroidie sans injection.

Les résultats obtenus sans injection sont purement qualitatifs, mais ils révèlent nettement que ce simple dépôt suffit à entraîner des irreproductibilités de trempe identiques à celles que l'on observe dans le cas de l'argent massif alors que des éprouvettes en cuivre ou en nickel non argenté n'en donnent pas.

Dans le même temps, la caléfaction lorsqu'elle ne se déstabilise pas, tend à durer beaucoup plus longtemps que pour du cuivre ou du nickel non argenté. Donc la caléfaction est à la fois plus durable et plus instable avec un dépôt d'argent.

Inversement, si l'on réalise un dépôt de nickel de  $10\,\mu$ m d'épaisseur sur une éprouvette en argent, on constate la disparition des irreproductibilités mais une transition plus précoce que dans le cas de l'argent massif. Cette meilleure stabilité de la caléfaction sur une surface de nickel ou de cuivre est évidemment relative car l'injection à l'interface vapeur-liquide provoque aussi les déstabilisations explosives de la caléfaction dans ce cas.

La stabilité de la caléfaction dépend donc des propriétés superficielles de l'éprouvette puisque le dépôt d'un métal A sur une éprouvette en métal B confère à l'ensemble les propriétés de A et réciproquement. Les propriétés thermiques superficielles (rayonnement, effusivité) ainsi que la mouillabilité peuvent créer un terrain plus ou moins favorable à l'instabilité sans en être la cause mais les résultats actuels sont insuffisants pour que l'influence de ces paramètres soit établie clairement.

#### 5. ETUDE DU REGIME MOUILLANT A HAUTE TEMPERATURE

Pour vérifier si le régime, très bref et très instable qui suit la déstabilisation de la caléfaction est réellement une forme d'ébullition à haute température, une expérience de contact électrique est réalisée.

#### 5.1. Expérience de contact électrique

Le dispositif expérimental déjà utilisé par Moreaux [2] consiste à établir une différence de potentiel électrique entre l'éprouvette en argent et le liquide de trempe et à mesurer le courant qui circule. Pendant la caléfaction, la vapeur isole parfaitement le solide du liquide et le courant mesuré est nul. S'il y a contact entre l'eau et le métal, il apparaît un courant.

La Fig. 6 donne un exemple de résultat obtenu par cette méthode.

La tension représentée est enregistrée aux bornes d'une résistance de 1  $\Omega$  mise en série dans le circuit.

Il apparait nettement que lorsque des déstabilisations de la caléfaction se produisent, il passe un courant dans le circuit. Puis entre chaque déstabilisation, la caléfaction se rétablit et le courant est de nouveau nul.



FIG. 6. Courbe de refroidissement pour une éprouvette d'argent trempée dans l'eau à  $\Theta_L = 45^{\circ}$ C avec déstabilisation de la caléfaction. Représentation synchrone de la tension mesurée aux bornes d'une résistance de 1 $\Omega$  placée dans le circuit (tension d'alimentation de 10V). --- tension mesurée avec l'éprouvette immergée dans l'eau froide.

Donc, au moment des déstabilisations de la caléfaction un contact se produit entre l'eau liquide et la surface du métal dont la température peut être de 600, 700 ou même 850°C.

Certains auteurs pensent que pour des températures de cet ordre, le contact ne peut pas se produire entre l'eau liquide et la paroi. C'est le cas de Walford [8] ou de Stevens et Witte [6], qui avancent l'hypothèse d'un film de vapeur dont l'épaisseur extrêmement faible (15µm pour Walford, 0,25µm pour Stevens et Witte) pourrait expliquer le transfert de chaleur élevé qu'ils observent. Bradfield [5] admet l'idée de ces contacts et les vérifie par une expérience de contact électrique mais il précise bien que ceux-ci ne se produisent que pour  $\Theta_s < 350^{\circ}$ C environ.

