

Etude du comportement thermomécanique de matériaux céramiques sous irradiation solaire concentrée : développement expérimental et modélisation

Yasmine Lalau

► To cite this version:

Yasmine Lalau. Etude du comportement thermomécanique de matériaux céramiques sous irradiation solaire concentrée : développement expérimental et modélisation. Génie des procédés. Université de Perpignan, 2017. Français. NNT : 2017PERP0061 . tel-01940065

HAL Id: tel-01940065 https://theses.hal.science/tel-01940065

Submitted on 30 Nov 2018

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.





Délivré par UNIVERSITE DE PERPIGNAN VIA DOMITIA

Préparée au sein de l'école doctorale 305 Energie Environnement Et de l'unité de recherche PROMES – CNRS UPR 8521

Spécialité : Energétique et Génie des Procédés

Présentée par Yasmine LALAU

ÉTUDE DU COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE DE MATERIAUX SOUS IRRADIATION SOLAIRE CONCENTREE : DEVELOPPEMENT EXPERIMENTAL ET MODELISATION

Soutenue le 29 Novembre 2017 devant le jury composé de

M. Jacques POIRIER, Pr, Université d'Orléans	Président
M. Pascal REYNAUD, CR, INSA Lyon	Rapporteur
M. Benoît ROUSSEAU, DR, Université de Nantes	Rapporteur
M. Olivier FAUGEROUX, MdC HDR, Université de Perpignar	Directeur de thèse
M. Thierry CHOTARD, Pr, Université de Limoges	Co-Directeur de thèse
M. Bernard CLAUDET, Pr, Université de Perpignan	Examinateur
M. Marc HUGER, Pr, Université de Limoges	Examinateur
M. Gabriel OLALDE, DR, PROMES	Examinateur
M. Alain PROUST, MISTRAS Group	Invité



J'ai effectué ma thèse grâce au financement du projet européen SFERA II, au sein de deux laboratoires : l'ancien SPCTS (maintenant IRCER) à Limoges, et PROMES à Odeillo et Perpignan. Je commencerai donc par remercier les directeurs de ces unités qui m'ont accueillie : Gilles Flamant puis Alain Dollet à PROMES, Thierry Chartier à l'IRCER. Je remercie particulièrement Gilles pour l'intérêt qu'il a porté à mes travaux, et pour les remarques et conseils qu'il a m'a prodigués.

Je remercie sincèrement les membres de mon jury de thèse. J'ai réellement apprécié les commentaires et questions relevés par MM Pascal Reynaud et Benoit Rousseau qui ont pris le temps de rapporter mes travaux, et M Jacques Poirier qui a accepté de présider mon jury. J'ai été honorée de leur lecture attentive et critique de mes travaux. Je suis également reconnaissante à Alain Proust, membre invité de ce jury, qui m'a accompagnée tout au long de ma thèse par son expertise en émission acoustique, consacrant un temps précieux à m'initier aux secrets de cette discipline.

Je souhaite ensuite exprimer des remerciements historiques, à destination de ceux qui m'ont fait confiance avant la thèse. Tout d'abord Xavier Py, qui m'a confié ma première étude pour PROMES : j'ai apprécié sa volonté communicative de développer de manière efficace des solutions concrètes pour l'environnement. J'ai ensuite rencontré Gabriel Olalde, qui a choisi de m'embaucher comme ingénieure à Odeillo, et qui depuis n'a jamais cessé de me cadrer, me guider, et m'aider dans mes travaux. Gabriel a toujours cherché à faciliter mes conditions de travail, tout en restant vigilant et exigeant sur la qualité de ce que je produisais, tel un père professionnel.

J'en viens à ma période de thèse, où j'ai été encadrée et accompagnée par de nombreuses personnes. Tout d'abord, je remercie mes deux encadrants « officiels », Olivier Faugeroux et Thierry Chotard, respectivement présents à Perpignan et Limoges. Olivier et Thierry m'ont tous deux fait confiance et encouragée, et ils m'ont apporté la rigueur attendue chez un impétrant : j'espère que grâce à Thierry je m'attacherai dorénavant à employer les termes appropriés (sans mélanger allégrement, par exemple, « endommagement » et « sollicitation » ou « contrôle » et « évaluation »), et que grâce à Olivier je rédigerai enfin les phrases dans le bon sens ! J'ai également bénéficié d'encadrants « officieux » dans les deux laboratoires : Bernard Claudet à PROMES et Marc Huger à l'IRCER. Bernard a souvent accompagné Olivier dans les corrections de mes documents, mais aussi dans les réunions et dégustations de diverses boissons houblonnées qui ont suivi... De Marc, je retiendrai le rire repérable de l'autre bout du couloir, et l'énergie communicative qu'il investit dans ses projets de recherche. A cette liste d'encadrants je souhaite ajouter Emmanuel Guillot, responsable du service des installations solaires d'Odeillo : je pense que chaque partenaire du programme SFERA s'accordera à dire qu'Emmanuel est une pièce maîtresse de ce projet, et dans mon cas il a été un important soutien pratique et scientifique.

La mention de ce Service des Installations Solaires et Instruments Associés (SISIA) m'amène à remercier l'ensemble des personnels le composant : Nicolas Boullet pour ses questions et conseils éclairés lorsque j'étais sa voisine au foyer des fours verticaux, Jean-Louis Sans pour son expertise et sa bienveillance lorsqu'il m'a accueillie pour des mesures au Grand Four, et enfin Régis Rodriguez et Michaël Tessonneaud pour leur disponibilité et leur efficacité. Sans SISIA, le Four Solaire serait un outil scientifique exceptionnel inexploitable : leur contribution à la recherche est indispensable. Lors de mes travaux, je me suis également appuyée sur les compétences de conception de Roger Garcia et Pascal Munsch, qui ont fait preuve d'une patience infinie face aux multiples changements et rajouts sur les prototypes construits... Je dois une mention spéciale à Pascal, qui ne s'est jamais découragé malgré les nombreuses embûches associées à la conception du support pour les mesures optiques des déformations sur des échantillons chauffés au foyer d'un four solaire (un vrai casse-tête). Suite à la conception, Nicolas Lory a fait un travail de réalisation irréprochable à l'atelier de Limoges. Je me garderai de chanter trop ses louanges, de peur qu'il ne soit encore plus assailli de demandes !

Le développement de la partie concernant la mesure optique des déformations n'aurait pu exister sans l'expertise de l'équipe de l'institut PPRIME : Jean-Chistophe Dupré, Pascal Doumalin, et Frank Hesser. Je les remercie chaleureusement pour le temps, les compétences, et les outils qu'ils ont mis à notre disposition.

J'ai également reçu un soutien important lors de l'utilisation du code_Aster pour la modélisation thermomécanique des échantillons : Damien André m'a formée à son utilisation, et aidée à écrire la structure du code que j'ai exploité par la suite. J'ai également reçu des conseils avisés de Philippe Michaux et Arnaud Alzina. Je les remercie tous les trois.

La société BOOSTEC m'a facilité l'accès à des échantillons de carbure de silicium, je les remercie d'avoir ainsi soutenu ma recherche.

A Limoges, j'ai apprécié la rencontre avec mes compagnons de bureau, de missions, et de quelques bons repas : Andrzej Warchal, Karolina Kozak, Fanny Gouraud, Charles Aharonian, Diane Dupuy, Daniel Ohin, Nicolas Tessier-Doyen et Viktoriya. A Odeillo, j'ai rencontré une vraie famille que je ne suis pas prête d'oublier. Puisque les repas ont une importance non négligeable dans ces contrées froides, je commencerai par témoigner mon affection à mes compagnons de table : Alexis Vossier, Thomas Fasquelle, Corinne Moulet, et (occasionnellement) Yann Volut. Malgré la mauvaise foi sans bornes d'Alexis, nous avons tous passé de bons moments ! Cette table n'aurait pas existé sans la cuisine faite avec amour (et avec ail) de Didier Rives et Renée Lestrade, qui font tous deux partie de ceux qui donnent envie au quotidien d'être de bonne humeur... Tout comme Mimi, Laurent Lestrade, Christelle Ferrière, Jean-Louis Sans (surtout quand il porte son fameux gâteau trois chocolats !)... Et du côté des doctorants : Inma Perez (objectivement, la meilleure d'entre nous !), Hadrien Benoit (le meilleur danseur de Cerdagne), Freddy Ordonez (le détenteur de la recette secrète des poulets écrasés), Fabrisio Gomez (l'incarnation de la bonne humeur permanente), Morgane Bellec (nous partageons la même passion pour le chocolat), Florent Lecat (dit le Corse), Cédric Leray (Le breton qui n'aime ni les galettes ni le cidre), Sébastien Mey (Wikimeydia), Joya Zeitouny (ma voisine de bureau), Lucille Barka (Miss déchets... spatiaux), Johann Colas (mon successeur à la maison solaire), Jean Puig (mon voisin de parabole), Mathieu Coquand (un virtuose tous instruments), Laurie André (ma binôme de soutenance), ...

Je me dois de mentionner l'équipe terriblement efficace de la compta et de l'administration : Christelle Ferrière, Aurore Thiery, Pepita Pozzobon, Sylvie Payré, Naoual Autones, et Sandrine Puig.

Je remercie également Quentin Falcoz et Arnaud Perona, qui m'ont associée à leurs TP et m'ont ainsi permis de découvrir l'enseignement, ce qui m'a donné envie de poursuivre dans cette voie.

Je n'oublierai pas de remercier ceux qui m'ont supportée lors de mes derniers mois de thèse à Perpignan : Reine Reoyo, ma voisine de bureau et collègue de travail au sourire permanent, Tamar Nahas, Clément Lacroix, Elie Nadal, Aleix Pubill, mes collègues de TP Harold Espargillière, Maxime Perier-Muzet et Antoine Lemaire, Marie-Agnès Courty et ses conseils sans concessions, Sébastien Quoizola qui n'a jamais craqué face à mes interrogations répétées sur l'emploi du temps des L2, ...

Enfin, je remercie ceux qui m'ont entourée hors des murs du laboratoire : mes parents qui ont patiemment relu mon manuscrit et m'ont apporté un soutien indéfectible à défaut d'être objectif, ma sœur adorée, mes amis qui sont venus partager l'expérience de ma soutenance, certains étant à mes côtés depuis 27 ans, ma première enseignante également présente à ma soutenance, Théa, sans qui je n'aurais peut-être jamais appris à faire tourner des moulins avec de la semoule (en première section de maternelle), et enfin mon compagnon, à l'origine de mon expérience à PROMES, mon yang intransigeant et fidèle soutien.

D'une manière générale, j'ai été heureuse de réaliser cette thèse, tant pour les apprentissages scientifiques que pour les rencontres humaines qui y sont associés, et je remercie sincèrement et chaleureusement tous ceux que j'ai croisés sur ce chemin. J'espère avoir pu apporter autant que ce que j'ai reçu !

TABLE DES MATIERES

Remerciem	ents	
Introductio	n générale	
Chapitre 1	Problématique, Etat de l'art et Objectifs	
А	Problématique globale	
В	Un défi pour les centrales solaires à concentration	
B.1	Les technologies de conversion	
B.2	Les récepteurs pour centrales à tour	
В.З	Les matériaux pour récepteurs tubulaires/surfaciques	21
B.4	Quel enjeu ?	22
С	Le comportement thermomécanique des matériaux	23
C.1	Les contraintes thermiques	23
С.2	Les propriétés caractéristiques	23
С.3	Les mécanismes d'endommagement des récepteurs	
D	Les techniques pour le suivi de l'endommagement	
D.1	Pourquoi une technique non-destructive ?	
D.2	Choix d'une technique non-destructive	
D.3	Emission acoustique et localisation	
E	Conclusion du chapitre	
Référenc	es	
Chapitre 2	Conception du système de diagnostic	
А	Matériaux d'étude	
A.1	Moyens de caractérisation	
A.2	Propriétés	
В	Banc d'essai solaire	
B.1	Principe	
B.2	Etalonnage	
С	Fiabilité de la localisation	
C.1	Contraintes	
С.2	Faisabilité	
С.3	Optimisation	52
D	IMPACT : Réalisation et validation	

	D.1	Réalisation	57
	D.2	Validation in-situ	59
Е		Conclusions du chapitre	62
Ré	férence	25	62
Chap	itre 3	Stratégie de cyclage & Campagne expérimentale	65
А		Modèle numérique thermomécanique	65
	A.1	Conditions aux limites	66
	A.2	Validation du modèle	66
В		Indicateurs du comportement thermomécanique	68
	B.1	Définition des indicateurs	68
	B.2	Etude paramétrique	70
	В.З	Définition des coefficients de sensibilité	74
	B.4	Etude de sensibilité	75
	B.5	Choix des cyclages	78
С		Campagne de localisation de l'endommagement lors de cyclages sous concentration solaire	79
	C.1	Cyclages expérimentaux des échantillons de SiC	79
	С.2	Cyclages expérimentaux des échantillons d'Inconel 625	81
D		Conclusion du chapitre	85
Ré	férence	25	85
Chap	itre 4	Analyse du comportement in-situ	87
А		Le partitionnement des données (Clustering)	87
	A.1	Principe	88
	A.2	Indices de qualité	90
	A.3	Stratégie adoptée	91
В		Catégorisation ex-situ des défauts attendus	92
	B.1	Types d'essais	92
	B.2	Perturbations dues aux guides d'ondes en alumine	93
	B.3	Essai modèle du SiC	93
	B.4	Inconel 625	95
	B.5	Normalisation des essais ex-situ	98
С		Hypothèse de l'identification de l'endommagement par les cyclages solaires grâce à l'Emission	า
Ac	oustiqu	le	99
	С.1	Analyse des salves émises par le SiC	99
	С.2	Analyse des salves émises par l'Inconel 625	. 103
D		Corrélations conditions de cyclage / comportement in-situ	. 106

D.1	Corrélations des populations et des indicateurs du SiC	106
D.2	Corrélations des populations et des indicateurs de l'Inconel 625	108
E	Vers une prédiction de la durée de vie ?	110
E.1	S'inspirer de la loi d'Arrhenius	110
E.2	Capacité d'IMPACT à opérer des tests de vieillissement accéléré	111
F	Conclusions	117
Référen	ces	118
Chapitre 5	Voie d'amélioration d'IMPACT	121
А	Mesure optique des déformations	121
В	Contraintes expérimentales	123
B.1	Précision des mesures	123
B.2	Maîtrise des paramètres de nuisance	123
С	Etude numérique de la faisabilité	124
D	Choix de conception	126
D.1	Caméras : distance à l'échantillon, angle de visée et angle de vue	126
D.2	Angle de visée	126
D.3	Angle de vue	127
D.4	Conception de la structure	128
E	Réalisation	129
F	Conclusions	131
Référen	ces	131
Conclusio	n générale et Perspectives	133
Liste des F	igures	137
Liste des T	ableaux	141
Annexe 1	Réalisation d'un transducteur pour échographie ultrasonore à haute température	143
А	La magnétostriction	143
В	Dimensions du barreau magnétostrictif et de la bobine	143
Annexe 2	Script de la modélisation Code_Aster	145
А	Fichier Python	145
В	Fichier Commande (ex. de l'Inconel 625)	150
Annexe 3	Dilatation de la structure du dispositif photomécanique : Feuille de calcul	156
Résumé	158	
Abstract	158	

Cette thèse se positionne dans une problématique globale de recherche de solutions pour une production d'énergie compétitive, décarbonée, et à faible impact sur les ressources, telle que la production d'électricité par voie solaire. Les centrales solaires thermodynamiques sont une des voies les plus intéressantes pour produire de l'électricité à grande échelle, notamment du fait de la facilité de stocker la chaleur produite afin d'adapter la production aux besoins. Parmi les technologies disponibles, les centrales solaires à concentration ponctuelle permettent d'atteindre les meilleurs rendements. Le développement commercial est actuellement orienté vers les tours à récepteurs tubulaires ou surfaciques, qui permettent des géométries modulaires et dont la complexité de conception est maintenant maîtrisée. L'enjeu majeur consiste à pouvoir faire fonctionner ces récepteurs à des températures supérieures à 800°C de manière cyclique, ce qui nécessite l'emploi de matériaux à hautes performances ne se dégradant pas ou le moins possible avec le temps. Or, il a été constaté que des mécanismes d'endommagement pouvaient survenir au sein des matériaux utilisés. Il est donc primordial d'étudier le comportement des matériaux soumis aux conditions opératoires extrêmes, et de se préoccuper de leur tenue dans le temps : c'est la motivation des travaux présentés dans ce manuscrit.

Ces travaux sont soutenus par le projet SFERA II (Solar Facilities for the European Research Area), qui rassemble 7 pays européens acteurs de la recherche dans le domaine de l'énergie solaire à concentration : Espagne (CIEMAT), Italie (ENEA, UTV), Allemagne (DLR), Suisse (PSI, ETHZ), France (CEA-INES, CNRS, UNILIM), Portugal (INESC-ID, Universidade de Evora), et Belgique (ESTELA). L'objectif global de ce projet articulé en 15 work-packages (WP) est de favoriser les collaborations scientifiques, de valoriser les installations solaires à concentration des laboratoires impliqués, et d'en faciliter l'accès pour les chercheurs. Les installations doivent donc notamment permettre des expérimentations répondant à des problématiques transversales telles que le vieillissement des composants. Lors de la première phase de ce projet (SFERA I), des travaux du CNRS PROMES ont abouti à un montage expérimental et une méthode de cyclage adaptés à l'étude du vieillissement thermique de ces matériaux (thèse d'A. Boubault). Au sein de SFERA II, la problématique est élargie à la tenue mécanique (WP 13). Pour répondre à ce nouveau challenge scientifique, le laboratoire PROMES dont les compétences portent sur le domaine de l'énergie solaire s'est allié à l'Université de Limoges, spécialiste de la caractérisation thermomécanique à haute température de céramiques réfractaires. La tâche correspondant à cette thèse vise à mettre au point des dispositifs et méthodes qui permettent aux chercheurs de tester la durabilité thermomécanique de divers matériaux pour récepteurs solaires.

Un des verrous réside dans le fait qu'il est difficile de reproduire fidèlement avec des essais de laboratoire classiques les chargements thermomécaniques complexes auxquels sont soumis les matériaux. Il est donc pertinent de s'intéresser aux techniques de diagnostic in-situ telles que l'émission acoustique, dont le potentiel pour répondre à la problématique sera argumenté à partir de l'état de l'art. En effet, cette technique permettrait à la fois : 1) de comparer le comportement à l'endommagement (chocs et cyclages) de différents échantillons de matériaux candidats pour les applications de récepteurs solaires, 2) de définir des signatures d'endommagement annonçant une dégradation sévère, qui pourrait être surveillée sur des récepteurs en fonctionnement. Cette thèse

s'attachera à estimer le potentiel de la technique à petite échelle, sur des échantillons de quelques centimètres de diamètre.

Un dispositif innovant sera donc conçu afin de démontrer les capacités pressenties de l'émission acoustique pour l'étude de l'endommagement des matériaux. Il devra remplir deux fonctions principales : 1) solliciter thermiquement les matériaux pour imposer des gradients de température et des contraintes mécaniques induites, comparables ou supérieures à celles subies lorsqu'ils sont utilisés comme récepteurs solaires ; 2) caractériser leur comportement (notamment à l'endommagement) lorsqu'ils sont soumis à ces sollicitations.

Le comportement du matériau devra être caractérisé lors de chocs thermiques répétés dans le temps. L'observation de ce comportement sur des temps d'essai plus courts que la durée de vie nominale du matériau implique d'augmenter la sévérité des chocs subis afin de potentiellement accélérer l'apparition des phénomènes d'endommagement. Ainsi, la méthode originale développée lors des travaux de thèse d'Antoine Boubault sur le vieillissement thermique des mêmes types de récepteurs solaires sera adaptée à une étude thermomécanique des matériaux constitutifs de ces derniers. Le principe consiste à définir des indicateurs numériques représentatifs du comportement des matériaux, et à étudier leurs variations sous différentes conditions limites (variation de l'amplitude, de la période, et de la valeur moyenne de la densité de flux solaire) au travers d'une étude de sensibilité. Les conditions permettant de stimuler ces indicateurs, et donc d'amplifier l'endommagement, seront retenues pour les essais expérimentaux.

L'endommagement des échantillons sera étudié au travers de l'analyse des salves acoustiques émises : leur nombre sera significatif de l'évolution de l'endommagement, tandis que leurs paramètres de forme (amplitude, fréquence, etc.) pourront être liés au type d'endommagement. Ainsi, les données acoustiques issues des cyclages seront réparties en groupes dits populations par une méthode de partitionnement des données, et des hypothèses seront proposées pour associer des phénomènes physiques à ces populations. Il sera alors possible d'observer l'évolution des différents types d'endommagement en fonction du type et de la durée des sollicitations. L'ensemble de ces éléments permettra d'évaluer le potentiel du dispositif pour des études de vieillissement, et de dégager des pistes d'améliorations.

Le manuscrit s'articulera autour de 5 chapitres :

Le **chapitre 1** amènera les éléments bibliographiques permettant de cerner la problématique des récepteurs pour les centrales solaires à concentration, ainsi que le potentiel de l'émission acoustique pour l'étude in situ des matériaux.

Le **chapitre 2** présentera les étapes de conception, test, et validation du dispositif innovant baptisé IMPACT pour *In-situ thermo-Mechanical Probe by ACoustic Tracking*.

Le **chapitre 3** abordera la méthodologie employée pour les études expérimentales réalisées par IMPACT, s'appuyant sur un modèle numérique développé avec Code_Aster. L'étude de sensibilité des indicateurs thermomécaniques permettra de définir différentes stratégies d'essais visant à stimuler si possible sélectivement l'endommagement des matériaux. Le potentiel des indicateurs à prédire cet endommagement sera évalué.

Le **chapitre 4** aura pour objectif d''étudier l'évolution du nombre de salves au sein de chaque population. La méthode de partitionnement des données employée pour délimiter les populations sera explicitée, et des hypothèses seront établies pour associer ces populations à des phénomènes

physiques. La dernière partie de ce chapitre sera consacrée à l'évaluation du potentiel du dispositif conçu associé à la méthode de conduite des tests dans l'objectif d'effectuer un vieillissement accéléré des matériaux.

Afin d'améliorer le dispositif d'essai, un développement complémentaire sera exploré au **chapitre 5**, permettant de confronter la localisation de l'endommagement à la localisation des contraintes et déformations survenant au cours des essais. La faisabilité de l'emploi d'une technique photomécanique sera évaluée. Un dispositif intégrant les exigences définies par les contraintes expérimentales sera conçu et réalisé, mais sa mise en œuvre à haute température ne sera pas validée dans le cadre de cette thèse.

•

Chapitre 1 PROBLEMATIQUE, ETAT DE L'ART ET OBJECTIFS

L'objectif de ce premier chapitre est d'introduire le sujet de la thèse. Un bref rappel de la problématique énergétique mondiale souligne la nécessité de développer de nouvelles énergies propres et renouvelables.

Parmi les solutions disponibles, il est pertinent de s'intéresser aux centrales solaires thermodynamiques. Elles peuvent être classées en quatre catégories : les centrales cylindroparaboliques, linéaires de Fresnel, paraboliques, ou à tour. Il est possible d'atteindre dans ces dernières un haut niveau de rendement (plus de 30% avec un cycle combiné Brayton/Rankine), elles ont donc un potentiel de développement important. Cependant, pour atteindre ce niveau de rendement qui les rend compétitives, les récepteurs de ces centrales doivent garantir des propriétés thermiques et mécaniques stables face aux sévères conditions de fonctionnement et durant toute leur exploitation. Or, il a été constaté que des mécanismes d'endommagement pouvaient s'opérer au sein des matériaux utilisés. Il est donc primordial d'étudier le comportement des matériaux soumis aux conditions opératoires extrêmes.

Il est cependant difficile de reproduire fidèlement avec des essais de laboratoire classiques les chargements thermomécaniques complexes auxquels sont soumis les matériaux. Il est donc pertinent de s'intéresser aux techniques de diagnostic in-situ, dont un état de l'art sera présenté avant de sélectionner une technique considérée particulièrement adéquate, l'émission acoustique.

A **PROBLEMATIQUE GLOBALE**

La consommation énergétique liée à l'activité de l'espèce humaine est un paramètre crucial de ce XXI^e siècle. Entre 1973 et 2014 (année du commencement de la mise en œuvre de cette thèse), l'approvisionnement mondial en énergie primaire annuel a été multiplié par plus de 2 pour atteindre le record de 13 700 Mtep (160 000 TWh), dont plus de 85% d'origine fossile (charbon, gaz, pétrole, nucléaire) [1]. Cette consommation, toujours plus importante, a des conséquences de moins en moins contestées sur la qualité de l'environnement et la disponibilité des ressources [2]. Il paraît alors indispensable, par ordre de priorité, d'adopter des comportement plus sobres, d'améliorer l'efficacité des procédés, et de développer les énergies renouvelables [3].

En effet, un kWh issu d'une source d'énergie renouvelable (vent, soleil, etc.) a un potentiel de changement climatique (Global Warming Potential, GWP) et une consommation d'énergie primaire ou « énergie grise » (Cummulative Energy Demand, CED) largement inférieurs à ceux d'un kWh issu d'une source d'énergie fossile [4] [5] (Tableau 1-1). Chaque région dispose de ressources propres qu'il est possible d'exploiter et de combiner pour produire une électricité majoritairement ou totalement renouvelable [6].

Le solaire est une des sources particulièrement intéressante à exploiter : en effet, chaque jour, la Terre reçoit du Soleil une quantité d'énergie pouvant couvrir la totalité de la consommation annuelle de l'espèce humaine [7]. Sur la Figure 1-1 est représentée en blanc la quantité d'énergie consommée chaque année par l'espèce humaine, proportionnellement aux potentiels finis des matières fossiles. Le volume associé à l'énergie solaire reçue chaque année par la Terre met en évidence l'abondance de la

source solaire. Pour capter et convertir cette énergie, les centrales solaires à concentration présentent de nombreux avantages : ce sont des installations de grande échelle à haut rendement ne nécessitant pas de matériaux aux ressources fortement limitées et à l'énergie grise relativement faible (Tableau 1-1), et surtout elles offrent la possibilité d'y intégrer un stockage thermique. Ces centrales sont rentables dans des conditions d'ensoleillement optimales que l'on retrouve principalement autour de la ceinture solaire, de part et d'autre de l'équateur [8]. Des solutions de « dry cooling » du générateur de vapeur existent pour limiter la consommation d'eau dans ces zones souvent désertiques, mais réduisent le rendement de conversion [9].

Procédé de conversion	GWP (gCO₂eq/KWh)	CED (MJ/kWh)
Centrale à charbon	1000	12,6
Centrale à gaz	760	7,79
Centrale à pétrole	880	11,9
Centrale nucléaire	12	78,8
Solaire PV	29,2	0,61
Solaire concentré	30,9	0,44
Eoliennes	9,4	0,13
Hydraulique	11,6	0,16
Géothermie	33,6	0,52



Tableau 1-1 : Indicateurs d'impact environnementauxde différents procédés de conversion [4] [5]

Figure 1-1 : Comparaison des réserves d'énergies primaires p/r au besoin annuel en énergie (2009) [7] 1 Twa = 8760 TWh

L'augmentation de ce rendement de conversion est un défi pour le développement compétitif des centrales solaires à concentration. Le prochain paragraphe est dédié à la présentation des technologies existantes et aux voies d'amélioration envisagées.

B UN DEFI POUR LES CENTRALES SOLAIRES A CONCENTRATION

B.1 LES TECHNOLOGIES DE CONVERSION

La majorité des centrales solaires à concentration (CSP) fonctionne selon le principe suivant : l'énergie solaire est captée par le champ solaire, puis concentrée sur un récepteur qui la convertit en chaleur. Cette chaleur est transmise au fluide caloporteur qui alimente le cycle thermodynamique produisant de l'électricité [10]. Différents concepts CSP existent, chacun se différenciant par son système de concentration qui peut être linéaire ou ponctuel (Figure 1-2) :

- les centrales cylindro-paraboliques [11] : les miroirs cylindro-paraboliques concentrant les rayons du Soleil sur un tube linéaire en acier recouvert d'une couche absorbante et isolé dans un tube en verre :
- les centrales linéaires de Fresnel (LFR) [12] : des miroirs plans pivotant autour d'axes parallèles réfléchissent les rayons du Soleil en direction d'un tube linéaire. Un concentrateur secondaire redirige vers le tube absorbeur les rayons qui ne l'impactent pas directement ;

- les centrales paraboliques (Dish Stirling) [13] : une parabole suit la course du Soleil en pivotant sur deux axes et concentre le rayonnement sur un récepteur ponctuel placé au point focal de la parabole, qui est souvent couplé à un moteur Stirling ;
- les centrales à tour [14] : les héliostats (champ de miroirs plans) suivent la course du Soleil en pivotant sur deux axes et concentrent ses rayons sur un récepteur ponctuel situé au sommet d'une tour.

La première centrale solaire commerciale (SEGS I) fut construite en 1984 aux USA. En 2016, 4,8 GW sont installés dans le monde, et 1,6 GW sont en construction. La technologie cylindro-parabolique sur laquelle est basé le fonctionnement de SEGS I s'est imposée depuis les années 80 comme la technologie conventionnelle [15], totalisant plus de 80% des centrales en fonctionnement.





Les caractéristiques, avantages et limitations de ces technologies sont résumés dans le Tableau 1-2. Le stockage est un point important, puisqu'il permet de produire de l'électricité en continu, y compris pendant des passages nuageux ou la nuit. Son intégration est maîtrisée dans les centrales cylindroparaboliques, elle peut se faire sur une courte durée dans les centrales linéaires Fresnel (accumulateur de vapeur), elle est particulièrement rentable dans les centrales à tour (stockage haute température), mais elle demeure difficile dans les centrales paraboliques. Les impacts environnementaux sont similaires, avec une occupation du sol plus faible pour les systèmes à concentration linéaire et une consommation d'eau inférieure pour les systèmes à concentration ponctuelle. Ces systèmes présentent également des rendements plus intéressants, mais des coûts plus élevés du fait de leur faible maturité.

L'Agence Internationale de l'Energie (AIE) a estimé [7] que le coût du kWh solaire pourrait être diminué d'environ 60 %, si l'on s'appuyait sur 3 leviers fondamentaux : le volume de production, le changement d'échelle et les avancées technologiques. Parmi les avancées technologiques, l'augmentation du rendement de conversion est une piste majeure qui pourrait être développée grâce aux centrales à tour [16]. Cela est dû au fait qu'elles permettent d'atteindre :

- de hauts niveaux de concentration (le facteur de concentration C est supérieur à 1000, contre environ 80 pour les centrales cylindro-paraboliques), ceci réduit la surface du récepteur et ainsi les pertes thermiques [17];
- des températures élevées (supérieures à 800°C), ceci autorise des rendements de conversion plus importants par un cycle de Brayton (turbines à gaz) ou des cycles combinés (production de vapeur via un cycle de Rankine avec les chaleurs résiduelles du cycle de Brayton) [18], permettant d'approcher 30% de rendement annuel [14].

Туре	Linéaire		Ponctuelle	
Principe	Cylindro-parabolique	Fresnel	Parabolique	Tour
Ex. de centrale				
	Noor I, 160 MW	Dhursar, 250 MW	Maricopa, 1.5 MW	Crescent Dunes, 110 MW
C	80	50	1500	1000
Ттах	550°C	300°C	1000°C	800°C
η conv.	23-27%	18-22%	30%	20-27%
η annuel	15-16%	8-10%	26%	15-17%
Eau**	4.7 L.kWh ⁻¹ [19]	3-4 L.kWh ⁻¹ [15]	>0.1 L.kWh ⁻¹ [15]	1.4 L.kWh ⁻¹ [20]
Sol	6-8 m ² .MWh ⁻¹	4-6 m ² .MWh ⁻¹	8-12 m ² .MWh ⁻¹	8-12 m ² .MWh ⁻¹
GWP	26 gCO ₂ eq.kWh ⁻¹ [19]	31 gCO ₂ eq.kWh ⁻¹ [21]	NC	37 gCO ₂ eq.kWh ⁻¹ [20]
CED	0.4 MJeq.kWh ⁻¹ [19]	0.55 MJeq.kWh ⁻¹ [21]	NC	0.49 MJeq.kWh ⁻¹ [20]
Coût*	0.16 €/kWh	0.2 €/kWh	NC	0.2 €/kWh
Stockage	++	+	_	+++

Tableau 1-2 : Comparaison des technologies de centrales thermodynamiques. [22] [23] *pour générer 100 MW avec 2.5 MWh.m⁻².an⁻¹ d'ensoleillement, avec stockage si applicable **sans « dry cooling »

Cette technologie est donc l'un des moyens de conversion les plus efficaces et prometteurs pour les installations de grande échelle [22]. En effet, ce type de centrale représente moins de 15% du parc installé, mais près de 50% des projets en construction.

Le récepteur, siège de la conversion du rayonnement solaire en chaleur utile, est l'élément majeur d'une centrale à tour. Le paragraphe suivant est dédié à un bref état de l'art des options existantes.

B.2 LES RECEPTEURS POUR CENTRALES A TOUR

B.2.1 LE FLUIDE DE TRANSFERT

Quel que soit le type de récepteur, la température de fonctionnement sera limitée par le fluide de transfert (Figure 1-3). Les fluides liquides actuellement utilisés présentent des inconvénients majeurs en plus de leur caractère corrosif. Les sels fondus ont une gamme de température de travail limitée, 130-500°C pour le sel Hitec XL [24]. La vapeur d'eau demande de travailler à de très hautes pressions. Une nouvelle voie serait d'utiliser des métaux liquides [25], mais ces derniers peuvent être classés dangereux et sont hautement corrosifs. Les fluides gazeux tels que l'air ou le CO_2 sont plus simples d'utilisation, mais souffrent d'importantes consommations pour leur pompage et d'un faible coefficient de transfert, aux alentours de 300 W.m⁻² pour l'air et 700 W.m⁻² pour le CO_2 contre environ

7000 W.m⁻² pour les sels fondus [26]. Ce coefficient peut être optimisé, par exemple par une géométrie de récepteur optimale [27].



Figure 1-3 : Températures d'utilisation de fluides de transfert caractéristiques : 1 huile, 3 sels, 1 métal, gaz [26]

Dans le cadre de ces travaux, l'on s'intéresse à des températures de fonctionnement supérieures à 800°C. Il sera considéré que le fluide utilisé est l'air : en plus d'être disponible en abondance et neutre pour l'environnement, il présente l'avantage d'opérer sur une large gamme de température sans se détériorer. Ainsi, aucune contrainte particulière liée au fluide de transfert ne sera à prendre en compte pour sélectionner les types de récepteurs et matériaux d'étude, si ce n'est leur capacité à travailler sous pression.

B.2.2 LES TYPES DE RÉCEPTEURS

Il en existe trois catégories : tubulaires ou surfaciques [28], volumiques [29], et à suspension de particules [30] :

- tubulaires ou surfaciques : des panneaux de tubes ou de canaux reçoivent le rayonnement solaire, puis transmettent la chaleur au fluide qui passe à l'intérieur. Le fluide peut être sous pression. Les panneaux peuvent être assemblés de manière modulaire, sur les parois ou le fond d'une cavité, ou à l'extérieur des côtés de la tour ;
- volumiques : une structure poreuse métallique ou céramique, appelée « mousse », est soumise au flux solaire. L'objectif est d'obtenir un « effet volumique » : la mousse est chauffée dans son volume, la température de surface est alors minimisée, réduisant les pertes par rayonnement infrarouge. La chaleur est ensuite transmise au fluide de transfert circulant au travers de la mousse. Le récepteur peut être à pression atmosphérique ou sous pression si l'air est directement destiné à alimenter une turbine à gaz, ce qui nécessite l'utilisation d'un hublot vitré en face avant résistant aux conditions extrêmes de température et de pression ;
- à suspension de particules : des particules de taille micrométrique sont mises en suspension dans de l'air sous pression et chauffées soit directement par le rayonnement solaire lorsqu'elles sont dans une enceinte transparente, soit par le rayonnement du tube absorbeur lorsqu'il est opaque. L'air chauffé par l'échange avec les particules peut être directement utilisé pour alimenter un cycle de Brayton.

Туре	Tubulaires ou surfaciques	Volumique	A suspension de particules
Ex. de récepteur	Insulation Support frame Distributor Solugas [28]	SOLAIR 3000 [29]	Bestiole (vue 3D COMESSA) [30]
$\eta_{thermique}$	80-90% liquide 80-85% théorique gaz 40% prototype gaz	50-60%	80-90% théorique 50% prototype
Avantage	Robuste Mature Modulaire	« Effet volumique » Très hautes températures Modulaire	Grande surface d'échange Pas structurel Stockage thermique direct
Limitations Transferts thermiques gaz/tube Effet volumique mal maitrisé Inhomogénéité des T (°C « Hublot » pour le maintien de l'air sous pression		Effet volumique mal maitrisé Inhomogénéité des T (°C) « Hublot » pour le maintien de l'air sous pression	Complexité Instabilité du flux de particules
Améliorations	✓Coef de transfert [31] ✓ pertes radiatives et convectives	 ↗ le « air-return » ratio [32] ↘ pertes radiatives Géométrie optimale [33] 	 ↗Absorptivité ↗Temps de résidence ↘pertes radiatives & convectives

Tableau 1-3 : Comparaison des technologies de récepteurs de centrales à tour [14] [17]

Le Tableau 1-3récapitule les caractéristiques de chacun de ces récepteurs. Parmi eux, la solution la plus robuste est le récepteur tubulaire ou plat. C'est la technologie la plus mâture commercialement : son efficacité peut être optimisée, mais son développement n'est pas soumis à la levée d'un verrou tels que la maîtrise de l'effet volumique ou la stabilisation du flux de particules. Il est donc pertinent de valider prioritairement sa viabilité dans le temps.

Le récepteur tubulaire est un élément structurel : le matériau constituant les tubes ou les canaux devra donc non seulement répondre aux exigences de niveau de température, mais également maintenir sa stabilité mécanique face aux importants gradients de température.

B.3 LES MATERIAUX POUR RECEPTEURS TUBULAIRES/SURFACIQUES

Le matériau utilisé pour les récepteurs tubulaires doit posséder une large gamme de caractéristiques [34] :

- physiques : une conductivité thermique la plus élevée possible afin de favoriser le transfert de chaleur vers le fluide et limiter les gradients thermiques internes, et un faible coefficient de dilatation afin de limiter les déformations du récepteur ;
- chimiques : une résistance à l'oxydation et à la corrosion la plus élevée possible afin de garantir l'intégrité du récepteur ;
- mécaniques : une résistance au fluage aux températures atteintes (≈1000°C) la plus élevée possible et une ténacité suffisante pour supporter les variations de température en conditions opératoires (gradient de température le long du tube et dans son épaisseur).



A. Récepteur métallique : générateur de vapeur en Inconel dans la centrale Invanpah (BrightSource)



B. Récepteur céramique : Un module de SiC en test dans la cavité de la tour de la centrale THEMIS [35]

Figure 1-4 : Exemples de récepteurs tubulaires ou plats

Parmi les solutions les plus utilisées, on retrouve des alliages à base de nickel permettent d'atteindre des températures de l'ordre de 800-1000°C (Figure 1-4.A) [36] et certaines céramiques pouvant dépasser les 1200°C (Figure 1-4.B) [34].

B.3.1 MATÉRIAUX MÉTALLIQUES

Différents alliages ont été étudiés pour leur utilisation en tant que récepteurs solaires, et les plus performants se sont avérés être les alliages à base de nickel, comme le Haynes 230 ou 282, et Inconel 617, 625 ou 740, notamment de par leur résistance au fluage au-delà de 700°C [37]. De plus, ces métaux sont aisés à mettre en forme et déjà éprouvés sur le marché et certains répondent aux critères du *ASME Boiler and Pressure Vessel Code* [38] qui imposent de hautes performances en conditions extrêmes de température et de pression. Par contre, ces métaux présentent naturellement un coefficient de réflexion élevé. Il est alors nécessaire de les recouvrir d'une couche à haute absorptivité telle que la peinture Pyromark [39]. Cependant, pour atteindre les températures de fonctionnement d'une turbine à gaz (900-1300°C), la température de surface du récepteur devra dépasser 1000°C, il devient alors nécessaire d'utiliser des matériaux céramiques.

B.3.2 MATÉRIAUX CÉRAMIQUES

Parmi les matériaux céramiques, le Carbure de Silicium (SiC) est l'objet d'un intérêt particulier, notamment pour les récepteurs volumiques [40]. Son importante conductivité à haute température, sa haute absorptivité solaire, et son excellente stabilité thermique et chimique dans des environnements sévères [41] sont ses atouts. Le concept de récepteur surfacique en SiC a été validé expérimentalement [42] [43]. Une limitation de ce matériau est son émissivité importante, de l'ordre de 0.80 aux températures visées, qui génère des pertes radiatives importantes [44]. Cependant, le problème majeur reste le caractère fragile du comportement mécanique du SiC, pouvant mener à la ruine du récepteur. Peu de prototypes à échelle industrielle ont été testés, et deux prototypes ont rompu lors de leur fonctionnement [35].

D'autres matériaux céramiques ont également été étudiés, tels que l'alumine qui possède aussi une bonne stabilité dimensionnelle à haute température mais qui est défavorisé par sa faible absorptivité solaire et sa conductivité thermique chutant avec la température [45], les céramiques ultra-haute température (3000°C) habituellement utilisées dans le domaine aérospatial [36], ou encore le carbure de zirconium pour son caractère naturellement sélectif [44].



Figure 1-5 : Caractéristiques spectrales d'un récepteur solaire sélectif idéal, en pointillés [46]

La sélectivité d'un matériau est caractérisée par une réflectivité faible sur une gamme de longueurs d'ondes et une réflectivité importante sur le reste du domaine. La sélectivité recherchée pour les récepteurs solaire est une réflectivité proche de 0 pour les longueurs d'onde inférieures à 3 μ m et proche de 1 pour celles supérieures : c'est-à-dire que le matériau présente une haute absorptivité dans le domaine visible et une faible émissivité dans le domaine infra-rouge [46]. Il est possible d'améliorer les propriétés optiques des matériaux en travaillant la texturation de surface [47].

B.4 QUEL ENJEU ?

Bien qu'il soit important de développer de nouveaux matériaux toujours plus performants et résistants pour les applications solaires, il est également primordial de s'assurer que les performances durent sur le long terme (plusieurs dizaines d'années). L'évolution des propriétés thermophysiques des matériaux ayant un rôle dans les transferts thermiques, telles que la conductivité ou l'absorptivité, a été étudiée dans des conditions accélérées [48]–[53]. Cependant, très peu d'études ont été consacrées à la tenue mécanique dans le temps de ces matériaux [54][55].

C LE COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE DES MATERIAUX

Le comportement thermomécanique est associé ici à l'étude de la résistance du matériau vis-à-vis des sollicitations thermiques induisant des contraintes mécaniques. Cela consiste à étudier la réponse mécanique du matériau lorsqu'il passe plus ou moins brutalement d'une température initiale à une température finale, sur des durées variables.

C.1 LES CONTRAINTES THERMIQUES

Les conditions opératoires du récepteur vont soumettre les matériaux à des sollicitations cycliques :

- des cycles longs associés à l'alternance jour/nuit pouvant générer une fatigue polycyclique, qui peut être anticipée lors du dimensionnement du récepteur ;
- des cycles rapides associés aux passages nuageux, plus sévères, pouvant générer une fatigue en un faible nombre de cycles qui sera plus difficile à prévoir.