Un travail expérimental récent de Lackmé [12] prouve que ces contacts se produisent effectivement pendant un temps très bref, de l'ordre de  $100 \,\mu$ s. En développant un calcul thermique et dynamique dans le cas d'un solide en fer à 600 C trempé dans l'eau à 15°C, il montre que les couches liquides voisines du solide sont dilatées par la chaleur et que leur mouvement étant contrarié par l'inertie des couches plus éloignées, il y a une mise en pression locale qui peut atteindre 10 bar et qui s'oppose à la vaporisation immédiate du liquide.

Cette théorie des surpressions peut expliquer les bruits d'explosion et les chocs qui accompagnent la déstabilisation de la caléfaction et peuvent briser le bac de trempe.

# 5.2. Transfert de chaleur en régime mouillant

Le régime mouillant qui se produit à haute température de paroi étant très instable, il n'est pas possible de le maintenir pendant un temps assez long pour déterminer directement le flux de chaleur qu'il permet d'évacuer.

Cependant, la cinématographie rapide permet de tracer un diagramme comme celui de la Fig. 7 où apparaissent bien les périodes de mouillage et celles de caléfaction. Il représente les variations, en fonction du temps, du rapport de la surface mouillée  $S_m$  sur la surface totale S de l'éprouvette. Lorsque  $S_m/S = 0$  la caléfaction couvre toute la surface de l'éprouvette et lorsque  $S_m/S = 1$ , la caléfaction est entièrement déstabilisée. Ce diagramme, qui représente "l'histoire" de la caléfaction pour une durée de 1.18 s correspond à une trempe dont la courbe de refroidissement est représentée sur la Fig. 8. Le film et le diagramme correspondent à la partie de la courbe pour laquelle 495°C <  $\Theta_S < 615$ °C.

Soit  $t_m$  le temps total pendant lequel l'éprouvette est mouillée et  $t_c$  le temps total pendant lequel elle est entourée de la gaine de vapeur. Soit  $\phi_c$  le flux extrait pendant les phases de caléfaction et  $\phi_m$  le flux extrait pendant les phases de mouillage. Si on admet que  $\phi_c$  et  $\phi_m$  varient peu pendant la prise de vues qui dure 1.18s le flux moyen extrait est donc:  $\bar{\phi} = (\phi_c t_c$  $+\phi_m t_m)/(t_c + t_m)$ , avec  $t_c + t_m = 1.18$ s. Connaissant  $\bar{\phi}$ ,  $\phi_c$ ,  $t_m$  et  $t_c$ , il vient  $\phi_m$ .

Pour déterminer  $\tilde{\phi}$ , on admettra que  $\tilde{\phi}$ 



FIG. 7. Diagramme des périodes de mouillages et de caléfaction obtenu par dépouillement du film correspondant à la Fig. 8. (S<sub>m</sub>: surface mouillée, S: surface totale de l'éprouvette.)



FIG. 8. Courbe de refroidissement pour une éprouvette en argent trempée dans l'eau à  $\Theta_L = 30^{\circ}$ C. La vitesse de prise de vues est de 5000 images s<sup>-1</sup>.

=  $(MC_p/S)(d\Theta/dt)$  avec  $d\Theta/dt$  relevé directement sur la partie de la courbe de refroidissement correspondant au diagramme.

De même  $\phi_c$  sera considéré comme identique au flux calculé par cette méthode dans le cas d'une caléfaction stable.

Certes, cette approximation n'est pas pleinementjustifiée, mais il importe surtout de comparer les ordres de grandeur de  $\phi_m$ ,  $\phi_c$  et  $\phi_e$  (flux maximum en ébullition nucléée) qui sont tous calculés avec la même approximation.

Les calculs sont faits pour trois cas différents et les résultats, rassemblés dans le tableau 1, montrent que le flux  $\phi_m$  est toujours voisin du flux maximum

Tableau 1. Comparaison du flux en régime mouillant et en ébullition nucléée

Θ,	(°C)	30	29.5	55
$\Theta_{s}^{\nu}$	(°C)	590-470	495-615	465-510
t <sub>c</sub>	(ms)	621	622	766
t <sub>m</sub>	(ms)	452	557	233
$t = t_m + t_c$	(ms)	1073	1179	999
$\bar{\phi}$	$(W  cm^{-2})$	105	113	42.1
$\phi_c$	$(W  cm^{-2})$	24	24	20
$\phi_m$	$(W  cm^{-2})$	207	212	91
$\phi_e$	$(W  cm^{-2})$	285	300	128
$\phi_m/\phi_e$		0.723	0.704	0.713
$\phi_m/\phi_c$		8.7	8.8	4.5
Nombre de mouillages		9	15	7

d'ébullition nucléée  $\phi_e$ . On trouve  $\phi_m/\phi_e = 0.70$  dans des conditions de température de liquide assez différentes, ce qui tend à montrer que le mouillage à haute température est une forme d'ébullition instable.