Au cours de ces sollicitations, les tubes ou canaux vont subir des gradients thermiques imposés élevés et variables, qui vont générer des *contraintes thermiques imposées* : d'une part dans leur épaisseur, entre la face irradiée et la paroi en contact avec le fluide caloporteur, et d'autre part dans leur hauteur, du fait de la répartition inhomogène du flux solaire. Ces gradients peuvent être de l'ordre de 7 K.mm⁻¹ [55]. Ils doivent être minimisés lors de la conception du récepteur, notamment en sélectionnant une épaisseur optimale [56], [57]. Ils ne pourront cependant pas être complètement évités, principalement dans la hauteur des tubes [58].

De plus, dans certains matériaux, des *contraintes thermiques internes* peuvent apparaître. Celles-ci sont dues aux différentiels de dilatation entre les différentes phases d'un matériau, par exemple entre les grains d'une céramique et la matrice cristalline qui les entoure. Si le coefficient de dilatation du grain est supérieur à celui de la matrice, alors un réseau de microfissures peut se créer, tandis que dans le cas inverse des décohésions apparaîtront [59]. Ainsi, les contraintes thermiques internes dépendent de la microstructure du matériau considéré : des sollicitations thermiques équivalentes n'engendreront donc pas des contraintes internes équivalentes.

C.2 LES PROPRIETES CARACTERISTIQUES

La sévérité du choc thermique (et donc des contraintes) peut être caractérisée par le nombre de Biot, noté *Bi*. Le choc est considéré comme « dur » si les échanges de chaleur induits sont intenses (*Bi* supérieur à 10) et mou dans le cas contraire (*Bi* inférieur à 3).

$$Bi = \frac{h \times l_c}{\lambda}$$
 Equation 1-1

Avec :

- *I_c* la longueur caractéristique de la pièce, soit la demi-épaisseur dans le cas d'une plaque plane infinie ;
- h le coefficient de transfert thermique. A haute température (T>500°C), le coefficient de transfert équivalent de rayonnement hrayonnement peut devenir non négligeable :

$$h_{rayonnement} = \varepsilon \times \sigma \times T$$
 Equation 1-2

Avec σ = la constante de Stefan-Boltzmann et ε l'émissivité du matériau.

> λ la conductivité.

On voit, au travers des Equation 1-1 et Equation 1-2, que l'importance du choc que va subir le matériau dépend de ses propriétés thermophysiques : une importante conductivité λ et une faible émissivité ε vont limiter la sévérité du choc.

Face à ce choc, le matériau doit pouvoir subir des déformations temporaires et des efforts brusques sans rompre. Cette aptitude est caractérisée par son élasticité et sa résilience. L'élasticité du matériau définit les déformations ε induites par une contrainte donnée.

$$\sigma = E \times \varepsilon$$
 Equation 1-3

Dans le cas d'une sollicitation thermique, la déformation du matériau sera également impactée par les phénomènes de dilatation thermique : celui-ci va s'allonger d'une valeur ΔI , liée au différentiel de température ΔT par le coefficient de dilatation thermique α .

$$\alpha = \frac{\Delta l}{l_0} \times \Delta T$$
 Equation 1-4

La résilience du matériau est décrite par la densité d'énergie qui devra être apportée avant qu'il ne quitte le domaine élastique.

$$U_{el} = \frac{\sigma_e \times \varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma_e^2}{2E}$$
 Equation 1-5

Le module d'Young *E* et la limite d'élasticité σ_e sont des propriétés clefs. Dans le cas d'un matériau fragile, la limite d'élasticité sera équivalente à la contrainte à la rupture σ_r . Dans le cas d'un matériau ductile, il pourra continuer à se déformer de manière plastique (irréversible) sans rompre jusqu'à ce que l'énergie nécessaire pour y parvenir ait été apportée (correspondant à l'aire sous la courbe contrainte/déformation en traction par exemple), tel que schématisé sur la Figure 1-6.



Déformation

Figure 1-6 : Courbe type d'un matériau élastoplastique. Energies de déformation élastique et plastique

L'endommagement dû à une répétition de ces chocs ou à un maintien des sollicitations sur la durée risque d'amoindrir significativement les propriétés intrinsèques du matériau.

C.3 LES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT DES RECEPTEURS

Plusieurs types d'endommagement peuvent apparaître lors de l'utilisation des matériaux métalliques et céramiques pour une application de récepteur solaire [34] [60] :

- une délamination ou une érosion de la couche absorbante le cas échéant ou d'une couche d'oxydation formée en surface ;
- des dislocations, des décohésions, ou des microfissurations au sein de la microstructure.

Ces mécanismes sont spécifiques à la nature du matériau : en effet, une céramique ou un alliage ne présentent pas le même type de microstructure.

A haute température et sous air, les alliages à base de nickel tel que l'Inconel vont s'oxyder. Une délamination de la couche de peinture ou d'oxyde (Figure 1-7.A) va introduire une couche d'air défavorisant le transfert thermique, pouvant diminuer les performances de l'absorbeur et entrainer des échauffements locaux indésirables. L'érosion de cette couche modifie la rugosité de surface (Figure 1-7.B), pouvant provoquer l'apparition de fissures [61]. Des fissures d'interface peuvent également se développer.





A. Coupe d'un tube absorbeur (face interne). Délamination de la couche d'oxyde

B. Coupe d'un tube absorbeur (face externe). Erosion du dépôt de peinture

Figure 1-7 : Observation de tubes absorbeurs de la centrale Solar Two après 1500 h de fonctionnement [62]

Au sein de ces alliages, il est possible de rencontrer des dislocations dans les plans de glissement générant des fissures de fatigue (contraintes répétées), ou dans la matrice générant des fissures de fluage (haute température) [63]. Les fissures de fatigue peuvent par exemple être initiées par une plastification locale (multiplication des dislocations) qui vont « s'auto-bloquer » par coalescence, puis propagées lorsque l'énergie de déformation apportée dépasse l'énergie nécessaire à la plastification de la zone micro-fissurée. Le fluage apparaît à haute température, à partir de 50% de la température de fusion, et déclenche la nucléation et la croissance de cavités. Sous contrainte mécanique à haute température, ces sollicitations peuvent engendrer des dommages cumulés (Figure 1-8).



Figure 1-8 : Exemple de propagation de fissuration intergranulaire dans un alliage à base de nickel (Inconel 800H) sollicité en tension/compression à 850°C. Les flèches indiquent les fissures de fluage [61]

Les céramiques sont généralement moins sensibles à l'oxydation que les métaux, mais peuvent y être soumises : par exemple, une couche de silice peut apparaître en surface du SiC à partir de 800°C, puis

se volatiliser par oxydation active au-delà de 1600°C. De la même manière que pour les alliages de nickel, les changements de rugosité induits par l'oxydation peuvent favoriser l'apparition de microfissures.

Au sein de ces matériaux, les différentiels de dilatation thermique entre la matrice et les grains vont entraîner des décohésions ou des microfissurations (Figure 1-9). D'autre part, la présence intrinsèque de défauts dans le matériau va créer des zones de concentration de contraintes d'où peuvent partir des fissures.



Figure 1-9 : Contraintes thermiques internes

liées aux différences de coefficient de dilatation des constituants présents dans la microstructure [59]

Ces différents types d'endommagement peuvent provoquer des pertes de rigidité importantes et induire une fragilisation du matériau pouvant mener à sa ruine dans des conditions moins sévères que les limites d'utilisation [64]. Il est donc essentiel de mobiliser des méthodes et moyens permettant une meilleure compréhension des phénomènes d'endommagement, avant d'atteindre une dégradation majeure, ou pire, une rupture brutale.

D LES TECHNIQUES POUR LE SUIVI DE L'ENDOMMAGEMENT

L'endommagement est observable macroscopiquement lorsqu'il est déjà dans sa phase ultime proche de la ruine complète de la structure. Sa détection précoce, c'est-à-dire à l'échelle microscopique, s'effectue grâce à des techniques expérimentales non destructives ou destructives [60]. L'objectif des paragraphes suivants est de présenter les différentes techniques potentiellement applicables à notre problématique et de sélectionner celle qui sera la plus adéquate et adaptée possible pour la détection, la localisation et l'identification de l'endommagement des matériaux constituant le récepteur solaire soumis aux sollicitations thermomécaniques en service.

D.1 POURQUOI UNE TECHNIQUE NON-DESTRUCTIVE ?

De manière classique, la résistance à l'endommagement des matériaux est évaluée par des essais mécaniques en laboratoire, tels que les essais de flexion ou de traction qui permettent d'obtenir des représentations du comportement mécanique (en général des courbes contrainte/déformation). La résistance aux différents mécanismes d'endommagement est quantifiée par des essais standardisés

[65]. L'inconvénient majeur de ces tests réside dans la difficulté à reproduire fidèlement les conditions opératoires réelles.

Le contrôle non destructif (CND) consiste à ausculter une pièce pour repérer d'éventuels défauts ou hétérogénéités sans modifier ses caractéristiques géométriques ou la nature du ou des matériaux qui la composent. Autrement dit, le contrôle n'influe pas sur le chargement mécanique ou thermique de la pièce, mais vient uniquement observer les modifications induites par celui-ci. La pièce n'étant pas détériorée suite à ce contrôle, elle peut de nouveau être soumise aux sollicitations d'utilisation, puis de nouveau contrôlée, etc. Ainsi, l'évolution du dommage peut être observée. Certaines techniques, en plus d'être non-destructives, peuvent être mises en œuvre <u>in-situ</u>, c'est-à-dire pendant le fonctionnement de la pièce : l'endommagement est alors suivi en temps réel, et la mise en œuvre associée à la mesure est simplifiée. Ces techniques permettent non seulement un contrôle de l'intégrité des pièces, mais également l'évaluation et la caractérisation de leur comportement sous sollicitations sévères.

De plus, les mesures in-situ pouvant évaluer la nocivité (nature et dimensions) des défauts apparaissant sur des pièces en service sans interruption, c'est une technique parfaitement adaptée à la maintenance préventive des installations. Une technique validée comme adéquate pour le suivi de l'endommagement des matériaux pourrait donc être extrapolée à la surveillance des récepteurs en fonctionnement. Cela a d'ailleurs été récemment étudié pour les récepteurs de centrales cylindroparaboliques et des récepteurs volumiques [66].

	Non destructif	Destructif
Avantages	Analyse d'un chargement réel Suivi dans le temps	Lois de comportement établies Tests standardisés
Limitations	Analyse et interprétation des données	Représentativité du chargement
	Tableau 1-4 : Avantages et inconvénients des techniques destructives ou non	

Les principaux avantages et limitations des techniques destructives ou non sont présentés dans le Tableau 1-4.

D.2 CHOIX D'UNE TECHNIQUE NON-DESTRUCTIVE

Les techniques de contrôle et d'essais non destructifs sont apparues au début de la seconde moitié du vingtième siècle, et se sont particulièrement développées dans l'industrie au début des années 80. Elles sont aujourd'hui très présentes, notamment dans les domaines de la métallurgie, de l'aéronautique, ou du pétrole [67].

La Figure 1-10 répertorie les différentes techniques non destructives de détection de défauts, en fonction de la dimension et de la position de ces derniers. Comme évoqué en début de paragraphe, l'observation des premiers stades de l'endommagement nécessite des techniques capables de détecter des défauts trop petits pour être visibles à l'œil nu. Les techniques visuelles, automatisées ou non, sont donc inadéquates. Il est probable que dans le cas d'un récepteur solaire, les défauts apparaissent à la surface, qui est la zone de plus forte contrainte [55] : il n'est donc pas indispensable de s'orienter vers une technique permettant de détecter des défauts dans le volume. Cependant, comme cela a été abordé précédemment, plusieurs types de matériaux peuvent être utilisés pour les

récepteurs (métalliques ou céramiques) et la technique de détection sélectionnée doit être adaptable à chacun. C'est pourquoi les techniques basées sur les courants de Foucault et la magnétoscopie, respectivement limitées aux matériaux conducteurs électriques et ferromagnétiques, ont été écartées.



Figure 1-10 : Techniques non destructives de détection de défauts, en fonction de leur taille et de leur position (inspiré de [67] *et* [68]*)*

Parmi les techniques restantes, celles d'émission acoustique se distinguent. En effet, elles présentent l'avantage de pouvoir être opérées *in-situ*, de couvrir un large spectre dimensionnel de défauts, et de détecter ceux pouvant apparaître en profondeur. C'est donc une technique qui semble particulièrement adéquate pour observer en conditions réelles l'endommagement des récepteurs. Afin d'argumenter ce choix, le paragraphe suivant approfondit les possibilités offertes par cette technique.

D.3 EMISSION ACOUSTIQUE ET LOCALISATION

L'émission acoustique est un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires résultant des micro-déplacements locaux internes à un matériau [69]. La fréquence de ces ondes se situe entre quelques dizaines de kHz jusqu'à quelques MHz (généralement autour de 1 MHz). L'apparition de micro-déplacements peut être induite par des évènements d'origine :

- mécanique : mouvement de dislocations, transformations de phases, formation de délamination ou de fissures, ruptures, impacts, frottements, fuites, etc.
- physico-chimique : corrosion, dégagement gazeux, croissance et rupture de couches d'oxydes, croissance cristalline, etc.



Figure 1-11 : Principe de l'émission acoustique : Création, propagation et détection d'une onde acoustique. A: onde volumique, B: onde surfacique, C: capteur (d'après [70])

L'émission acoustique désigne également, par extension, la méthode d'essai s'appuyant sur ce phénomène. C'est une méthode non destructive et passive, c'est-à-dire que le phénomène observé est généré naturellement par le système étudié et non pas déclenché par une sollicitation issue du système de mesure. Elle permet de suivre la progression de l'endommagement en temps réel d'un composant en fonctionnement. Les évènements se produisant dans le matériau vont en affecter la microstructure, ce qui génère des ondes élastiques pouvant être détectées par un capteur piézoélectrique (Figure 1-11) positionné à la surface. Le signal émis est appelé « salve acoustique ».



Figure 1-12 : Paramètres de forme associés à une salve d'émission acoustique

Les salves enregistrées sont caractérisées par leur forme et notamment par certains paramètres directement extraits de la forme d'onde du signal (Figure 1-12). On distingue parmi eux des paramètres temporels comme :

- la durée D (μs) qui est le résultat de la mesure du temps entre le premier et le dernier dépassement du seuil dans chaque salve ;
- > le temps de montée t_m (µs) ou l'intervalle de temps qui sépare le moment du premier dépassement de seuil du moment où l'amplitude maximale est atteinte.

Ou encore des paramètres permettant de quantifier le signal comme :

- le nombre de coups N_c ou nombre de fois où la valeur de l'amplitude du signal dépasse la valeur seuil d'acquisition ;
- I'amplitude maximale A_m (dB_{EA}) du signal pendant la durée d'une salve, décrite par le rapport logarithmique entre la tension crête et celle de référence (liée au gain du préamplificateur).

L'acquisition et la détermination de ces paramètres permettent le calcul d'autres caractéristiques. On peut citer, par exemple *l'énergie absolue* E_a du signal exprimée en atto-joules (10⁻¹⁸ J), qui est l'intégrale du carré de l'amplitude de la salve sur toute la durée du signal (Equation 1-6).

$$E_a = \int_0^D A_m^2(t) dt \qquad \qquad Equation 1-6$$

L'utilisation d'un algorithme de transformée de Fourier rapide (FFT) permet d'accéder à des paramètres fréquentiels de la salve. Parmi les plus utilisés se trouvent :

- Ia fréquence au pic f_p (kHz) qui caractérise la fréquence maximale enregistrée sur la durée du signal ;
- Ia fréquence centroïde f_c (kHz) qui correspond au barycentre fréquentiel du spectre, i.e. une somme des amplitudes fréquentielles divisée par le nombre de ces amplitudes enregistrées telle que décrite Equation 1-7, avec f la fréquence obtenue pour chaque point S(f) de la représentation FFT.

$$f_c = \frac{\int_0^\infty fS(f)df}{\int_0^\infty S(f)df}$$
 Equation 1-7

Cette technique trouve des applications dans de nombreux domaines, tels que l'identification de mécanismes d'endommagement dans les composites [71], [72] ou les céramiques [73], ou encore la caractérisation de la rupture de fatigue dans les métaux [74]. Beaucoup d'études utilisent un suivi du nombre de salves, du nombre de coups ou de l'énergie cumulés avec le temps ou tout autre paramètre caractérisant l'avancement d'un processus.

Par exemple, Chotard *et al.* [73] ont corrélé l'évolution du nombre salves cumulées d'un échantillon céramique (Figure 1-13.A) à celle de ses propriétés élastiques (Figure 1-13.B) en fonction de la température. Ainsi, cinq stades d'évolution de la microstructure ont pu être détectés, et des hypothèses sur les mécanismes en jeu ont été avancées. L'endommagement a lieu lors du refroidissement, et commence par un micro-déplacement entre les grains et la matrice (Stade III), qui engendre une décohésion des phases avec une propagation d'abord importante (Stade IV) puis moins marquée (Stade V). A température ambiante, le matériau est endommagé : son faible module d'Young atteste d'une mauvaise cohésion entre les grains et la matrice (Stade I). Lors de la montée en température, un phénomène de « guérison » apparaît, générant une faible activité acoustique due aux frictions entre les surfaces des microfissures (Stade II). Ces hypothèses ont été corroborées par des mesures du coefficient de dilatation du matériau : en effet, l'émission acoustique ne donne qu'une information qualitative.



Figure 1-13 : Etude du comportement d'un échantillon de cordiérite-mullite en fonction de la température [73]

Il est généralement nécessaire de combiner l'observation de paramètres d'intensité (nombre de coups, amplitude) et de forme (énergie, fréquence) pour identifier non seulement l'importance de l'endommagement, mais également son type. L'énergie d'un signal d'émission acoustique peut être

un indicateur pertinent, du fait qu'elle soit proportionnelle à celle du dommage l'ayant créée [75]. De même, les paramètres fréquentiels sont fortement liés au type de dégradation : dans les travaux de Yang *et al.* [76], il est clairement mis en évidence que l'amplitude seule des signaux ne suffit pas à les différencier, tandis que la comparaison de leur fréquence au pic (maximale) aboutit à une classification claire. Cette classification a pu être opérée du fait de la connaissance préalable de la « signature acoustique » des différents types de défauts, présentée dans la Figure 1-14.



Figure 1-14 : Caractéristiques fréquentielles des défauts dus à la corrosion apparaissant dans un système de barrière thermique (substrat et revêtement) [76]

Dans le cas où plusieurs mécanismes d'endommagements non-identifiés apparaissent simultanément, il peut être nécessaire de recourir à une analyse statistique pour isoler les groupes de salves émises par chacun d'entre eux. Différents algorithmes existent, tels que la méthode des K-moyennes, les réseaux de neurones, ou les algorithmes génétiques [77].



A. Clusters des évènements acoustiques apparus dans la zone d'observation

B. Comptage des fissures apparaissant à une déformation de 0,2% (ronds blancs)



Dans une étude sur l'endommagement d'un composite carbone-PPS lors d'un test de traction quasistatique [71], les salves détectées ont été discriminées par leur amplitude et leur fréquence au pic (Figure 1-15.A), dissociant ainsi trois groupes d'évènements appelés *clusters*. Les clusters ont été isolés par la méthode des k-moyennes, et leur nombre optimal est identifié au travers de deux indicateurs : le coefficient de silhouette définissant la qualité intra-cluster (densité, dissociation), et l'indice de Davies-Bouldin comparant les distances intra et inter clusters. Le premier doit être maximisé, tandis que le second doit être minimisé. Durant le test, une caméra CCD permet l'observation de la surface de l'échantillon (Figure 1-15.B). En comparant le nombre de salves de chaque cluster au nombre de fissures apparaissant en surface lors du chargement, le cluster 1 (CL1) a été identifié comme celui définissant la « signature acoustique » de la fissuration entre les fibres de la matrice.



Figure 1-16 : Principe de la localisation par triangulation

Un autre avantage de la technique d'émission acoustique réside dans son aptitude à localiser les évènements ayant donné lieu aux salves enregistrées [78], ce qui peut apporter des informations utiles sur la structure du matériau [79]. La localisation 2D implique au minimum 3 capteurs en contact avec le matériau. La position de l'évènement est calculée par triangulation, comme illustré sur la Figure 1-16 [80]. Lorsque la source d'un évènement *S* apparaît à une distance d_i d'un capteur, la salve met un temps t_i pour atteindre le capteur correspondant (Equation 1-8**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

$$d_i = v \times t_i$$
 Equation 1-8

où v est la vitesse à laquelle l'onde se propage. Elle dépend du matériau et est supposée constante dans un matériau homogène. La distance d_i entre le capteur 1 (x_1 , y_1) et la source (x_s , y_s) est alors donnée par l'Equation 1-9.

$$d_i = \sqrt{(x_1 - x_S)^2 + (y_1 - y_S)^2}$$
 Equation 1-9

Etant donné que la position de la source et l'instant t_0 où elle apparaît sont tous deux inconnus, chaque instant t_i donné est relatif à t_0 . La différence entre ces deux temps nous permet d'écrire l'Equation 1-10 pour chaque capteur.

$$\Delta t_{i,calc} = t_i - t_0 = \frac{\sqrt{(x_i - x_S)^2 + (y_i - y_S)^2} - \sqrt{(x_1 - x_S)^2 + (y_1 - y_S)^2}}{v}$$
 Equation 1-10

Il s'agit maintenant de combiner les i équations obtenues pour déterminer xs et ys

Un capteur peut détecter plusieurs salves provenant d'un même évènement, du fait des échos issus des réflexions multiples du signal dans l'échantillon par exemple. Afin d'éviter la localisation d'évènements inexistants, le calcul doit éviter de considérer ces salves résiduelles en s'appuyant, par exemple, sur une méthode de minimisation des moindres carrés ordinaires [81]. Le critère χ^2 est calculé, correspondant au carré de la différence entre les instants mesurés par les capteurs $\Delta t_{i,obs}$ et ceux calculés $\Delta t_{i,calc}$ (Equation 1-11).

Equation 1-11

$$\chi^2 = \sum_{i} (\Delta t_{i,obs} - \Delta t_{i,calc})^2$$

Le critère est calculé pour différentes valeurs de x_s et y_s jusqu'à obtenir par itération une valeur minimale. Il y a donc autant d'équations que de capteurs, ce qui implique que l'ajout d'un capteur améliorera la précision de la localisation. De plus, augmenter le nombre de capteurs permet également de diminuer la sensibilité du résultat aux éventuelles variations de vitesse des ondes [78].

Ainsi, d'une part l'étude statistique des paramètres de forme présentés ci-avant et extraits des signaux enregistrés va permettre d'obtenir des informations essentielles quant à l'identification des phénomènes à l'origine des signaux et également sur le comportement mécanique et physicochimique du matériau soumis à des sollicitations de natures diverses. D'autre part, il va être possible, à partir des informations reçues et triangulées par un maillage de capteurs, de localiser la source du signal d'émission acoustique (appelé pour l'occasion évènement), ceci permettant l'approche prédictive des phénomènes de ruine soudaine (rupture brutale) du matériau testé.

De manière complémentaire avec ce suivi, il est également possible de déterminer par des techniques optiques le champ de déformations résultant de l'état de contrainte appliqué à l'échantillon. La confrontation entre les évènements localisés par la technique d'émission acoustique et la « topographie » du champ de déformation devrait permettre une détermination et une analyse encore plus fine des phénomènes impliqués dans le comportement thermomécanique du matériau. Les travaux préliminaires relatifs à cette technique appelée technique « photo-mécanique » seront détaillés dans le chapitre 5.

E CONCLUSION DU CHAPITRE

Ce chapitre a permis d'introduire le sujet de thèse, qui s'inscrit dans une problématique globale de recherche de solutions pour une production d'énergie compétitive, décarbonée, et à faible impact sur les ressources, telle que la production d'électricité par voie solaire. Parmi les technologies disponibles, les centrales solaires à concentration ponctuelle permettent d'atteindre les meilleurs rendements. Le développement commercial est actuellement orienté vers les tours à récepteurs tubulaires ou surfaciques, qui permettent des géométries modulaires et une conception à la complexité maitrisée. L'enjeu majeur consiste à pouvoir faire fonctionner ces récepteurs à des températures supérieures à 800°C de manière cyclique, ce qui nécessite l'emploi de matériaux à hautes performances ne se dégradant pas avec le temps.

Les alliages à base de nickel et les céramiques réfractaires présentent des propriétés physiques (conductivité, coefficient de dilatation thermique), chimiques (stabilité à haute température, résistance à la corrosion et l'oxydation), et mécaniques (résistance au fluage, ténacité) adaptées aux conditions extrêmes de températures et de contraintes thermiques. Cependant, leur tenue face à ces sollicitations appliquées de manière cyclique est encore mal connue. Il est attendu que des mécanismes d'endommagement se développent et se cumulent, menant à une dégradation qui peut être fatale. Parmi ces mécanismes, on retrouve de l'oxydation, de la délamination, des décohésions ou des dislocations.

Afin de suivre l'évolution de ces endommagements en conditions opératoires, il a été mis en évidence l'intérêt des techniques d'évaluation non-destructives et in-situ. Parmi les techniques disponibles, le choix s'est porté sur l'émission acoustique. En effet, l'analyse des paramètres acoustiques et des formes d'onde des salves émises à l'apparition d'un défaut permet :

- d'estimer la sévérité de l'endommagement en suivant le cumul des amplitudes ou du nombre de salves ;
- de discriminer les différents types de défauts en définissant des clusters de manière statistique à partir de la fréquence et de l'énergie des salves par exemple ;
- de localiser la source de chaque salve (donc la position du défaut) grâce au relevé des temps d'arrivée par plusieurs capteurs.

C'est une technique qui a fait ses preuves dans différents domaines, mais qui n'a jamais été utilisée dans celui de l'énergie solaire. Son adaptation au suivi de l'endommagement des matériaux pour des applications de récepteurs de centrales à tour est l'objectif de cette thèse.

Pour y parvenir, il est nécessaire de développer un nouveau dispositif expérimental et de définir les méthodes de test appropriées. Le prochain chapitre est consacré à la présentation plus en détail des matériaux étudiés, et à la conception du dispositif.

Références

- [1] International Energy Agency, "Key world energy statistics," 2016.
- [2] GIEC, "Changements climatiques 2014 Rapport de synthèse," 2015.
- [3] Association négaWatt, *Le Manifeste négaWatt*. 2015.
- [4] F. Asdrubali, G. Baldinelli, et al., "Life cycle assessment of electricity production from renewable energies: Review and results harmonization," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 42, pp. 1113–1122, 2015.
- [5] D. Scannapieco, V. Naddeo, and V. Belgiorno, "Sustainable power plants: A support tool for the analysis of alternatives," *Land use policy*, vol. 36, pp. 478–484, 2014.
- [6] ADEME, "Un mix électrique 100% renouvelable ? Analyses et optimisations," 2015.
- [7] EASAC, "Concentrating solar power: its potential contribution to a sustainable energy future," EASAC policy, vol. 16, 2011.
- [8] SCHOTT Solar CSP GmbH, "Setting the benchmark.".
- [9] A. Liqreina and L. Qoaider, "Dry cooling of concentrating solar power (CSP) plants, an economic competitive option for the desert regions of the MENA region," *Sol. Energy*, vol. 103, pp. 417–424, 2014.
- [10] H. L. Zhang, J. Baeyens, J. Degrève, and G. Cacères, "Concentrated solar power plants: Review and design methodology," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 22, pp. 466–481, 2013.
- [11] A. Fernández-García, E. Zarza, L. Valenzuela, and M. Pérez, "Parabolic-trough solar collectors and their applications," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 14, no. 7, pp. 1695–1721, Sep. 2010.
- [12] H. Beltagy, D. Semmar, C. Lehaut, and N. Said, "Theoretical and experimental performance analysis of a Fresnel type solar concentrator," *Renew. Energy*, vol. 101, pp. 782–793, 2017.
- [13] T. Mancini, P. Heller, et al., "Dish-Stirling Systems: An Overview of Development and Status," J. Sol. Energy Eng., vol. 125, no. 2, p. 135, 2003.
- [14] O. Behar, A. Khellaf, and K. Mohammedi, "A review of studies on central receiver solar thermal power plants," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 23, pp. 12–39, 2013.
- [15] Cohen, W. Kearney, and J. Kolb, "Final report on the operation and maintenance improvement program for concentrating solar power plants." 1999.
- [16] G. J. Kolb, C. K. Ho, T. R. Mancini, and J. A. Gary, "Power Tower Technology Roadmap and Cost Reduction Plan," no. April, 2011.
- [17] C. K. Ho and B. D. Iverson, "Review of high-temperature central receiver designs for concentrating solar power," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 29, pp. 835–846, Jan. 2014.
- [18] M. T. Dunham and B. D. Iverson, "High-efficiency thermodynamic power cycles for concentrated solar power systems," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 30, pp. 758–770, 2014.
- [19] J. J. Burkhardt, G. A. Heath, and C. S. Turchi, "Life cycle assessment of a parabolic trough concentrating solar power plant and the impacts of key design alternatives.," *Environ. Sci. Technol.*, vol. 45, no. 6, pp. 2457–64, Mar. 2011.
- [20] M. B. Whitaker, G. A. Heath, et al., "Life cycle assessment of a power tower concentrating solar plant and the impacts of key design alternatives," *Environ. Sci. Technol.*, vol. 47, no. 11, pp. 5896–5903, 2013.

- [21] Y. Hang, K. Balkoski, and P. Meduri, "Lyfe cycle analysis of linear Fresnel solar power technolgy," in ASME *Power Conference*, 2013, pp. 1–9.
- [22] D. A. Baharoon, H. A. Rahman, et al., "Historical development of concentrating solar power technologies to generate clean electricity efficiently A review," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 41, 2015.
- [23] A. Ferrière, "Centrales solaires thermodynamiques," *Techniques de l'Ingénieur*, 20108.
- [24] C.-J. Li, P. Li, K. Wang, and E. Emir Molina, "Survey of Properties of Key Single and Mixture Halide Salts for Potential Application as High Temperature Heat Transfer Fluids for Concentrated Solar Thermal Power Systems," AIMS Energy, vol. 2, no. 2, pp. 133–157, 2014.
- [25] A. Fritsch, J. Flesch, V. Geza, C. Singer, R. Uhlig, and B. Hoffschmidt, "Conceptual Study of Central Receiver Systems with Liquid Metals as Efficient Heat Transfer Fluids," *Energy Procedia*, vol. 69, pp. 644–653, 2015.
- [26] H. Benoit, L. Spreafico, et al., "Review of heat transfer fluids in tube-receivers used in concentrating solar thermal systems: Properties and heat transfer coefficients," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 55, pp. 298–315, 2016.
- [27] K. Qiu, L. Yan, M. Ni, C. et al., "Simulation and experimental study of an air tube-cavity solar receiver," *Energy Convers. Manag.*, vol. 103, pp. 847–858, 2015.
- [28] M. Quero, R. Korzynietz, et al., "Solugas Operation experience of the first solar hybrid gas turbine system at MW scale," *Energy Procedia*, vol. 49, pp. 1820–1830, 2013.
- [29] A. L. Ávila-Marín, "Volumetric receivers in Solar Thermal Power Plants with Central Receiver System technology: A review," *Sol. Energy*, vol. 85, no. 5, pp. 891–910, 2011.
- [30] I. Prez Lopez, H. Benoit, et al., "On-sun operation of a 150 kWth pilot solar receiver using dense particle suspension as heat transfer fluid," *Sol. Energy*, vol. 137, no. November, pp. 463–476, 2016.
- [31] A. Colleoni, A. Toutant, and G. Olalde, "Simulation of an innovative internal design of a plate solar receiver: Comparison between RANS and LES results," *Sol. Energy*, vol. 105, pp. 732–741, Jul. 2014.
- [32] P. Sharma, R. Sarma, et al., "On the Design and Evaluation of Open Volumetric Air Receiver for Process Heat Applications," *Energy Procedia*, vol. 57, pp. 2994–3003, 2014.
- [33] F. Gomez-Garcia, S. Tamayo-Pacheco, et al., "Numerical analysis of radiation propagation in a multi-layer volumetric solar absorber composed of a stack of square grids," *Sol. Energy*, vol. 121, pp. 94–102, 2015.
- [34] D. G. Morris, A. López-Delgado, et al., "Selection of high temperature materials for concentrated solar power systems: Property maps and experiments," *Sol. Energy*, vol. 112, pp. 246–258, 2015.
- [35] C. Leray, "Etude du comportement thermique et thermomécanique des récepteurs solaires sous haut flux radiatif," Université de Perpignan Via Domitia, 2017.
- [36] C. Pabst, G. Feckler, et al. "Experimental performance of an advanced metal volumetric air receiver for Solar Towers," *Renew. Energy*, vol. 106, pp. 91–98, 2017.
- [37] J. A. Siefert, C. Libby, and J. Shingledecker, "Concentrating solar power (CSP) power cycle improvements through application of advanced materials," in *AIP Conference Proceedings*, 2016, no. 1734,.
- [38] The American Society of Mechanical Engineers, "Boiler & Pressure Vessel Code Part D." 2007.
- [39] C. K. Ho, A. R. Mahoney, et al., "Characterization of Pyromark 2500 Paint for High-Temperature Solar Receivers," J. Sol. Energy Eng., vol. 136, no. 1, p. 14502, 2014.
- [40] C. C. Agrafiotis, I. Mavroidis, et al., "Evaluation of porous silicon carbide monolithic honeycombs as volumetric receivers/collectors of concentrated solar radiation," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 91, no. 6, pp. 474–488, 2007.
- [41] Q. Li, G. Flamant, et al., "Compact heat exchangers: A review and future applications for a new generation of high temperature solar receivers," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 15, no. 9, pp. 4855–4875, 2011.
- [42] A. Colleoni, "Intensification des transferts de chaleur en régime turbulent pour le développement d'un récepteur solaire surfacique à haute température en céramique," Université de Perpignan, 2013.
- [43] C. Leray, A. Ferriere, A. Toutant, G. Olalde, J.-Y. Peroy, P. Chéreau, and M. Ferrato, "Design and Proof of Concept of an Innovative Very High Temperature Ceramic Solar Absorber," in *Solar Paces*, 2016.
- [44] E. Sani, L. Mercatelli, F. Francini, J.-L. Sans, and D. Sciti, "Ultra-refractory ceramics for high-temperature solar absorbers," *Scr. Mater.*, vol. 65, no. 9, pp. 775–778, Nov. 2011.
- [45] J. Karni, a. Kribus, R. Rubin, and P. Doron, "The 'Porcupine': A Novel High-Flux Absorber for Volumetric Solar Receivers," *J. Sol. Energy Eng.*, vol. 120, no. 2, p. 85, 1998.
- [46] C. E. Kennedy, "Review of Mid- to High- Temperature Solar Selective Absorber Materials Review of Midto High- Temperature Solar Selective Absorber Materials," no. July, 2002.
- [47] E. Cappelli, S. Orlando, et al., "Improving solar radiation absorbance of high refractory sintered ceramics by fs Ti:sapphire laser surface treatment," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 302, pp. 177–183, 2014.
- [48] A. Boubault, B. Claudet, O. Faugeroux, and G. Olalde, "Aging of solar absorber materials under highly concentrated solar fluxes," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 123, pp. 211–219, Apr. 2014.
- [49] A. Boubault, B. Claudet, et al., "A numerical thermal approach to study the accelerated aging of a solar absorber material," *Sol. Energy*, vol. 86, no. 11, pp. 3153–3167, Nov. 2012.
- [50] S. Brunold, U. Frei, B. Carlsson, K. Moller, and M. Kohl, "Accelerated life testing of solar absorber coatings: testing procedure and results," *Sol. Energy*, vol. 68, no. 4, pp. 313–323, 2000.
- [51] M. Koehl, "Durability of solar energy materials," *Renew. Energy*, vol. 24, no. 3–4, pp. 597–607, Nov. 2001.
- [52] M. Köhl, M. Heck, et al., "Advanced procedure for the assessment of the lifetime of solar absorber coatings," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 84, no. 1–4, pp. 275–289, Oct. 2004.
- [53] E. Setien, J. Fernández-Reche, M. Álvarez-de-Lara, and M. J. Ariza, "Experimental system for long term aging of highly irradiated tube type receivers," *Sol. Energy*, vol. 105, pp. 303–313, Jul. 2014.
- [54] A. Rojas-Morín and J. Fernández-Reche, "Estimate of thermal fatigue lifetime for the INCONEL 625ICF plate while exposed to concentrated solar radiation," *Rev. Metal.*, vol. 47, no. 2, pp. 112–125, 2011.
- [55] D. K. Fork, J. Fitch, S. Ziaei, and R. I. Jetter, "Life Estimation of Pressurized-Air Solar-Thermal Receiver Tubes," *J. Sol. Energy Eng.*, 2012.
- [56] J. Ortega, S. Khivsara, and J. Christian, "Coupled modeling of a directly heated tubular solar receiver for supercritical carbon dioxide Brayton cycle: Structural and creep-fatigue evaluation," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 109, pp. 979–987, 2016.
- [57] Z. Liao, X. Li, C. Xu, C. Chang, and Z. Wang, "Allowable flux density on a solar central receiver," *Renew. Energy*, vol. 62, pp. 747–753, 2014.
- [58] A. B. Zavoico, "Solar Power Tower Design Basis Document," 2001.
- [59] N. Tessier-Doyen, "Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux refractaires modèles," Université de Limoges, 2003.
- [60] J. Poirier, "Céramiques réfractaires," *Techniques de l'Ingénieur*, vol. n4804. 2014.
- [61] K. Bhanu Sankara Rao, H. Schuster, and G. Halford, "Mechanisms of high-temperature fatigue failure in alloy 800H," *Metall. Mater. Trans.*, vol. 27, pp. 851–862, 1996.
- [62] J. E. Pacheco, "Final Test and Evaluation Results from the Solar Two Project," 2002.
- [63] C. Shih, "High Temperature Low Cycle Fatigue Mechanisms for a Nickel-Base and a Copper-Base Alloy," 1982.
- [64] D. A. Spera, "The caclculation of eleveted-temperature cyclic life considering low-cycle fatigue and creep," 1969.
- [65] M. Steen and L. Ranzani, "Potential of SiC as a heat exchanger material in combined cycle plant," *Ceram. Int.*, vol. 26, no. 8, pp. 849–854, 2000.
- [66] M. Papaelias, L. Cheng, et al., "Inspection and Structural Health Monitoring techniques for Concentrated Solar Power plants," *Renew. Energy*, vol. 85, pp. 1178–1191, Jan. 2016.
- [67] J. Dumont-fillon, "Contrôle non destructif (CND)," *Tech. l'Ingénieur*, no. r1400, 1996.
- [68] M. Huger, "Contrôles non destructifs (cours)." 2001.
- [69] ISO 12716, "Essais non destructifs Contrôle par émission acoustique Vocabulaire." 2001.
- [70] J. Roget, "Émission acoustique," *Techniques de l'Ingénieur*, vol. r3200, 1990.
- [71] V. Carvelli, A. D'Ettorre, and S. V. Lomov, "Acoustic emission and damage mode correlation in textile reinforced PPS composites," *Compos. Struct.*, 2016.
- [72] S. Barré and M. L. Benzeggagh, "On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 52, no. 3, pp. 369–376, 1994.
- [73] T. Chotard, J. Soro, et al., "High temperature characterisation of cordierite-mullite refractory by ultrasonic means," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 28, no. 11, pp. 2129–2135, 2008.
- [74] A. Berkovits and D. Fang, "Study of fatigue crack characteristics by acoustic emission," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 51, no. 3, 1995.
- [75] E. Maillet, N. Godin, et al., "Détermination de la durée de vie lors d'essais de fatigue statique en température sur CMC à l'aide de l'émission acoustique : Application de la loi de Benioff." 2011.
- [76] L. Yang, T. T. Yang, et al., "Acoustic emission monitoring and damage mode discrimination of APS thermal barrier coatings under high temperature CMAS corrosion," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 304, , 2016.
- [77] C. Patapy, "Comportement thermomécanique et transformations de phase de matériaux réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircone," Université de Limoges, 2010.
- [78] T. Kundu, "Acoustic source localization," Ultrasonics, vol. 54, no. 1, pp. 25–38, 2014.
- [79] G. Murasawa, R. Takahashi, et al., "Inhomogeneous Deformation Twinning Measurement Using Digital Image Correlation and Acoustic Emission," *Exp. Mech.*, vol. 55, no. 1, pp. 65–76, 2015.
- [80] A. Tobias, "Acoustic-emission source location in two dimensions by an array of three sensors," *Non-Destructive Test.*, vol. 9, no. 1, pp. 9–12, 1976.
- [81] MISTRAS Group Inc., "AEwin software user's manual," no. 609. 2010.

Chapitre 2 CONCEPTION DU SYSTEME DE DIAGNOSTIC

Le chapitre précédent a permis de sélectionner une technique de caractérisation de l'endommagement des matériaux pour les applications de récepteurs solaires tubulaires ou surfaciques pour centrales à tour : l'émission acoustique. Afin de démontrer son adéquation au domaine visé, un dispositif innovant doit être conçu, testé, et validé. Le dispositif expérimental doit remplir deux fonctions principales, telles que schématisées sur la Figure 2-1 :

- solliciter thermiquement les matériaux pour imposer des gradients de température et des contraintes mécaniques induites, comparables ou supérieures à celles subies lorsqu'ils sont utilisés comme récepteurs solaires;
- caractériser leur comportement (notamment à l'endommagement) lorsqu'ils sont soumis à ces sollicitations.



Figure 2-1 : Schéma fonctionnel du dispositif de diagnostic expérimental

Les conditions imposant les sollicitations thermiques seront reproduites au moyen d'un four solaire, dont les caractéristiques doivent être définies afin de piloter de manière optimale son fonctionnement. Comme cela a été introduit dans le Chapitre 1, l'émission acoustique a été sélectionnée pour suivre l'évolution de l'endommagement. Le dispositif conçu devra également intégrer un relevé de la réponse thermique des échantillons. Pour comprendre le comportement des matériaux, il est nécessaire de connaître leurs propriétés et de savoir comment elles évoluent sous contrainte.

Ce chapitre présente dans un premier temps les moyens de caractérisation expérimentale mis en œuvre pour obtenir les différentes propriétés nécessaires au dimensionnement, puis les résultats obtenus. Ensuite, le banc d'essai solaire est décrit, et les étapes et choix de conception du système de diagnostic acoustique appelé IMPACT (In-situ thermo-Mechanical Probe by ACoustic Tracking) sont détaillées. Le système ainsi réalisé sera ensuite testé afin de valider la faisabilité des mesures.

A MATERIAUX D'ETUDE

Différents types de matériaux pour récepteurs ont été présentés dans le Chapitre 1. Tous doivent pouvoir être caractérisés par le dispositif. Cependant, dans le cadre de ces travaux, tous ne seront pas étudiés. Nous avons choisi de tester la validité de notre procédure de caractérisation sur deux types de matériaux (Figure 2-2) : le carbure de silicium (SiC) et l'Inconel 625. La géométrie circulaire permet d'éviter des zones de concentration de contrainte dans des coins, et surtout de localiser les évènements acoustiques sur une forme simple. Deux photos sont présentées pour l'Inconel 625, dans un état non oxydé et oxydé : le changement d'aspect est visible, et son intérêt sera décrit lors de la présentation des propriétés optiques des matériaux (absorptivité).



A. Carbure de Silicium (SiC)

B. Inconel 625 non oxydé (gauche) et oxydé à 1100°C (droite) Figure 2-2 : Matériaux d'étude

En effet, ces matériaux sont particulièrement étudiés et/ou utilisés pour les récepteurs [1][2], et ont des comportements très différents. Le carbure de Silicium présente un comportement fragile alors que l'Inconel (matériau métallique) développe plutôt un caractère visco-plastique à chaud [3]. Avant d'étudier leur endommagement sous contraintes thermomécaniques, les propriétés décrivant le comportement thermomécanique de ces matériaux (présentées dans le Chapitre 1) sont caractérisées et présentées dans le paragraphe suivant.