#### 6. CONCLUSIONS

A l'aide d'une méthode expérimentale de trempe, il est mis en évidence que la caléfaction qui se forme sur une éprouvette en argent très chaude (850°C) plongée dans l'eau froide peut se déstabiliser dès l'immersion de l'éprouvette. Cette déstabilisation donne lieu à un phénomène de mouillage explosif qui accélère le refroidissement.

Ces mouillages, qui peuvent se déclencher de façon aléatoire dans le cas de la trempe dans l'eau froide, sont à l'origine de l'irréproductibilité des courbes de refroidissement obtenues dans ce cas. Ce mouillage peut rester localisé sur une petite zone du solide mais, il peut aussi se propager très rapidement (20 ms) sur l'ensemble de l'éprouvette. Les conditions d'existence du mouillage local et celles de sa propagation sont différentes. Nous dirons que la caléfaction est instable quand la propagation se produit. Après avoir trouvé un moyen très simple de provoquer ces instabilités, nous avons déterminé, par le diagramme de la Fig. 4, les conditions de stabilité de la caléfaction pour une éprouvette cylindrique en argent. Il apparaît que cette stabilité croît très vite quand  $\Theta_L$  varie de 30 à 80°C et décroît, moins vite, quand  $\Theta_s$  passe de 850 à 400°C.

Nous avons mis en évidence que certains paramètres liés aux propriétés du solide modifient les critères de stabilité. C'est le cas pour les propriétés de surface du solide ainsi que sa forme. La rugosité de l'éprouvette enfin, augmente considérablement la stabilité de la caléfaction.

La déstabilisation de la caléfaction entraîne un mouillage effectif de la paroi surchauffée, même si sa température est de 850°C. Ce résultat confirmé par d'autres travaux récents, tend à prouver que des contacts eau-paroi peuvent se produire pour des températures bien supérieures à la température critique de l'eau. Ceci peut expliquer que le flux de chaleur extrait du solide pendant ce régime mouillant soit voisin du flux maximum d'ébullition nucléée.

#### BIBLIOGRAPHIE

- 1. J. C. Chevrier, F. Moreaux and G. Beck, L'effusivité et la résistance thermique des zones superficielles du solide déterminent le processus de vaporisation, du liquide en régime de trempe, *Int. J. Heat Mass Transfer* **15**, 1631–1645 (1972).
- J. C. Chevrier, F. Moreaux and G. Beck, La vaporisation pendant la trempe, *Rev. Gén. Thermique* 160, 275-283 (1975).

- F. Moreaux, J. C. Chevrier and G. Beck, Hydrodynamic and thermal study of the stability of boundary layer in the case of film boiling. Séminaire 1976, I.C. H.M.T. Dubrovnik Yougoslavie (9 Août-4 Septembre 1976).
- 4. A. E. Bergles and W. G. Thompson, The relationship of quench data to steady state pool boiling data, *Int. J. Heat Mass Transfer* **13**, 55–68 (1970).
- 5. W. S. Bradfield, Solid liquid contact in stable film boiling, *I/E.C. fundamentals* 5(2), 200-204 (1966).
- J. W. Stevens and L. C. Witte, Destabilization of vapor film boiling around spheres, *Int. J. Heat Mass Transfer* 16, 669–678 (1973).
- 7. J. W. Stevens and L. C. Witte, Transient film and transition boiling from a sphere, *Int. J. Heat Mass Transfer* 14, 443–450 (1971).
- 8. F. J. Walford, Transient heat transfer from a hot nickel sphere moving through water, *Int. J. Heat Mass Transfer* 12, 1621–1625 (1969).
- S. J. Board, A. J. Clare, R. B. Duffey, R. S. Hall and D. H. Poole, An experimental study of energy transfer processes relevant to thermal explosion, *Int. J. Heat Mass Transfer* 14, 1631–1641 (1971).
- O. C. Iloeje, D. N. Plummer, W. M. Rohsenhow and P. Griffith, An investigation of the collapse and surface rewet, in film boiling in forced vertical flow, *J. Heat Transfer* 166–172 (1975).
- 11. L. G. Rhea and R. G. Nevins, Film boiling heat transfer from an oscillating sphere, J. Heat Transfer 267 (1967).
- C. Lakmé, C.E.A.–E.D.F. Cycles de conférences sur les "phénomènes thermiques et hydrauliques non stationnaires" Jouy-en-Josas (France) (11–15 Octobre 1976).