A.1 MOYENS DE CARACTERISATION

A.1.1 PROPRIÉTÉS OPTIQUES

L'émissivité hémisphérique des matériaux à haute température est obtenue en plaçant des échantillons de 4 cm de diamètre dans un dispositif de mesure spécifique au foyer du Grand Four Solaire d'Odeillo. Ce four est constitué d'une parabole fixe de 40 m de haut et 53 m de large qui concentre le rayonnement solaire préalablement réfléchi par 63 héliostats suivant la course du Soleil et de 45 m² chacun (Figure 2-3). Le foyer est une zone d'environ 80 cm de diamètre, avec une zone d'environ 30 cm, quasi-homogène en termes de flux. Localement, celui-ci peut atteindre 1 MW.m⁻², et la température des échantillons peut monter jusqu'à plus de 3000°C en fonction de leur absorptivité. Il est régulé par l'ouverture progressive d'une porte servant d'obturateur.



Figure 2-3 : Schéma du Grand Four Solaire d'Odeillo

Le dispositif utilisé, appelé MEDIASE, a été développé par le CNRS PROMES et le CNES pour caractériser des matériaux utilisés dans le domaine spatial [4].



Figure 2-4 : Schéma du dispositif MEDIASE pour l'estimation de l'émissivité à haute température [5]

Il est placé au foyer du Grand Four Solaire, et sa face avant, ainsi soumise au rayonnement, est constituée d'une fenêtre hémisphérique transparente de 35 cm de diamètre (Figure 2-4). Initialement prévue pour maintenir sous pression la chambre de mesure tout en laissant passer le flux solaire, elle permet également de s'affranchir de la convection naturelle extérieure en surface de l'échantillon. Ce dernier est maintenu par de fines tiges d'alumine de manière à limiter les contacts avec le reste de la chambre afin d'éviter les pertes thermiques. Le support d'échantillon et la face avant du dispositif sont refroidis, de manière à éviter toute surchauffe.

Les mesures sont effectuées en face arrière, à l'abri du rayonnement solaire incident. Un pyroréflectomètre conçu au laboratoire [6] permet de mesurer la température de l'échantillon, et un radiomètre relève sa radiance $L_{\theta}(T)$ dans une direction et à une température donnée. Cette valeur est enregistrée pour différents angles sans bouger l'échantillon ni le radiomètre grâce à un système de miroirs. La radiance ainsi mesurée à chaque angle permet de calculer l'émittance directionnelle, qui peut être ensuite intégrée pour obtenir l'émittance hémisphérique :

$$M(T) = 2\pi \int_0^{\frac{\pi}{2}} L_{\theta}(T) \sin \theta \cos \theta \, d\theta \qquad \qquad Equation 2-1$$

L'émissivité de l'échantillon est égale au rapport entre son émittance M(T) et de celle du corps noir $M^0(T)$ aux mêmes températures et longueurs d'onde :

$$\varepsilon(T) = \frac{M(T)}{M^0(T)}$$
 Equation 2-2

Les mesures peuvent être effectuées avec ou sans filtres. Le facteur solaire, qui caractérise la part de l'énergie solaire absorbée et réémise, peut être approximé par le rapport entre les émissivités hémisphériques aux longueurs d'onde 0,6-2,8 µm et 0,6-40 µm. Lorsque ce facteur est proche de 1, l'émissivité peut être considérée proche de l'absorptivité [4].

A.1.2 PROPRIÉTÉS THERMIQUES

Conductivité

La conductivité thermique des échantillons est estimée de manière indirecte par *méthode flash laser*, (LFA 427, Netzsch). Le principe de la mesure consiste à exciter la face avant d'un échantillon d'épaisseur *e* au moyen d'une impulsion laser, puis d'enregistrer la température de l'autre face. La durée d'établissement du régime permanent de la température est liée à la diffusivité du matériau *a* :

$$a = 0,1388 \times \frac{e^2}{t_{1/2}}$$
 Equation 2-3

Avec $t_{1/2}$ le temps nécessaire pour atteindre la moitié de la température maximale.

Connaissant la capacité calorifique C_{ρ} et la masse volumique ρ du matériau, on peut alors en déduire sa conductivité :

$$\lambda = a \times \rho \times C_p$$
 Equation 2-4

Dilatation

Le coefficient de dilatation thermique des matériaux α est déterminé au moyen d'un dilatomètre horizontal à tige-poussoir, (DIL 402 C, Netzsch). L'échantillon d'une longueur I_0 est maintenu par une tige d'alumine avec une force de 0,3 N; l'ensemble est soumis à une même élévation de température ΔT . L'allongement de l'ensemble du système échantillon/tige est mesuré, et connaissant la dilation de l'alumine, la dilatation ΔI de l'échantillon est déduite. Connaissant l'élévation de température ΔT , il est alors aisé de remonter à la valeur du coefficient de dilatation donné par l'Equation 2-5.

$$\alpha = \frac{\Delta l}{l_0} \times \frac{1}{\Delta T}$$
 Equation 2-5

A.1.3 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

La mesure des propriétés d'élasticité des matériaux (modules d'Young et de Coulomb, coefficient de Poisson) est réalisée par échographie ultrasonore, une méthode très précise et facile à mettre en œuvre. C'est une technique :

- indirecte : la grandeur physique à estimer est déduite de la mesure d'une autre grandeur physique ;
- in-situ et non destructive : la mesure est faite en temps réel sur le système sans le détériorer ;
- active : le phénomène observé est déclenché par une sollicitation imposée par le système de mesure (et non pas générée naturellement par le système étudié).



Figure 2-5 : Principe de propagation des ondes mécaniques

Une onde mécanique est générée par un transducteur, puis propagée au sein de l'échantillon tel qu'illustré sur la Figure 2-5 : le milieu 1 est l'échantillon, et le milieu 2 celui avec lequel il est en contact. Chaque milieu présente une impédance acoustique spécifique :

$$Z = \rho \times v \times S$$
 Equation 2-6

Avec S la surface de contact entre les deux milieux, v la vitesse de propagation et ρ la masse volumique du matériau d'impédance Z. Les valeurs de ces impédances vont définir le comportement des ondes. Afin de déterminer la proportion d'onde incidente qui sera transmise et réfléchie, des coefficients de transmission T_{1→2} et de réflexion R_{1→2} peuvent être définis :

$$T_{1 \to 2} = \frac{2Z_1}{Z_1 + Z_2}$$
Equation 2-7
$$Z_1 - Z_2$$

$$R_{1 \to 2} = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2}$$
 Equation 2-8

Lorsque l'impédance du milieu 2 est très faible devant celle du milieu 1, c'est-à-dire que $\frac{Z_2}{Z_1} \approx 0$, alors le coefficient de réflexion $R_{1\rightarrow 2}$ est proche de 1 est l'onde incidente est réfléchie. Lorsque l'impédance du milieu 2 est proche de celle du milieu 1, c'est-à-dire que $\frac{Z_2}{Z_1} \approx 1$, alors le coefficient de réflexion $R_{1\rightarrow 2}$ est proche de 0 et l'onde incidente est transmise. On dit alors que l'impédance des deux milieux est adaptée.

Deux techniques peuvent être utilisées pour réaliser une mesure par échographie ultrasonore :

- en réflexion, le même transducteur ayant communiqué l'onde incidente enregistre également l'onde réfléchie : l'arrière de l'échantillon est en contact avec l'air dont l'impédance acoustique est très faible, l'onde est donc majoritairement réfléchie ;
- en transmission, un autre transducteur est couplé acoustiquement (adaptation d'impédance) à l'arrière de l'échantillon afin de recevoir l'onde transmise.

Dans les deux cas, le temps de vol τ nécessaire à l'onde pour traverser un échantillon d'épaisseur *e* est mesuré, permettant de calculer la vitesse de propagation :

$$v = \frac{e}{\tau}$$
 en transmission, et $v = \frac{2e}{\tau}$ en réflexion Equation 2-9

Propriétés d'élasticité à température ambiante

Cette mesure permet donc d'obtenir dans le cas d'une propagation en milieu infini et isotrope, les vitesses de propagation longitudinale et transversale, associées au type de sollicitation appliquée (générée par un transducteur spécifique à chacune). Il est ensuite possible de déterminer les propriétés d'élasticité du matériau étudié à partir des relations suivantes :

$$E = \rho \times \frac{3 \times v_L^2 - 4 \times v_T^2}{\left(\frac{v_L}{v_T}\right)^2 - 1}$$
Equation 2-10

$$G = \rho \times v_T^2$$
 Equation 2-11
 $v = \frac{E}{2G} - 1$ Equation 2-12

Avec :

- \succ v_L et v_T les vitesses longitudinales et transversales ;
- E le module d'Young ;
- ➤ G le module de Coulomb ;
- \succ v le coefficient de Poisson ;
- $\triangleright \rho$ la masse volumique.

Les matériaux étudiés étant peu absorbants, les mesures sont effectuées en réflexion avec une fréquence de travail de 10 MHz. Le transducteur est placé à la surface de l'échantillon, et le contact est assuré au moyen d'un gel afin de réaliser une adaptation d'impédance acoustique acceptable pour

maximiser la transmission dans l'échantillon. On notera que cette adaptation n'est pas réalisée pour le fond de l'échantillon, ceci permettant la réflexion totale du signal.



Figure 2-6 : Montage expérimental de la mesure par échographie ultrasonore en réflexion [7]

Le schéma Figure 2-6 représente le câblage pour la réalisation d'une mesure en réflexion. Un oscilloscope affiche les échos des ondes réfléchies (une même onde incidente se réfléchit plusieurs fois).

Propriétés d'élasticité en fonction de la température

Le dispositif que l'on souhaite concevoir doit permettre l'étude des matériaux lors d'une évolution de la température jusqu'à 1000°C ou plus : il est donc nécessaire de caractériser les propriétés d'élasticité en fonction de la température. Pour réaliser cette mesure, la configuration expérimentale nécessite des hypothèses différentes notamment en termes de milieu de propagation des ondes. Le milieu (l'éprouvette) est ici borné et non infini. Ses dimensions doivent répondre aux conditions décrites par les équations suivantes :

$$\frac{d}{\lambda} \le 0,2$$
 Equation 2-13 avec : $\lambda = \frac{v_L}{f}$ Equation 2-14

Avec *d* la dimension latérale de l'éprouvette et λ la longueur d'onde d'étude, dépendant de la fréquence *f* et de la vitesse de propagation dans le matériau *v*.

On parlera ici d'un mode de propagation de type « barre longue » [8]. Le module d'Young peut être exprimé de manière plus simple qu'en milieu infini, directement en fonction de la masse volumique du matériau et de la vitesse de propagation des ondes longitudinales :

$$E = \rho \times v_L^2$$
 Equation 2-15

L'éprouvette ainsi dimensionnée est placée dans un four électrique. Le transducteur ne pouvant être exposé aux hautes températures, un guide d'onde en alumine est utilisé pour assurer la transmission des ondes entre celui-ci et l'éprouvette (Figure 2-7). Il n'y avait pas de transducteur disponible opérant aux fréquences d'étude souhaitées, il a donc été nécessaire d'en réaliser un, dont le principe de conception et la réalisation sont présentés en Annexe 1.

Il a été constaté expérimentalement que pour garantir une lecture aisée de la mesure le coefficient de réflexion simple $R_{1\rightarrow 2}$ (avec l'éprouvette comme milieu 1 et le guide d'onde comme milieu 2), défini précédemment (Equation 2-8), doit être le plus proche possible de 0,4.



Figure 2-7 : Dispositif de mesure du module d'Young en température par ultrasons [7]

Les choix des fréquences d'études, des dimensions d'éprouvettes, et des dimensions de guide d'onde ont donc été réalisés de manière à respecter ces conditions. Ils sont récapitulés dans le Tableau 2-1.

Paramètre	Unité	SiC	Inconel 625
Dimensions des éprouvettes	mm ³	5 x 5 x 160	5 x 2 x 100
Diamètre du guide d'onde	mm	3,5	2,5
Fréquence d'étude	kHz	130	130

Tableau 2-1 : Choix des paramètres pour les mesures ultrasonores en barre longue

A.2 PROPRIETES

A.2.1 DETAIL DES PROPRIETES A HAUTE TEMPERATURE

Sur la Figure 2-8.A, il est possible de constater que le module d'Young du SiC ne chute que très légèrement à haute température, tandis que celui de l'Inconel 625 décroît significativement lorsqu'elle augmente. Cette chute est associée à une diminution jusqu'à près 30% de la vitesse de propagation dans le matériau (Figure 2-8.B). Ceci devra être pris en compte lors de la localisation des évènements acoustiques, qui est basée sur cette vitesse. Notons que, dans les deux cas, le processus est réversible : lors du refroidissement, le module d'Young revient à sa valeur initiale, et ce même après deux cycles.



Figure 2-8 : Evolution du module d'Young (A) et de la vitesse de propagation longitudinale (B) pour le SiC et l'Inconel 625 en fonction de la température.

La limite d'élasticité de l'Inconel 625 va fortement varier avec la température, comme cela est spécifié par le fabriquant et illustré Figure 2-9 : au-delà de 750°C, ses performances mécaniques diminuent jusqu'à une limite élastique de moins de 100 MPa à partir de 1000°C. Les risques d'endommagement deviennent donc très marqués à partir de 800°C. Lorsque la limite d'élasticité de l'Inconel 625 est dépassée, la relation entre les contraintes et les déformations est donnée par une fonction basée sur la littérature [9].







La Figure 2-10 représente la conductivité thermique des matériaux en fonction de la température. Celle du SiC décroit fortement avec la température, mais reste supérieure ou équivalente à celle de l'Inconel 625, bien que cette dernière augmente avec la température.

Lors de la mesure de l'émissivité à haute température, il apparaît que celle de l'Inconel se stabilise une fois oxydé (Figure 2-11). Lors de la première montée en température d'un échantillon non oxydé, l'émissivité augmente de 0,44 à 800°C jusqu'à 0,78 au-delà de 1100°C. Un net saut est observé aux alentours de 1000°C, après lequel il peut être supposé que l'oxydation soit terminée. Le facteur solaire suit la même tendance, permettant à la fin de l'oxydation de considérer l'Inconel 625 comme un corps gris. Lors de la mesure d'un échantillon pré-oxydé à 1100°C, les valeurs de l'émissivité sont stabilisées.



Figure 2-11 : Evolution de l'émissivité et du facteur solaire de l'Inconel 625 en fonction de la température

Figure 2-12 : Evolution de l'émissivité et du facteur solaire du SiC en fonction de la température

Concernant le SiC, les mesures d'émissivité sont très stables, aux alentours de 0,85, et le facteur solaire nous permet de l'assimiler à un corps gris.

A.2.2 BILAN DES PROPRIÉTÉS

Les principales propriétés sont récapitulées dans le Tableau 2-2. La valeur de l'émissivité de l'Inconel 625 est estimée sur des échantillons pré-oxydés à 1100°C. Les émissivités sont caractérisées pour des longueurs d'ondes correspondant au spectre solaire (0,6 - 40 μ m) afin d'établir le bilan thermique des échantillons, et à 5 μ m afin d'estimer leur température au moyen d'un pyromètre « *solar blind* » (cf. IMPACT : Réalisation et validation).

Propriétés	Unité	Précision	T (°C)	SiC α	Inconel 625
Masse volumique (p)	g.cm ⁻³	<0,1%	20	3.14	8.44
Vitesse de propagation ▶ Longitudinale (v_L) ▶ Transversale (v_T) 	m.s⁻¹	<1%	20	▶ 12 050▶ 7 620	> 5970 > 3015
Coefficient de Poisson (v)	-	<2%	20	0.17	0.33
Module d'Young (E)	GPa	<2%	20	425	204
Module de Coulomb (G)	GPa	<1%	20	182	77
Contrainte à la rupture* (σ_r)	MPa		20	450	965
Limite d'élasticité* (σ _e)	MPa		20		480
Dilatation thermique (α)	(x10 ⁻⁶) K ⁻¹	<0,1%	20	0	0
			500	4	13.8
			1000	4.6	15.9
Conductivité thermique (λ)	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	5%	20	180	9.8
Chaleur spécifique* (Cp)	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹		20	680	420
			500	1040	525
			1000	1180	645
Emissivité (ε _{0.6-40 μm})	-	5%	1000	0,85	0,82 (oxydé)
Emissivité (ε₅ μm)	-	10%	1000	0,92	0,76 (oxydé)

Tableau 2-2 : Propriétés du SiC et de l'Inconel 625 (*donnée fabricant, rupture en flexion 4 points [3] [10])

L'Inconel 625 présente un coefficient de dilatation thermique environ trois fois supérieur au SiC, ce qui est plus défavorable car les déformations seront plus importantes, mais sa contrainte à la rupture est deux fois plus importante : l'Inconel 625 sera donc plus sensible aux dégradations progressives, mais présentera un risque de rupture brutale plus faible.

B BANC D'ESSAI SOLAIRE

B.1 PRINCIPE

Les conditions d'ensoleillement du récepteur sont reproduites sur un échantillon de quelques centimètres de diamètre au moyen d'une parabole concentratrice, située au Four Solaire d'Odeillo (Figure 2-13). C'est l'ordre de grandeur typique permis par cette installation, les dimensions exactes seront définies au § *C.3.3 Diamètre des échantillons*.

Le rayonnement solaire est réfléchi par un héliostat de 20 m² en direction d'un miroir parabolique de 2 m de diamètre et de distance focale 85 cm, qui permet de concentrer le rayonnement en un point focal où le facteur de concentration peut atteindre 16000 (Figure 2-14). Ce facteur dépend

principalement de l'état de propreté des optiques (héliostat et parabole), du réglage individuel des miroirs qui composent l'héliostat, et de la précision du suivi du Soleil par l'héliostat.



Figure 2-13 : Localisation du four solaire parabolique (2kW) au Four Solaire d'Odeillo (face Sud)

Figure 2-14 : Principe de fonctionnement du four solaire parabolique (2 kW)

Ce rayonnement peut être modulé par un obturateur, composé de 13 lattes en carbone (2000 mm x 150 mm x 2 mm) tournant autour d'axes parallèles, entre 21° (obturateur fermé) et 90° (obturateur ouvert). Une ouverture ou une fermeture complète peuvent être réalisées en 0,7 s, ce qui permet d'appliquer des variations très rapides de l'éclairement solaire et donc des gradients thermiques temporels importants. Il est possible de piloter cet obturateur manuellement ou automatiquement.

Une fois modulé, le rayonnement est concentré par la parabole. Les imperfections des installations et la divergence des rayons du Soleil font que le « point » focal est en réalité un volume d'environ 4 cm³, au sein duquel la densité de flux suit une distribution spatiale de type gaussienne. Une telle configuration de flux entraîne des effets de bord très importants sur les échantillons, il est donc préférable de l'homogénéiser. Ceci est le rôle du kaléidoscope placé au foyer : il s'agit d'un guide d'onde constitué de faces réfléchissantes. Les multiples réflexions du flux réorganisent la distribution qui devient homogène en sortie du kaléidoscope.

L'utilisation d'un tel dispositif pour le cyclage thermique de matériaux pour récepteurs solaires présente quatre avantages majeurs :

- Ia mise en température des matériaux n'entraîne aucune pollution chimique de ceux-ci ;
- la sollicitation thermique est très localisée, ce qui facilite l'instrumentation pour le suivi du comportement des matériaux ;
- les variations de température de l'échantillon suivent de très près l'ouverture ou la fermeture des pales de l'obturateur, étant donné qu'il n'y a d'autre inertie que celle de l'échantillon luimême ;
- la sollicitation thermique appliquée est représentative de celle subie par les récepteurs solaires.

Pour être en mesure de contrôler le flux solaire appliqué par la parabole, il est nécessaire de connaître son facteur de concentration.

B.2 ETALONNAGE

Le facteur de concentration est spécifique d'une installation, et théoriquement constant. Il a été précisé dans le paragraphe précédent que des facteurs environnementaux (propreté, saison, etc.) pouvaient affecter cette valeur. Dans un premier temps, elle sera considérée comme une constante. Ce facteur C peut se calculer grâce à l'Equation 2-16. Pour y parvenir, il faut mesurer le flux incident, soit le *DNI*, et le flux au foyer de la parabole, E_{ech} .

$$C = \frac{E_{\acute{e}ch}}{DNI}$$
 Equation 2-16

Le DNI est le rayonnement solaire incident direct (Direct Normal Irradiance). Contrairement au rayonnement diffus, il arrive de manière assimilée parallèle et peut donc être concentré. Il est mesuré sur le toit du laboratoire au moyen d'un pyrhéliomètre.

Le flux au foyer de la parabole est calculé à partir de mesures de puissances réalisées par calorimétrie : un serpentin où circule de l'eau est placé sous le kaléidoscope de manière à absorber tout le flux solaire sortant. Le relevé de la différence entre les températures d'entrée et de sortie ΔT nous permet de calculer la puissance *P* :

$$P = Q \times c_p \times \Delta T$$
 Equation 2-17

Avec Q le débit fixé à 0,024 kg.s⁻¹ et C_p la capacité thermique de l'eau en fonction de la température moyenne entre l'entrée et la sortie. Comme il est considéré que le calorimètre a absorbé tout le rayonnement solaire en sortie du kaléidoscope, alors connaissant la surface d'ouverture S de ce dernier, il est possible d'estimer l'éclairement qui arrivera sur l'échantillon :

$$E_{\acute{e}ch} = \frac{P}{S}$$
 Equation 2-18

Les mesures sont réalisées pour différentes positions des obturateurs, et répétées à différentes heures de la journée pour vérifier la stabilité de la mesure. La valeur moyenne des éclairements calculés en fonction de la position des obturateurs est représentée sur la Figure 2-15.



Figure 2-15 : Courbe d'étalonnage du flux solaire incident en fonction de l'ouverture des obturateurs, avec y l'équation de la courbe, et R²son coefficient de détermination

La courbe d'étalonnage ainsi obtenue est utilisée pour commander l'ouverture des obturateurs en fonction de la mesure du DNI et de la consigne d'éclairement souhaitée. Le programme de contrôle a été réalisé par Emmanuel Guillot (PROMES). C'est au foyer de ce banc d'essai solaire régulé que sera positionné IMPACT, dont les choix de conception sont présentés dans le paragraphe suivant.