# FILM BOILING INSTABILITY AT HIGH TEMPERATURE ON A VERTICAL CYLINDER QUENCHED IN A SUBCOOLED LIQUID

Abstract – Random explosive destabilization of vapor film-boiling on a surface at 850°C has been observed in subcooled water. The destabilization is induced by a velocity controlled injection of cold water close to the vapor-liquid interface. The destabilization velocity ranges from 0.10 to  $2 \text{ m s}^{-1}$  depending upon the temperatures of the solid and the liquid. This study shows the quantitative influence of these three parameters and leads to a stability diagram of the film-boiling. The rugosity, the shape and the position of the injection needle affect the stability. The mode of vaporization which follows the destabilization is a high temperature wall wet mode which gives a heat flux near the nucleate boiling flux.

# HOCHTEMPERATUR-INSTABILITÄT BEIM FILMSIEDEN AN EINEM IN UNTERKÜHLTER FLÜSSIGKEIT ABGESCHRECKTEN VERTIKALEN ZYLINDER

Zusammenfassung – Regellose, explosionsartige Destabilisierung des Filmsiedens in unterkühltem Wasser wurde an einer Oberfläche von 850 C beobachtet. Die Destabilisierung wird durch einen Kaltwasserstrahl vorgegebener Geschwindigkeit nahe der Flüssigkeits-Dampf-Grenzfläche eingeleitet. Diese Geschwindigkeit liegt zwischen 0,1 und 2m/s, je nach Festkörper- und Flüssigkeitstemperatur. Die Untersuchung zeigt den quantitativen Einfluß dieser 3 Parameter und führt zu einem Stabilitäts-Diagramm für das Filmsieden. Rauhigkeit, Gestalt und Position der Injektions-Nadel beeinflussen die Stabilität. Die auf die Destabilisierung folgende Verdampfung ist vom Dünnschicht-Typ bei hoher Temperatur und ergibt Warmestromdichten nahe derjenigen beim Blasensieden.

#### НЕУСТОЙЧИВОСТЬ ПЛЁНОЧНОГО КИПЕНИЯ ПРИ ВЫСОКОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ НА ПОВЕРХНОСТИ ВЕРТИКАЛЬНОГО ЦИЛИНДРА ПРИ РЕЗКОМ ОХЛАЖДЕНИИ В НЕДОГРЕТОЙ ЖИДКОСТИ

Аннотация — Неупорядоченная взрывная дестабилизация пара при плёночном кипении на поверхности при температуре 850°С наблюдалась в недогретой воде. Дестабилизация происходила в результате впрыскивания воды с различной скоростью в область, расположенную вблизи границы раздела пар-жидкость. Скорость дестабилизации изменялась от 0,10 до 2 м/с в зависимости от температуры твердого тела и жидкости. Проведенное исследование выявило количественное влияние этих трёх параметров и позволило получить диаграмму устойчивости плёночного кипения. Найдено, что устойчивость зависит от шероховатости поверхности, формы и положения инжекционной иглы. Режимом испарения, непосредственно следующим за дестабилизацией, является высокотемпературный режим смачивания стенки, в результате которого наблодается плотность теллового потока близкая к плотности при пузьковом кипения.