C FIABILITE DE LA LOCALISATION

C.1 CONTRAINTES

La fonction d'IMPACT est d'évaluer le comportement thermomécanique de différents types de matériaux soumis à de hautes températures, au travers du suivi par méthode acoustique de l'apparition, la différentiation et la localisation de défauts (endommagement).

Pour que la mesure soit réalisable, il faut tout d'abord s'assurer de la bonne définition des salves acoustiques (signal émis lors de l'apparition d'un évènement dans le matériau) en sélectionnant les paramètres temporels (fenêtres PDT, HDT et HLT définies ci-après) adéquats et en vérifiant qu'elles ne soient pas trop atténuées lors de leur propagation dans le matériau. L'objectif de conception est de parvenir à positionner les évènements en 2D dans le matériau avec moins de 5% d'erreur.

Le dispositif que nous souhaitons développer est un dispositif in-situ de contrôle non destructif et non intrusif, ce qui implique par exemple que l'échantillon ne doit pas être contraint mécaniquement par son support. L'ensemble des éléments de support et de mesure en contact avec l'échantillon doit pouvoir supporter des températures supérieures à 500°C (plus de 1000°C au centre de l'échantillon), et engendrer le moins de perturbations acoustiques possible. Afin de limiter ces perturbations, les contacts entre l'échantillon et tout matériau autre que les capteurs acoustiques doivent être évités : ainsi, les pertes de signal et les sources de bruit seront réduites. A l'inverse, un bon contact entre les capteurs et l'échantillon est indispensable à la bonne transmission du signal. Sachant que les capteurs ne peuvent pas fonctionner aux températures atteintes, il sera nécessaire d'employer des guides d'ondes : une attention particulière sera donc apportée à la qualité des contacts capteur/guide/échantillon.

L'ensemble des tests de faisabilité et de recherche des paramètres expérimentaux optimaux est présenté dans le paragraphe suivant, et aboutira à la réalisation du dispositif.

C.2 FAISABILITE

C.2.1 TEST DE HSU-NIELSEN

Le test de Hsu-Nielsen (norme NF EN 1330-9 [11]) consiste à simuler un évènement acoustique au moyen d'un cassé de mine. La mine doit avoir une dureté 2H, un diamètre de 0,5 mm, et une longueur de 3 mm. L'amplitude du signal détecté doit être supérieure à 80 dB_{EA}.



Figure 2-16 : Schéma de principe du test de Hsu-Nielsen

Ce test permet d'une part de s'assurer du bon couplage des capteurs, et d'autre part de vérifier la bonne localisation des sources. Il sera utilisé pour l'ensemble des essais permettant de valider la fiabilité de la localisation.

C.2.2 DÉFINITION DES FENÊTRES TEMPORELLES GLISSANTES

La discrétisation des salves est réalisée au moyen de 3 fenêtres temporelles spécifiques, fonction des propriétés du matériau étudié, illustrées sur la Figure 2-17 :

- Peak Definition Time (PDT) : permet de définir l'amplitude maximum de la salve. Cette fenêtre se déclenche au premier passage du seuil et se redéclenche chaque fois qu'une amplitude supérieure est détectée. Elle définit donc également le temps d'arrivée du pic de plus forte amplitude à partir du premier dépassement de seuil défini par l'utilisateur (rise time) ;
- Hit Definition Time (HDT) : définit la durée totale de la salve. Cette fenêtre se déclenche chaque fois que le seuil est franchi en amplitude ;
- Hit Lockout Time (HLT) : Cette fenêtre ne se déclenche que lorsque la précédente (HDT) est parvenue à son terme sans redéclenchement. La durée de la salve étant fixée, un temps d'aveuglement (lockout) du système est donc enclenché (HLT) afin d'éliminer les réflexions parasites pouvant venir se mélanger avec le signal initial.

Grace au suivi en temps réel des salves émises par les cassés de mines, les paramètres ont été déterminés pour chaque matériau et sont indiqués dans le Tableau 2-3.



	SiC	Inc 625
PDT	60 µs	300 µs
HDT	200 µs	600 µs
HLT	600 μs	1000 µs

Tableau 2-3 : Paramètres temporels des matériaux étudiés

Figure 2-17 : Fenêtres temporelles glissantes (PDT, HDT, HLT)

Les fenêtres temporelles associées au SiC sont plus courtes que celles de l'Inconel 625, ce qui peut rendre plus difficile la séparation des échos.

C.2.3 ATTÉNUATION DANS LE MATÉRIAU

Tout d'abord, des tests de localisation linéaire ont été réalisés, afin de vérifier que le matériau ne présentait pas de caractéristiques nuisant à la localisation, comme une atténuation trop forte ou de grandes hétérogénéités.



Figure 2-18 : Disposition des capteurs pour la localisation linéaire

Comme schématisé sur la Figure 2-18, les tests sont réalisés sur une plaque où sont couplés des capteurs distants de 90 mm (au centre des capteurs). Cette distance est de l'ordre de grandeur des distances attendues sur les futurs échantillons : pour un diamètre d'échantillon de 100 mm, la distance



entre 3 capteurs à 120° est de 87 mm. Le couplage est réalisé au moyen de colle cyanoacrylate, qui est un excellent couplant acoustique.

Figure 2-19 : Amplitude des salves en fonction de la position sur un échantillon de SiC (Test Hsu-Nielsen)



Sur les Figure 2-19 et Figure 2-20, il est possible de constater que le SiC et l'Inconel n'induisent pas d'atténuation notable pour les dimensions étudiées. Cela facilitera l'enregistrement et le traitement des signaux.

C.2.4 TEST DE LOCALISATION

Vitesses de propagation

La première partie de ce chapitre a été consacrée à la caractérisation des propriétés des matériaux étudiés, et les vitesses de propagation de l'Inconel 625 et SiC ont été déterminées. En fonction de l'épaisseur des échantillons, différents modes de propagation des ondes vont interagir. Il est possible de les prédire, grâce au logiciel *PACshare Dispertion Curves* associé au logiciel d'acquisition acoustique AEwin.

Les courbes obtenues pour des échantillons de 4 mm d'épaisseur sont représentées sur la Figure 2-21 et la Figure 2-22 respectivement pour l'Inconel 625 et le SiC.



Figure 2-21 : Propagation des ondes dans un échantillon d'Inconel 625 de 4 mm d'épaisseur

D'après de précédentes études, le type de défauts que l'on souhaite observer dans les matériaux étudiés ont des fréquences au pic maximales comprises entre 100 kHz et 400 kHz ou 500 kHz respectivement pour les alliages à base de nickel [12] et les céramiques denses haute température [13]. Dans cette gamme de fréquence, deux modes (S0 et A0) se propageront dans le SiC et dans

l'Inconel. Les vitesses de propagation moyennes attendues sont respectivement de 11 800 m.s⁻¹ et 5 000 m.s⁻¹, soit la vitesse du premier mode à être détecté.



Figure 2-22 : Propagation des ondes dans un échantillon de SiC de 4 mm d'épaisseur

Sachant qu'il a été expérimentalement observé que le test de Hsu-Nielsen génère des évènements d'une fréquence d'environ 280 kHz, la vitesse dans le SiC et de l'Inconel 625 sera respectivement de 5090 m.s⁻¹ et 11 800 m.s⁻¹. Pour l'acier, elle est de 5250 m.s⁻¹.

Localisation linéaire (1D)

Avant de réaliser une localisation planaire des évènements acoustiques, il a fallu vérifier que la localisation linéaire (Figure 2-18), plus aisée et plus précise, était réalisable. Afin de vérifier également la répétabilité des mesures, cinq cassés de mines ont été réalisés pour chaque position et la valeur moyenne a été calculée.



Figure 2-23 : Localisation linéaire des sources de Hsu-Nielsen sur un échantillon de SiC Précision et répétabilité

Figure 2-24 : Localisation linéaire des sources de Hsu-Nielsen sur un échantillon d'Inconel 625 Précision et répétabilité

Les Figure 2-23 et Figure 2-24 représentent les positions calculées (valeurs moyennes) en fonction des positions réelles des évènements, respectivement pour le SiC et l'Inconel 625. La répétabilité est assez bonne, avec un écart type d'environ 1 mm en moyenne. D'autre part, la précision se situe autour de 1,5 mm, ce qui correspond à une erreur de moins de 2%, qui est bien inférieure aux 5% recherchés.

Localisation planaire (2D)

Pour tester la localisation planaire, les capteurs sont collés sur la tranche d'un disque en acier de 5 mm d'épaisseur et 100 mm de diamètre, tel que schématisé sur la Figure 2-25.A. La vitesse de propagation longitudinale est proche de celle de l'Inconel 625, elle est égale à 5980 m.s⁻¹.







B. Positions de référence (croix) et calculées (ronds) par la triangulation des trois capteurs (C1, C2 et C3)

Figure 2-25 : Test de localisation 2D sur un disque en acier

Les positions calculées sont représentées par des ronds rouges sur la Figure 2-25.B. Les évènements créés à l'intérieur de la maille des trois capteurs (triangle délimité par les traits pointillés) sont localisés relativement proches des positions de référence. A l'inverse, les évènements hors-maille sont très mal localisés. Il est donc nécessaire d'optimiser le dispositif de manière à améliorer la localisation.

C.3 OPTIMISATION

C.3.1 DÉFINITION DE L'ERREUR SPATIALE

Afin de comparer différentes configurations expérimentales, une erreur de position est définie.

Les coordonnées des points de référence (x_{ref} , y_{ref}) sont comparées à celles des points calculées par triangulation (x_{calc} , y_{calc}), selon le principe de localisation présenté au Chapitre 1. L'origine du repère est placée au centre de l'échantillon, et les positions des points sont définies comme étant la distance à cette origine.

L'erreur spatiale e_{spatial} est égale à la valeur absolue de la différence entre les positions de référence et calculées (Equation 2-19).

$$e_{\text{spatial}} = \left| \sqrt{x_{ref}^2 + y_{ref}^2} - \sqrt{x_{calc}^2 + y_{calc}^2} \right|$$
 Equation 2-19

Pour minimiser cette erreur, l'influence de trois paramètres expérimentaux est explorée :

- le maillage des capteurs ;
- la qualité du contact acoustique ;
- la stratégie de localisation.

C.3.2 INFLUENCE DES PARAMÈTRES EXPÉRIMENTAUX

Maillage des capteurs

La localisation 2D peut être opérée en utilisant trois capteurs acoustiques, mais peut être améliorée par l'utilisation de capteurs supplémentaires (cf. Chapitre 1). Avec trois capteurs, la forme de la maille la plus adaptée est le triangle équilatéral, qui permet une distance égale et un angle optimal entre tous les capteurs [14]. Cependant, ce maillage implique d'importantes zones couvrant plus de 70% de la surface de l'échantillon, dans lesquelles la précision de localisation est très mauvaise. Ces zones sont appelées « zones mortes ». Dans le test précédent, l'erreur spatiale moyenne $E_{spatial}$ est de 2,4 mm à l'intérieur de la maille triangle et de 9,2 mm dans les zones mortes. Il apparaît nécessaire d'une part de réduire le plus possible les zones mortes de manière à couvrir au moins les trois quarts de la surface, et d'autre part de réduire l'erreur moyenne. Sachant que le couplage (cf. paragraphe suivant) va détériorer la précision, on cherche ici à obtenir une erreur spatiale de moins de 3 mm de manière à garder une marge pour ne pas dépasser 5 mm d'erreur (soit 5%) après couplage.



Figure 2-26 : Résultats du test de Hsu-Nielsen pour différentes configurations du maillage des capteurs

La Figure 2-26 illustre les tests de Hsu-Nielsen sur l'échantillon en acier de 100 mm pour trois types de maillage : triangulaire (3 capteurs), carré (4 capteurs), et hexagonal (6 capteurs). Les positions de référence sont représentées par des croix noires et les positions calculées par des ronds rouges.



Figure 2-27 : Erreur spatiale moyenne et surface couverte sur un disque en acier de 100 mm de diamètre en fonction du nombre de capteurs utilisés

Les erreurs spatiales moyennes et les surfaces couvertes sont représentées sur la Figure 2-27 pour chacun des maillages. Il apparaît nécessaire d'employer 6 capteurs pour parvenir à une erreur spatiale de moins de 3 mm et à plus de 80% de surface couverte par le maillage.

Qualité du contact

Afin de conduire des essais à hautes températures sans endommager les capteurs, il est nécessaire d'employer des guides d'ondes. Ces guides, en céramique ou alliage métallique à faible dilatation thermique, permettent de répondre à trois exigences incontournables : isoler thermiquement les capteurs, transmettre les ondes acoustiques, et limiter les bruits parasites. Cependant, l'usage de guides implique une dégradation du signal acoustique transmis, et donc une augmentation de l'erreur spatiale. La dégradation de l'onde peut être limitée en sélectionnant une géométrie de guide adaptée : il a été prouvé que des guides cylindriques à l'extrémité conique amélioraient la définition du signal et limitaient les réverbérations parasites [15]. Afin de garantir une bonne reproductibilité du contact, l'extrémité a été arrondie de manière à conserver un contact ponctuel.



Figure 2-28 : Amélioration de la qualité du contact par la variation de pression sur le système capteur/guide et par l'utilisation ou non d'un couplant

Le capteur est collé sur le guide avec de la colle cyano-acrylate, mais le couplage guide/échantillon est plus compliqué à réaliser du fait de la température. Il est possible de réaliser un couplage « sec », en maintenant le guide sur l'échantillon avec une pression suffisante. Cette pression doit rester inférieure à la charge maximale recommandée par le fabriquant qui est de 5 N [16], et permettre l'expansion thermique du matériau en limitant les contraintes. Plusieurs ressorts ont été testés, et la Figure 2-28 présente les résultats pour deux raideurs, 0.17 N.mm⁻¹ dans la colonne de gauche et 0.67 N.mm⁻¹ dans celle de droite. Il est aussi possible d'améliorer la qualité du contact en insérant une feuille de métal mou (aluminium) [17] entre le guide et l'échantillon, c'est-à-dire d'employer un couplant (bas de la Figure 2-28).

L'augmentation de la raideur des ressorts de 0.17 N.mm⁻¹ à 0.67 N.mm⁻¹ entraîne une diminution de 21% de l'erreur spatiale moyenne, qui passe de 4,8 mm à 3,8 mm. L'utilisation de la feuille d'aluminium a considérablement réduit cette erreur dans le cas d'une faible pression des ressorts (0.17 N.mm⁻¹), apportant un gain de précision de 28%. A l'inverse, dans le cas d'une forte pression (0.67 N.mm⁻¹) l'erreur augmente légèrement de 5%, ce qui peut être dû à un écrasement trop important du métal, dont la forme ne peut plus s'adapter de manière optimale à la géométrie des pièces.

L'erreur la plus faible est obtenue pour un couplage à faible pression et avec une feuille d'aluminium : elle est de 3,4 mm, soit 8% de moins que l'erreur obtenue avec un couplage à forte pression sans feuille d'aluminium. Cependant, considérant le faible gain de précision et le risque de parasitage du signal acoustique par l'activité de l'aluminium, le couplage sec à forte pression a été retenu.

Stratégie de localisation

Il vient d'être exposé que la localisation perd en précision lorsque les évènements ne se situent pas à l'intérieur du maillage des capteurs. Afin de limiter cette augmentation de l'erreur en « zone morte », il a été tenté de combiner la localisation par triangulation à une localisation zonale. Ce type de localisation est basé sur le principe du premier capteur atteint par une salve, qui est alors positionnée dans la zone autour de ce capteur [18].





Cette stratégie de localisation combinée permet de positionner un peu mieux les évènements proches des bords de la maille, comme cela peut se voir sur la Figure 2-29, et diminue légèrement l'erreur de position qui passe de 3,8 mm à 3,5 mm. L'avantage est qu'elle ne nécessite aucune modification expérimentale supplémentaire et peut être appliquée ou abandonnée en post-traitement.

Maillage des capteurs	Hexagonal (6 capteurs)
Qualité du contact	Pas de couplant, ressort de 0.67 N.mm ⁻¹
Stratégie de localisation	Combinée

Tableau 2-4 : Paramètres expérimentaux optimaux

Les paramètres expérimentaux optimaux identifiés dans les précédents paragraphes sont résumés dans le Tableau 2-4. Avant de finaliser la conception d'IMPACT, il reste à déterminer le diamètre minimal des échantillons requis pour l'étude.

C.3.3 DIAMÈTRE DES ÉCHANTILLONS

L'erreur spatiale moyenne de localisation a été déterminée dans un échantillon d'acier. Il est possible, à partir de cette erreur expérimentale $e_{spatial,acier}$ et de la vitesse de propagation de l'acier v_{acier} , de calculer l'erreur temporelle de localisation $e_{temporel}$ telle que définie par l'Equation 2-20 (d'après le calcul de la distance $d = v \times t$). L'erreur temporelle est spécifique du système et des conditions de mesure, et elle est supposée équivalente pour tout autre matériau homogène de géométrie similaire.

Relation entre les erreurs
spatiale et temporelle :
$$e_{temporel} = \frac{e_{spatial,acier}}{v_{acier}}$$
Equation 2-20Relation entre les erreurs dans
l'acier et le matériau étudié : $e_{spatial,éch} = e_{temporel} \times v_{éch}$ Equation 2-21

A partir de cette erreur temporelle, il est alors possible de calculer l'erreur spatiale attendue dans les échantillons de SiC et d'Inconel 625 e_{spatial,éch} (Equation 2-21), dont la vitesse de propagation a été estimée en début de chapitre.



Figure 2-30 : Erreur spatiale estimée dans des disques de SiC et d'Inconel 625 en fonction du diamètre. D'après les tests sur un disque d'acier de 100 mm et extrapolés à partir des Equation 2-20 et Equation 2-21

L'évolution de cette erreur spatiale est illustrée sur la Figure 2-30 en fonction du diamètre des échantillons de SiC et d'Inconel 625 : afin d'obtenir une erreur inférieure à 5%, leur diamètre minimum doit respectivement être de 150 mm et 80 mm.

D IMPACT : REALISATION ET VALIDATION

D.1 REALISATION

Le dispositif expérimental IMPACT a été conçu en considération des paramètres expérimentaux optimaux précédemment identifiés. Sur la Figure 2-31 sont représentés : à gauche la modélisation 3D réalisée par Roger Garcia (PROMES), et à droite une photo du dispositif usiné par Nicolas Lory (SPCTS). Il est constitué d'une platine réceptrice (anneau) à laquelle est rattaché l'ensemble des pièces.



Figure 2-31: modélisation 3D et photo du système de localisation IMPACT implémenté sur site d'essai.

D.1.1 MESURES DE TEMPÉRATURE

L'échantillon est placé sous le kaléidoscope, sur un support trois points constitué de tiges d'alumines usinées pour réduire la surface de contact. Ces tiges sont fixées sous la platine réceptrice, et évidées de manière bifilaire afin de guider des thermocouples très fins (0,2 mm de diamètre) jusque sous l'échantillon, de manière à relever les températures en face arrière de l'échantillon, sur les bords et/ou au centre. Les thermocouples sont aplatis et insérés entre la tige support et l'échantillon, afin de garantir un bon contact thermique : une mauvaise installation des thermocouples peut engendrer jusqu'à 6% d'erreur sur la mesure [19]. L'erreur globale est estimée à 3%, dont 2,5% dus à l'installation (choisis de manière arbitraire au vu de la qualité estimée du contact réalisé) et 0,5% propres au thermocouple [19].



Figure 2-32 : Bande spectrale captée par le pyromètre (spectre AM 1.5)

Figure 2-33 : Erreur de mesure du pyromètre sur un échantillon de faible réflectivité (ρ=0,1) [20]

En face avant, la température est estimée par méthode optique au moyen d'un pyromètre « *solar blind* » : le rayonnement infrarouge est capté pour les longueurs d'ondes comprises entre 4,6 μ m et 5,4 μ m, rendant ainsi la mesure presque « aveugle » au rayonnement solaire (Figure 2-32). Cela évite théoriquement que les réflexions sur l'échantillon perturbent la mesure. Cependant, la très faible part du rayonnement solaire capté (moins de 0,1%) suffit à fausser la mesure, surtout si le matériau est très

réfléchissant. Cela n'est heureusement pas le cas des matériaux étudiés, mais une erreur non négligeable doit tout de même être considérée : celle-ci a été estimée dans des travaux antérieurs à 10% à 1000°C (Figure 2-33) [20].

D.1.2 MESURES ACOUSTIQUES POUR LA LOCALISATION

L'échantillon posé sur les trois tiges d'alumine est maintenu par les systèmes de guides d'ondes et capteurs pressés sur sa tranche au moyen de ressorts. Le système comporte une chambre contenant le ressort (Figure 2-34), le capteur, et l'extrémité collée du guide, ainsi qu'une bague de support du guide (Figure 2-35). Cette pièce vient se fixer à la platine réceptrice de manière à assurer un léger angle : le guide exerce donc une pression vers le bas, maintenant l'échantillon sur son support trois points. Afin de limiter les pertes de signal, des bagues en téflon limitent le contact acoustique entre la pièce en acier et le guide d'onde.



Figure 2-34 : Vue arrière de la chambre contenant le ressort, le capteur, et l'extrémité du guide d'onde



Figure 2-35 : Guide d'onde dans son support

Afin d'assurer une bonne propagation des ondes, nous avons choisi de réaliser les guides d'ondes en alumine. En effet, la vitesse de propagation dans l'alumine est de 10 000 m.s⁻¹ et l'atténuation est négligeable sur les distances considérées. Le diamètre des guides a été fixé à 5 mm. Leur longueur est fixée de manière à assurer une isolation thermique suffisante. La température maximale que peuvent supporter les capteurs acoustiques en pointe est 177°C, et pour un fonctionnement en continu il a été fait en sorte que la température de l'extrémité « froide » (côté capteur) du guide ne dépasse pas 80°C même lorsque son extrémité « chaude » (côté échantillon) atteint 600°C.



Figure 2-36 : Vue d'un échantillon monté – Inconel 625, 100 mm de diamètre

La Figure 2-36 est une vue de détail d'un échantillon d'Inconel 625 de 100 mm de diamètre placé dans le dispositif de mesure où le kaléidoscope a été enlevé. L'extrémité arrondie des guides qui appuient sur la tranche de l'échantillon et les tiges support sont nettement visibles. Pour tester des échantillons d'un autre diamètre, il suffit d'utiliser des guides d'ondes de longueurs différentes. A l'arrière-plan, on distingue le filet métallique qui permet d'éviter que les éventuels débris d'un échantillon rompu ne tombent sur l'héliostat, plus de 30 m en contre-bas.

D.2 VALIDATION IN-SITU

Afin de s'assurer de la capacité du dispositif IMPACT à caractériser le comportement des matériaux sous flux solaire concentré, deux types de tests ont été réalisés et sont présentés dans ce paragraphe.

Un échantillon de chaque matériau (disque de 100 mm de diamètre et 4 mm d'épaisseur) est placé dans le dispositif, des mesures thermiques et acoustiques sont réalisées lors de l'ouverture des pales de l'obturateur (vitesse : 10 %.min⁻¹), jusqu'à 100 % et 75 % respectivement pour le SiC et l'Inconel 625. La taille des échantillons a été choisie afin d'obtenir un compromis entre les erreurs de localisation prévues et les niveaux de températures et de contraintes que l'on souhaite atteindre. Ces derniers sont estimés par une modélisation thermomécanique qui sera développée dans le chapitre suivant car ce modèle est avant tout utilisé pour la définition des cyclages dont le Chapitre 3 est l'objet. Les premières estimations ont montré qu'au-delà de 100 mm de diamètre les disques de SiC ne montaient pas suffisamment en température, il a donc été choisi de perdre un peu en précision de localisation (l'erreur de position attendue s'élève à 8%).

Les mesures réalisées sont représentées en fonction du temps sur la Figure 2-37 pour le SiC et la Figure 2-38 pour l'Inconel 625, avec sur l'axe de droite les salves cumulées en jaune, sur l'axe de gauche la température T_{front} au centre de la face avant de l'échantillon en rouge et la fréquence centroïde *Fc* des salves (ou fréquence médiane, cf. Chapitre 1) en bleu. La température en face avant est donnée par le pyromètre. Notons que sa gamme de mesure ne démarre qu'à 250°C. En conséquence, en deçà de 250°C, la température est inconnue et affichée comme constante à 250°C.



Figure 2-37 : Evolution de la température et de l'activité acoustique d'un échantillon de SiC de 100 mm de diamètre lors d'une exposition au flux solaire

La ruine de l'échantillon de SiC a été constatée en cours de test. Elle pourrait être due à un point froid à sa surface (contact du kaléidoscope refroidi) ayant généré une contrainte locale trop importante. Le moment de la rupture correspond probablement au saut de température vers 900 s : après la rupture il ne restait plus qu'un petit morceau de SiC au foyer, qui a pu chauffer de manière plus importante. Au cours du test, un peu plus de 400 salves ont été enregistrées par les 6 capteurs (donc environ 6 fois moins d'évènement ont eu lieu), avec un démarrage de l'activité dès les premières minutes, une accélération au-delà de 500°C et un net saut au moment de la rupture. La fréquence centroïde des salves est globalement comprise entre 200 kHz et 600 kHz, sauf pour une demi-douzaine à l'instant de la rupture. Il pourrait s'agir à ce moment-là de l'émission acoustique générée par le décrochage des guides d'ondes, qui se sont décollés des capteurs.



Figure 2-38 : Evolution de la température et de l'activité acoustique d'un échantillon d'Inconel 625 de 100 mm de diamètre lors d'une exposition au flux solaire

L'échantillon d'Inconel 625 est resté intègre, et il présente sur ce test une activité acoustique moins importante, avec un peu plus d'une centaine de salves enregistrées, toutes lors de la montée en température. Une fois que la température de l'échantillon s'est stabilisée aux alentours de 1000°C, l'émission acoustique cesse. La fréquence des salves est comprise entre 400 kHz et 600 kHz.



Figure 2-39 : Photo de l'échantillon de SiC post-exposition et localisation des évènements



Figure 2-40 : Photo de l'échantillon d'Inconel 625 postcyclage et localisation des évènements

Les Figure 2-39 et Figure 2-40 représentent les évènements localisés dans les échantillons de SiC et d'Inconel 625 respectivement. Dans les deux cas, la majorité des évènements est localisée au centre de l'échantillon. Bien que le SiC ait généré une activité acoustique plus importante, moins d'évènements ont été localisés. Cependant, il est intéressant de constater qu'une partie d'entre eux sont apparus proches d'une des fissures, ce qui semble démontrer la capacité du dispositif à localiser l'apparition d'évènements acoustiques (liés à l'initiation et la propagation d'un endommagement) à haute température.

Il est possible d'analyser plus en détail les paramètres des salves ayant permis la localisation des évènements, et de tenter d'en discriminer le type.



Figure 2-41 : Répartitions des salves ayant permis de localiser un évènement dans les échantillons en fonction de leur amplitude et de leur durée pour le SiC (carrés oranges) et l'Inconel 625 (losanges bleus)

Lorsque l'on représente l'amplitude des salves en fonction de leur durée pour les deux matériaux d'étude (Figure 2-41), plusieurs groupes ou *clusters* peuvent être visuellement délimités. Le Groupe 1 contient uniquement des salves attribuées au SiC, de forte amplitude (entre 40 et 50 dB_{EA}) et de faible durée (20 μ s en moyenne) : ces caractéristiques décrivent généralement un phénomène de fissuration [21]. Le Groupe 3 contient uniquement des salves attribuées à l'Inconel 625, d'amplitude légèrement plus faible (moins de 39 dB_{EA}) et de durée bien plus importante (8500 μ s en moyenne) : ces caractéristiques décrivent généralement (8500 μ s en moyenne) : ces caractéristiques décrivent généralement des mouvements de dislocation (plasticité) [21]. Il est plus difficile d'associer un phénomène aux deux autres groupes. Le Groupe 4 pourrait regrouper des salves attribuées aux deux matériaux, d'amplitudes et de durées plus faibles (moins de 37 dB_{EA} et d'une durée moyenne de 10 μ s). Leur énergie absolue est également très faible (de l'ordre de 1 aJ), cela pourrait traduire un phénomène d'oxydation [22]. Le Groupe 2 contient des salves attribuées à la fois au SiC et à l'Inconel 625, d'amplitudes et de durée moyennes (inférieures à 41 dB_{EA} et d'une durée moyenne de 370 μ s). Ces salves ont également un temps de montée assez faible (inférieur à 200 μ s), ce qui pourrait traduire un phénomène de propagation de fissures ou micro-fissures [23]. Dans le cas de l'Inconel 625, ces micro-fissures pourraient être préexistantes dans la couche d'oxyde.

Il serait intéressant d'affiner la définition de ces groupes de salves en fonction de l'ensemble de leurs caractéristiques acoustiques, notamment en évaluant la qualité des clusters formés, via des indicateurs tels que le coefficient de silhouette définissant la qualité intra-cluster (densité, dissociation) ou l'indice de Davies-Bouldin comparant les distances intra et inter clusters.

Les tests présentés ci-dessus révèlent la capacité d'IMPACT à caractériser le comportement mécanique (endommagement suivi par émission acoustique) et thermique des échantillons à haute température, et les premiers résultats semblent apporter des informations intéressantes. Le dispositif peut donc être utilisé pour observer le comportement lors de cyclages sous flux solaire concentré. Les caractéristiques des cycles (durée, amplitude, fréquence) devront être définis de manière à imposer des conditions de test permettant de générer des sollicitations elles-mêmes induisant des comportements représentatifs des matériaux en conditions d'utilisation. Ainsi, il sera possible d'analyser et comparer l'ensemble des essais, notamment au moyen de méthodes statistiques.

E CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Dans ce Chapitre, des matériaux d'étude (SiC, Inconel 625) ont été caractérisés thermiquement et mécaniquement par des moyens classiques (flash laser, dilatomètre) et originaux (mesure du module d'Young en fonction de la température par méthode ultrasonore et mesure de l'émissivité à haute température par radiométrie couplée à un pyroréflectomètre).

Le banc d'essai solaire au foyer duquel est placé le système IMPACT a été décrit et étalonné, de manière à pouvoir maîtriser le flux solaire appliqué sur l'échantillon.

En se basant notamment sur les propriétés déterminées expérimentalement, le dispositif IMPACT a été conçu et optimisé. Le choix du nombre de capteurs, l'amélioration du contact échantillon/guide d'onde, et la sélection d'une stratégie de localisation ont permis d'obtenir une erreur de position moyenne de 3,5 mm sur un disque d'acier de 100 mm de diamètre à température ambiante. Cela a permis de déterminer les diamètres minimum requis pour garantir une erreur de position inférieure à 5 % sur les échantillons de SiC et d'Inconel 625, respectivement 150 mm et 100 mm. Cependant, une concession a dû être faite pour le SiC : le diamètre des échantillons a dû être réduit à 100 mm afin d'atteindre des niveaux de températures et contraintes suffisants (d'après les estimations numériques détaillées dans le prochain chapitre), portant ainsi l'erreur possible à 8%.

Ainsi, IMPACT a été réalisé en intégrant les contraintes fixées lors de la conception. Un premier test sur chacun des matériaux a permis de valider la faisabilité des mesures à haute température. Il est à présent nécessaire de définir une stratégie de cyclage thermique adaptée pour chacun des matériaux. Pour y parvenir, des indicateurs numériques du comportement thermomécanique des échantillons seront définis dans le Chapitre 3. Les tests ainsi réalisés seront également présentés. L'analyse des premiers tests a mis en évidence l'intérêt d'une analyse statistique des salves émises au cours des cyclages, qui sera réalisée dans le Chapitre 4.

Références

- D. G. Morris, A. López-Delgado, et al., "Selection of high temperature materials for concentrated solar power systems: Property maps and experiments," *Sol. Energy*, vol. 112, pp. 246–258, 2015.
- [2] A. Rojas-Morín and J. Fernández-Reche, "Estimate of thermal fatigue lifetime for the INCONEL 625ICF plate while exposed to concentrated solar radiation," *Rev. Metal.*, vol. 47, no. 2, pp. 112–125, 2011.
- [3] Special Metals Corporation, "INCONEL alloy 625 data sheet Publication Number SMC-063." 2006.
- [4] M. Balat-Pichelin, J. F. Robert, and J. L. Sans, "Emissivity measurements on carbon–carbon composites at high temperature under high vacuum," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 2, pp. 778– 783, 2006.
- [5] E. Brodu, "Thermal radiative properties and behavior of refractory, highly textured metallic coatings and pyrolytic boron nitride on C/C composite for the solar probe plus mission," Université de Perpignan Via Domitia, 2014.
- [6] D. Hernandez, J. L. Sans, et al., "Experimental validation of a pyroreflectometric method to determine the true temperature on opaque surface without hampering reflections," *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 42, no. 6, pp. 836–843, 2009.
- [7] M. Huger, "Contrôles non destructifs (cours)." 2001.
- [8] T. Chotard, J. Soro, et al., "High temperature characterisation of cordierite-mullite refractory by

ultrasonic means," J. Eur. Ceram. Soc., vol. 28, no. 11, pp. 2129–2135, 2008.

- [9] H. A. Kuhn, "Atlas of Formability Inconel 625," 1993.
- [10] BOOSTEC Industries, "Carbure de Silicium fritté BOOSTEC." .
- [11] AFNOR, "Essais non-destructifs Terminologie Partie 9: termes utilisés en contrôle par émission acoustique." 2009.
- [12] L. Yang, T. T. Yang, et al., "Acoustic emission monitoring and damage mode discrimination of APS thermal barrier coatings under high temperature CMAS corrosion," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 304, pp. 272–282, 2016.
- [13] L. Yang, H. S. Kang, et al., "Frequency as a key parameter in discriminating the failure types of thermal barrier coatings: Cluster analysis of acoustic emission signals," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 264, pp. 97–104, 2015.
- [14] A. Tobias, "Acoustic-emission source location in two dimensions by an array of three sensors," *Non-Destructive Test.*, vol. 9, no. 1, pp. 9–12, 1976.
- [15] K. Ono and H. Cho, "Rods and tubes as AE waveguides," J. Acoust. Emiss., vol. 22, no. 8, pp. 243– 252, 2004.
- [16] MISTRAS, "Micro80D Sensor Product data sheet." 2011.
- [17] C. Cavalloni, "Patent US5477729A Acoustic emission transducer," 1995.
- [18] D. Aljets, A. Chong, et al., "Acoustic emission source location in plate-like structures using a closely arranged triangular sensor array," *J. Acoust. Emiss.*, vol. 28, pp. 85–98, 2010.
- [19] J.-L. Sans, "Mesure des hautes températures," 2016.
- [20] A. Boubault, "Etude du vieillissement de matériaux sous haut flux solaire concentré Application aux récepteurs surfaciques des centrales solaires thermodynamiques," Université de Perpignan Via Domitia, 2013.
- [21] J. Xu, E.-H. Han, and X. Wu, "Acoustic emission response of 304 stainless steel during constant load test in high temperature aqueous environment," *Corros. Sci.*, vol. 63, pp. 91–99, 2012.
- [22] M.-T. Tran, "Approche des mécanismes d'oxydation thermique par l'emission acoustique," Université Grenoble Alpes, 2011.
- [23] Z. Han, H. Luo, J. Cao, and H. Wang, "Acoustic emission during fatigue crack propagation in a micro-alloyed steel and welds," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 25, pp. 7751–7756, 2011.

Chapitre 3 STRATEGIE DE CYCLAGE & CAMPAGNE EXPERIMENTALE

Les Chapitres précédents ont permis de sélectionner une technique de mesure inédite pour l'application spécifique du suivi de l'endommagement des matériaux pour récepteurs solaires, puis de concevoir, réaliser, tester et optimiser le banc de mesure correspondant. L'utilisation de ce dispositif doit permettre de comparer la réponse des matériaux sélectionnés à des contraintes thermomécaniques représentatives de celles subies par un récepteur solaire. Le comportement du matériau doit être caractérisé lors de chocs thermiques répétés dans le temps. L'observation de ce comportement sur des temps d'essai plus courts que la durée de vie nominale du matériau implique d'augmenter la sévérité des chocs subis afin de potentiellement accélérer l'apparition des phénomènes d'endommagement.

Ainsi, la méthode originale développée lors des travaux de thèse d'Antoine Boubault [1] sur le vieillissement thermique des mêmes types de récepteurs solaires a été adaptée à une étude thermomécanique des matériaux constitutifs de ces derniers. Pour cela, un modèle numérique s'appuyant sur les propriétés des matériaux obtenues au chapitre 2 sera développé et validé dans la première partie de ce chapitre.

Dans une deuxième partie, de nouveaux indicateurs de l'endommagement thermomécanique seront définis et calculés pour différentes valeurs des conditions aux limites (variation du flux solaire). Afin de comparer les résultats obtenus, un indicateur de sensibilité adimensionnel sera ensuite utilisé, aboutissant à la définition d'une stratégie de cyclage.

Cette stratégie sera appliquée dans le cadre d'une campagne expérimentale présentée dans la troisième partie de ce chapitre.

A MODELE NUMERIQUE THERMOMECANIQUE

La modélisation du comportement thermomécanique des échantillons doit permettre à la fois :

- d'estimer et de localiser les contraintes auxquelles est soumis le matériau, afin de les comparer à l'intensité et à la localisation des évènements acoustiques enregistrés ;
- de définir une stratégie de cyclage pertinente basée sur une étude de sensibilité d'indicateurs du comportement des matériaux. L'élaboration de cette stratégie sera présentée au § B. Indicateurs du comportement thermomécanique.

Le modèle numérique est réalisé avec un code de calcul multi-physique (linéaire ou non) libre développé par EDF [2] : le Code_Aster (Analyse des Structures et Thermomécanique pour des Etudes et des Recherches). Parmi les nombreuses possibilités offertes, on retrouve : la description de phénomènes mécaniques statiques ou dynamiques et thermiques stationnaires ou transitoires, le couplage de ces phénomènes, l'utilisation de modèles d'endommagement, l'analyse de la fatigue, etc.

A.1 CONDITIONS AUX LIMITES

IMPACT est conçu de manière à laisser l'échantillon se déformer le plus librement possible (maintien par des ressorts), le modèle doit donc reproduire cette condition limite mécanique. Trois degrés de liberté sont fixés en définissant un appui isostatique (3 points) sur la face arrière de l'échantillon tel que schématisé sur la Figure 3-1 : un point au centre de l'échantillon est bloqué dans les directions *x* et *y*, trois points situés à 120° sur les côtés sont bloqués en *z*, et l'un d'entre eux est également bloqué en *x*. Ainsi, l'échantillon a une position initiale identifiée dans le repère d'étude, et n'est pas contraint mécaniquement : seuls les gradients thermiques dus au flux solaire induiront des contraintes. Les déformations produites relèveront de l'application de l'hypothèse des petites déformations.



Figure 3-1 : Conditions aux limites

Le flux solaire est considéré homogène sous toute la surface d'ouverture du kaléidoscope et nul ailleurs. Les pertes thermiques sont de type radiatives, proportionnelles à l'émissivité et la température de l'échantillon, et de type convectives, approximées au travers d'un coefficient convectif moyen *h* de 20 W.m⁻².K⁻¹. La température ambiante T_a est fixée à 15°C.

Les scripts de la modélisation sont disponibles en Annexe 2.

A.2 VALIDATION DU MODELE

La validation du modèle se fait sur la partie thermique. Tout d'abord, les températures au centre de la face avant T_{av} et de la face arrière T_{ar} pour différentes consignes de flux constant φ_i sont comparées à un calcul analytique issu du bilan thermique à l'équilibre [1] :

$$T_{av} = \frac{1}{2} \times \left(-\sqrt{2y_0} + \sqrt{\frac{-2y_0^2 + q'\sqrt{2y_0}}{y_0}} \right)$$

$$Equation 3-1$$

$$T_{ar} = \frac{e}{eh + \lambda} \times \left(\frac{\lambda \sqrt{-2y_0^2 + q'\sqrt{2y_0}} - \lambda \sqrt{2y_0^2}}{2e\sqrt{y_0}} + hT_a \right)$$

$$Equation 3-2$$

Avec *h* le coefficient de convection, *e* l'épaisseur de l'échantillon, λ sa conductivité, et :

$$q' = \frac{h}{\varepsilon\sigma} + \frac{\lambda}{e\varepsilon\sigma} - \frac{\lambda^2}{e\varepsilon\sigma(eh+\lambda)}$$
 Equation 3-3

3-4

$$y_{0} = \sqrt[3]{\frac{1}{2}} \times \left(\frac{q'^{2}}{8} - \sqrt{\frac{q'^{4}}{64} - \frac{4r'^{3}}{27}}\right) + \sqrt[3]{\frac{1}{2}} \times \left(\frac{q'^{2}}{8} + \sqrt{\frac{q'^{4}}{64} - \frac{4r'^{3}}{27}}\right)$$
 Equation 3-4
$$r' = -\frac{1}{\epsilon\sigma} \times \left(\alpha\varphi_{i} + hT_{a} + \frac{\lambda hT}{\epsilon h + \lambda}\right) - T_{a}^{4}$$
 Equation 3-5

1

1

Avec ε l'émissivité de l'échantillon et σ la constante de Stefan-Boltzmann. Les valeurs obtenues de manière numérique et analytique sont en parfait accord, avec une erreur relative inférieure à 0,002 %.

La modélisation dynamique a été comparée aux valeurs expérimentales. Un test a été effectué sur un échantillon pré-oxydé d'Inconel 625 (50 mm de diamètre et 5 mm d'épaisseur), soumis à un flux solaire créneau de moyenne φ_{moy} = 1200 kW.m⁻², d'amplitude A = 200 kW.m⁻², et de période τ = 120 s. Ces conditions de cyclage ont été fixées arbitrairement dans le but d'obtenir des valeurs expérimentales en régime dynamique à comparer au modèle.



Figure 3-2 : Validation expérimentale du modèle Code Aster. Cyclage entre 1000 et 1400 kW.m⁻² d'un échantillon d'Inconel 625 (Ø50 mm, e=5mm) pré-oxydé.

Les températures obtenues sont représentées sur l'axe de gauche du graphique de la Figure 3-2, avec en traits pleins les valeurs expérimentales et en pointillés les valeurs issues du modèle. Sur l'axe de droite est représentée la consigne de flux, en forme de créneau.

Lorsque le régime permanent est atteint, après le troisième cycle, les valeurs numériques et expérimentales coïncident très bien pour les températures au centre de l'échantillon, sur la face avant (irradiée) et arrière. Toutefois, la température de la surface latérale est légèrement surestimée de 7%. De plus, bien que l'allure générale de l'évolution de la température en régime transitoire soit bonne, on peut noter un écart non négligeable entre valeurs calculées et valeurs mesurées. Tout ceci est très probablement dû au choix fait pour estimer les échanges convectifs : nous avons ici considéré le coefficient de convection constant, alors qu'en réalité il varie en fonction de la température de l'échantillon et des conditions météorologiques (vitesse du vent).

Cependant, nous nous intéressons au comportement de l'échantillon lors des cyclages une fois le régime permanent atteint, et non lors du régime transitoire : le modèle est donc suffisamment performant et robuste pour notre étude, sans avoir à le rendre plus complexe par la prise en compte d'un coefficient d'échange convectif variable.

B INDICATEURS DU COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE

B.1 DEFINITION DES INDICATEURS

L'endommagement et la ruine des matériaux peuvent être ici induits par deux types de sollicitations : un fluage dû à un usage prolongé à haute température, et/ou à la fatigue due à l'alternance de cycles longs (démarrage et extinction de la centrale) ou courts (passages nuageux).

Pour une sollicitation de fluage, le changement de comportement significativement observable se situe autour de 0.4 fois la température de fusion T_f si c'est un acier, et environ 0.50 T_f si c'est une céramique [3]. C'est donc une sollicitation que ne subira pas le SiC ($T_f = 2730^{\circ}$ C), mais qui concernera l'Inconel 625 ($T_f = 1300^{\circ}$ C). Il apparaît donc probable que l'étude de ces deux types de matériaux nécessite le recours à des indicateurs de comportement différents.

La sollicitation en fluage est définie par le niveau de température. Elle peut être caractérisée par la vitesse de déformation et/ou par l'énergie libérée lors d'un cycle. La durabilité des matériaux face à ce type de sollicitation est définie par la fréquence des cycles subis.

La sollicitation en fatigue est définie par l'amplitude des contraintes, et peut être exacerbée par des facteurs tels qu'une contrainte moyenne positive et/ou de hautes températures. Elle peut être caractérisée par la déformation plastique ou l'énergie libérée au cours d'un cycle [4]. Dans ce cas, la durabilité est définie par le nombre de cycles subis.

Critères	Variables considérées	Ref	Formule		
Fatigue					
Manson – Coffin*	Déformation plastique	[5]	$MC = \sqrt{\Delta \varepsilon_p}$	Equation 3-6	
Smith - Watson - Tropper	Contrainte maximale σ_{max} Amplitude de déformation $\Delta arepsilon$ Module d'Young E	[6]	$SWT = \sqrt{E \times \sigma_{max} \times \Delta \varepsilon}$	Equation 3-7	
Fluage					
Zenner — Hollomon*	Vitesse de déformation <i>ċ</i> Température <i>T</i>	[7]	$Z = \dot{\varepsilon} \times exp\left(\frac{E_a}{RT}\right)$	Equation 3-8	
Endommagement global					
Gollos-Ellyn	Energie	[5]	$E_{TOT} = E_{pl} + E_{el}$	Equation 3-9	

Aux vues de ces paramètres, plusieurs indicateurs du comportement des matériaux sous de telles sollicitations ont été sélectionnés et sont récapitulés dans le Tableau 3-1.

 Tableau 3-1 : Définition des indicateurs du comportement thermomécanique des matériaux

 *uniquement pour l'Inconel 625

Le critère de Manson-Coffin [5], classiquement utilisé dans les études de fatigue, considère l'amplitude de déformation plastique qui apparaît au cours d'un cycle (Equation 3-6) : c'est un indicateur uniquement adapté à l'Inconel 625, le SiC ayant un comportement purement élastique. Le critère de Smith-Watson-Tropper [6] est plus complet : il tient à la fois compte de la contrainte de maximale, de l'amplitude de déformation, et de l'influence de la température au travers du module d'Young qui en dépend (Equation 3-7). C'est un indicateur de fatigue multi-paramètres qui convient aux deux types

de matériaux. Le critère de Zenner-Hollomon (généralement considéré sous sa forme logarithmique) [7], traduit la réponse du matériau au fluage, en tenant compte de la vitesse de déformation, la température, et l'énergie d'activation du matériau (Equation 3-8). Le terme R désigne la constante des gaz parfaits (R = 8,31 J.mol⁻¹.K⁻¹), et l'énergie d'activation de l'Inconel 625 est estimée à 400 kJ.mol⁻¹ [8]. Sachant qu'il a été considéré que le SiC ne serait pas soumis au fluage, cet indicateur est réservé à l'Inconel 625. Enfin, un dernier critère a été sélectionné, le critère dit de Gollos-Ellyn [5], qui a pour vocation de prendre en compte tous les types de sollicitations appliqués au travers de l'énergie totale libérée lors du cycle thermique (Equation 3-9).

Les variables considérées sont calculées par le modèle numérique. Leur valeur est prise localement, en un nœud pris au centre de l'échantillon, qui est la zone subissant les contraintes les plus importantes. Sur un cycle, il est possible de définir :

▶ la contrainte équivalente de Von Mises σ_{eq} , calculée à partir du produit doublement contracté du déviateur du tenseur des contraintes $\overline{\sigma}$. Le tenseur des contraintes $\overline{\sigma}$ décrit l'état de contrainte d'un élément du solide dû au champ de déplacement (induit par le champ des températures) dans toutes les directions de l'espace. Le déviateur permet de tenir compte de la pression hydrostatique. Le produit doublement contracté permet de réduire la matrice, de manière à ramener le tenseur à une composante unique.

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}} \overline{\sigma} : \overline{\sigma}$$
 Equation 3-10

Cette contrainte équivalente doit rester inférieure à la limite d'élasticité du matériau pour garantir son intégrité. Elle peut être visualisée par une délimitation ellipsoïdale, telle qu'illustrée sur la Figure 3-3.



Figure 3-3 : Représentation du critère de Von Mises

Ia déformation équivalente de Von Mises ε_{eq}, calculée à partir du produit doublement contracté du déviateur du tenseur des déformations ε, de manière analogue à la contrainte équivalente.

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \frac{\overline{\varepsilon}}{\overline{\varepsilon}} \frac{\overline{\varepsilon}}{\overline{\varepsilon}}}$$
 Equation 3-11

Ia déformation plastique peut être extraite de la déformation totale, qui est égale à la somme des déformations élastiques (fonction de la contrainte et du tenseur d'élasticité), thermique (fonction de la température et du coefficient de dilatation thermique), et plastique.

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_{th}(t) + \varepsilon_{el}(t) + \varepsilon_{pl}(t)$$
 Equation 3-12

Ia vitesse de déformation, égale au différentiel de dilatation pendant un pas de temps.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta \varepsilon_{eq}}{\Delta t}$$
 Equation 3-13

I'énergie issue de la déformation élastique, calculée à partir de la contrainte équivalente de Von Mises et du module d'Young à la température moyenne du cycle.

$$E_{el} = \frac{1}{2E} \times \left(\frac{\Delta \sigma_{eq}}{2} + \sigma_{eq,moy}\right)$$
 Equation 3-14

I'énergie issue de la déformation plastique, correspondant à l'aire sous la courbe de contraintedéformation du cycle considéré.

$$E_{pl} = \int_{min}^{max} \sigma_{eq}(\varepsilon_{eq}) \qquad \qquad \text{Equation 3-15}$$

Pour rappel, l'énergie de la déformation plastique est l'énergie nécessaire pour déformer de manière permanente le matériau : lorsque la contrainte est relâchée, celui-ci ne reprend pas sa forme initiale. A l'inverse, l'énergie de déformation plastique ne permet que d'atteindre une déformation réversible, qui disparaît lorsque la contrainte n'est plus appliquée. Ces concepts sont illustrés par la Figure 3-4.



Figure 3-4 : Illustration de l'énergie et la déformation dans les domaines élastique et plastique

Ces indicateurs de l'endommagement enduré par le matériau vont s'attacher à décrire sa réponse face aux variations des conditions aux limites. Le flux solaire ayant été identifié comme la condition aux limites la plus influente [1], c'est celle qui sera étudiée. Le flux est appliqué sous forme de créneaux, afin d'imposer des variations brutales. Les paramètres qui peuvent être modifiés sont : la valeur moyenne, l'amplitude, et la période. Les valeurs prises par ces paramètres sont établies de manière à amplifier des conditions d'utilisation réelles, dans les limites permises par l'installation solaire (maximum 1500 kW.m⁻²).

B.2 ETUDE PARAMETRIQUE

Une étude numérique est réalisée de manière à identifier les conditions aux limites qui permettent de faire varier significativement, et si possible indépendamment, les indicateurs définis ci-dessus. La valeur moyenne du flux solaire φ_{moy} varie entre 500 et 1000 kW.m⁻², pour des amplitudes comprises entre $\varphi_{moy}/3$ et φ_{moy} , et des périodes τ comprises entre 30 et 120s. Ces conditions de test doivent permettre d'atteindre les températures d'application visées (environ 1000°C) et d'amplifier les contraintes thermiques typiquement subies par les matériaux étudiés, soit des gradients de l'ordre de 7 K.mm⁻¹ pour l'Inconel 625 [9] et 16 K.mm⁻¹ pour le SiC [10] en conditions nominales.

B.2.1 EVOLUTION DES INDICATEURS

Les Figure 3-5 et Figure 3-6 illustrent l'évolution des indicateurs du comportement thermomécanique en fonction des paramètres du flux incident (valeur moyenne, amplitude et période). Chaque graphique est séparé en trois zones, correspondant à des flux solaires moyens croissants (carrés gris clair) : 500 kW.m⁻², 750 kW.m⁻² et 1000 kW.m⁻². La première valeur de l'indicateur est donnée pour un

flux constant, puis pour un flux créneau d'amplitude croissante (carrés gris foncés), égale au tiers, à la moitié, puis à la valeur du flux moyen. Pour chacune des amplitudes, la période du cycle indiquée en abscisse varie entre 30 s, 60 s et 120 s.

Comportement des indicateurs du carbure de Silicium (SiC)

Le comportement du SiC est décrit par les indicateurs dont l'évolution est illustrée sur la Figure 3-5.



Figure 3-5 : Evolution des indicateurs du comportement thermique SWT et E_{TOT} du SiC en fonction des paramètres du flux incident (valeur moyenne, amplitude et période)

Le premier (SWT) est nul à flux constant, et augmente avec l'accroissement de la valeur moyenne et de l'amplitude du flux. Il est peu sensible à la période. Le second (E_{TOT}) a un comportement similaire, à la différence près qu'il n'est pas nul aux flux constants et qu'il est plus sensible aux variations de période lorsque de hauts flux sont atteints.

Comportement des indicateurs de l'Inconel 625

Les indicateurs décrivant le comportement de l'Inconel 625 sont illustrés dans l'ordre suivant sur la Figure 3-6 : SWT, $V\Delta\epsilon_{pl}$, E_{TOT} et log Z. Les deux premiers indicateurs (SWT et $V\Delta\epsilon_{pl}$) présentent des évolutions similaires : nuls aux flux constants, ils augmentent avec la valeur moyenne du flux. La variation de période n'a une influence notable que lorsque la moyenne et l'amplitude du flux sont élevées. Il n'y a pas de déformation plastique avant d'avoir atteint un flux de 750 kw.m⁻² de moyenne et d'amplitude égale à $\varphi_{moy}/2$. Globalement, les indicateurs SWT et $V\Delta\epsilon_{pl}$ augmentent lorsque les paramètres du flux augmentent. L'indicateur E_{TOT} est majoritairement affecté par l'augmentation de la période aux hauts flux et grandes amplitudes. L'indicateur log Z semble surtout influencé par l'augmentation de la période.


Figure 3-6 : Evolution des indicateurs du comportement thermique SWT, $V\Delta \varepsilon_{pl}$, E_{TOT} et log Z de l'Inconel 625 en fonction des paramètres du flux incident (valeur moyenne, amplitude et période)

B.2.2 EXEMPLES DE CYCLAGES

A titre illustratif, les réponses thermique et mécanique des échantillons (100 mm de diamètre et 4 mm d'épaisseur) sont modélisées pour deux types de cyclage créneau engendrant des valeurs respectivement importantes et faibles de l'ensemble des indicateurs :

- Cas 1 : ϕ_{moy} = 750 kW.m⁻², A = ϕ_{moy} , et τ = 120 s ;
- Cas 2 : ϕ_{moy} = 500 kW.m⁻², A = $\phi_{moy}/2$, et τ = 120 s.

Les résultats obtenus pour chacun des matériaux d'étude sont présentés dans les Figure 3-7 et Figure 3-8 ci-dessous : sur l'axe de gauche la température (courbe rouge) et la contrainte (courbe bleue) au centre de l'échantillon, et sur l'axe de droite les gradients thermiques dans l'épaisseur (courbe jaune en pointillés) et suivant le rayon (courbe orange en pointillés).

Modélisation de la réponse thermique et mécanique du SiC lors d'un cyclage simulé

Au travers de ces deux modélisations des échantillons de SiC illustrées sur la Figure 3-7, il est possible de constater que l'installation solaire utilisée permet de reproduire des conditions proches des conditions d'utilisation nominales [10], avec une température maximale de près de 1100°C, et des gradients thermiques de l'ordre 15 K.mm⁻¹. Cependant, ces conditions semblent difficiles à amplifier : il est donc préférable de n'utiliser que les plus hauts flux disponibles. Les contraintes maximales atteintes dans le Cas 1 sont de l'ordre de 350 MPa.





Modélisation de la réponse thermique et mécanique de l'inconel 625 lors d'un cyclage simulé

Au travers de ces deux modélisations des échantillons d'Inconel 625 illustrées sur la Figure 3-8, il est possible de constater que l'installation solaire utilisée permet : 1) de reproduire des conditions proches des conditions d'utilisation nominales [9], avec une température maximale de près de 800°C, et des gradients thermiques de l'ordre d'une dizaine de K.mm⁻¹ ; 2) d'amplifier ces sollicitations, avec une température maximale de 1100°C et des gradients d'environ 20 K.mm⁻¹. Les contraintes maximales atteintes sont respectivement de l'ordre de 500 MPa et 250 MPa pour le Cas 1 et le Cas 2.



Figure 3-8 : Modélisation de la température de surface au centre de l'échantillon T_{av}, des gradients thermiques axiaux ΔT_{ep} et radiaux ΔT_{rad}, et des contraintes équivalentes de Von Mises dans des échantillons d'Inconel 625 soumis à deux types de cyclage (A. Cas 1 et B. Cas 2)

Afin de comparer plus efficacement les nombreux résultats obtenus lors de cette étude numérique, il est nécessaire de pouvoir comparer directement les évolutions de chaque indicateur en fonction des sollicitations. Une étude de sensibilité est donc menée, à partir des coefficients définis dans le paragraphe suivant.

B.3 DEFINITION DES COEFFICIENTS DE SENSIBILITE

Analogiquement à des travaux antérieurs [1], une étude de sensibilité est menée afin d'évaluer l'influence des paramètres β_i (valeur moyenne, amplitude, période) sur les indicateurs I_j . Une étude de sensibilité consiste à faire varier un seul paramètre en gardant les autres constants, puis à regarder l'effet de cette variation sur la grandeur observée. La variation de la grandeur, divisée par la variation du paramètre, donne une valeur de la sensibilité de cette grandeur par rapport à ce paramètre. On appelle cette valeur "coefficient de sensibilité", noté X_β(I).

$$X_{\beta}(I) = \left| \frac{\partial I}{\partial \beta} \right|$$
 Equation 3-16

Si l'on considère que la sensibilité reste équivalente sur toute la plage de valeurs étudiées, alors il est possible d'exprimer le coefficient de sensibilité sous sa forme réduite : la variation considérée n'est plus une dérivée mais une différence entre les valeurs borne.

$$Z_{\beta}(I) = \left|\frac{\Delta I}{\Delta\beta}\right|$$
 Equation 3-17

Pour faciliter la comparaison entre chacun des coefficients de sensibilité, leur valeur est ramenée à une grandeur adimensionnelle, indépendante de l'unité de chaque indicateur ou paramètre. Ainsi, ce coefficient de sensibilité adimensionnel prend en compte la variation relative de chaque indicateur I par rapport à sa valeur maximale I_{max} , ainsi que la variation relative de chaque paramètre β par rapport à la moyenne des valeurs testées $\overline{\beta}$. Son expression est donnée par l'Equation 3-18.

$$Z_{\beta}^{*}(I) = \left| \frac{\overline{\beta}}{I_{max}} \cdot \frac{\Delta I}{\Delta \beta} \right| = \left| \frac{variation \ relative \ de \ I}{variation \ relative \ de \ \beta} \right|$$
Equation 3-18

Le coefficient de sensibilité adimensionnel prend ainsi de grandes valeurs si une petite variation relative de β entraîne une variation importante de I par rapport à la valeur maximale obtenue. Ainsi,

l'influence d'un paramètre n'est pas évaluée seulement par la sensibilité pure mais aussi par la possibilité d'obtenir des variations de I proches de I_{max} en faisant varier le paramètre sur une large plage de valeurs possibles.

Ainsi, par exemple, la sensibilité adimensionnelle de l'indicateur d'endommagement global E_{TOT} (critère de Gollos-Ellyn) vis-à-vis de l'amplitude du flux A s'écrit :

$$Z_A^*(E_{TOT}) = \left| \frac{A_{moy}}{E_{TOT,max}} \cdot \frac{\Delta E_{TOT}}{\Delta A} \right|$$
 Equation 3-19

La valeur moyenne du flux ϕ_{moy} et la période τ sont constants par ailleurs, égaux à un cas de référence.

B.4 ETUDE DE SENSIBILITE

Les valeurs des coefficients de sensibilité adimensionnels sont calculées numériquement pour l'ensemble des paramètres β considérés lors de l'étude paramétrique (période, amplitude et valeur moyenne du flux) afin de définir les stratégies de cyclage adéquates.

Le cas de référence est défini de manière à permettre une évolution positive ou négative des indicateurs : $\varphi_{moy} = 750 \text{ kW.m}^{-2}$, A = $\varphi_{moy}/2$, et $\tau = 120 \text{ s}$.

B.4.1 INFLUENCE DE LA PÉRIODE

La Figure 3-9 illustre la sensibilité des indicateurs aux variations de la période du flux solaire, comprise entre 30 s et 120 s. Trois configurations de variations sont représentées :

- a. $\phi_m = 1000 \text{ kW}.\text{m}^2 \text{ et } \text{A} = \phi_m/2 \text{ (marqueurs carrés),}$
- b. $\varphi_m = 750 \text{ kW.m}^{-2} \text{ et A} = \varphi_m/2 \text{ (marqueurs triangulaires),}$
- c. $\phi_m = 750 \text{ kW.m}^{-2} \text{ et } A = \phi_m \text{ (marqueurs ronds).}$

D'après l'étude paramétrique, ce sont les configurations où la période est la plus susceptible d'influer sur les indicateurs.



Figure 3-9 : Sensibilité adimensionnelle des indicateurs de l'Inconel 625 aux variations de période τ

Quel que soit le matériau considéré, la variation de la période du flux a une influence négligeable sur la variation des indicateurs considérés, elle ne sera donc pas utilisée comme stratégie de cyclage. Pour la suite de l'étude de sensibilité, la période est fixée à τ = 120 s, car c'est dans cette configuration que les indicateurs atteignent leur valeur maximale (cf. *B.2. Etude paramétrique*).

B.4.2 INFLUENCE DE LA VALEUR MOYENNE

La Figure 3-10 illustre la sensibilité des indicateurs aux variations de la moyenne du flux solaire (entre 500 et 1000 kW.m⁻²).

Trois configurations de variations sont représentées de manière à évaluer cette sensibilité pour différentes amplitudes de flux :

- a. A = 0, flux uniforme (marqueurs ronds),
- b. $A = \varphi_m/3$ (marqueurs carrés),
- c. $A = \varphi_m/2$ (marqueurs triangulaires).



Figure 3-10 : Sensibilité adimensionnelle des indicateurs de l'Inconel 625 aux variations de flux moyen ϕ_m

Sensibilité des indicateurs du SiC

D'après la Figure 3-10.A, la variation de la moyenne du flux a une influence importante sur les deux indicateurs étudiés, et particulièrement l'indicateur d'endommagement global E_{TOT} . A flux uniforme, ce dernier est stimulé de manière totalement sélective : en effet, le coefficient de sensibilité de l'indicateur de fatigue SWT reste nul. Lorsque l'amplitude est égale à $\phi_m/2$, la plus grande variation possible des deux indicateurs est obtenue.

A (k\	N/m²)	φ	φ/2	φ/3	0			
1 ²)	1500				X			
φ M/π	1000		Х		x			
(k)	750		x		x			
			T	-	T			
	E _{TOT} , SWT E _{TOT}							

Figure 3-11 : Stratégies de cyclage stimulant les indicateurs du SiC par la variation de la valeur moyenne du flux

Deux stratégies sont donc retenues, telles qu'illustrées sur la Figure 3-11 : l'une à amplitude nulle favorisant E_{TOT} et l'autre avec A = $\phi_m/2$ stimulant les deux indicateurs. Il manque donc une stratégie stimulant sélectivement SWT pour une analyse exhaustive des indicateurs décrivant l'influence de leur variation de manière sélective et conjuguée.

Sensibilité des indicateurs de l'Inconel 625

D'après la Figure 3-10.B, la variation de la moyenne à flux constant stimule sélectivement l'indicateur de fluage log Z. Lorsque l'amplitude est égale à $\varphi_m/3$, ce sont les indicateurs $V\Delta \varepsilon_{pl}$ et log Z qui sont conjointement stimulés. Enfin, une variation de la moyenne à une amplitude égale à $\varphi_m/2$ permet d'obtenir la plus grande variation possible de l'indicateur $V\Delta \varepsilon_{pl}$, associée à une stimulation de tous les autres indicateurs.

A (kW/m²)		φ	φ/2	φ/3	0	
(² 1	1000		X	X	X	
۹% ۱۳	750		х	x	х	
(k)	500		х	x	x	

Figure 3-12 : Stratégies de cyclage stimulant les indicateurs de l'Inconel 625 par la variation de la valeur moyenne du flux

Trois stratégies sont donc retenues, telles qu'illustrées sur la Figure 3-12 : une première à amplitude nulle favorisant log Z, une deuxième avec $A = \varphi_m/3$ favorisant log Z et $V\Delta\epsilon_{pl}$, et une troisième stimulant l'ensemble des indicateurs avec une influence majeure de la plasticité. Il manque donc au moins deux stratégies, stimulant sélectivement les indicateurs SWT et E_{TOT} .

B.4.3 INFLUENCE DE L'AMPLITUDE

La Figure 3-13 illustre la sensibilité des indicateurs aux variations de la moyenne du flux solaire. L'amplitude minimale est nulle, et l'amplitude maximale est égale au flux moyen, à l'exception de la configuration où le flux moyen est égal à 1000 kW.m⁻² car l'installation solaire utilisée est limitée à une densité de flux maximale de 1500 kW.m⁻².

Trois configurations de variations sont représentées de manière à évaluer cette sensibilité pour différentes valeurs moyennes de flux :

- a. $\phi_m = 1000 \text{ kW}.\text{m}^{-2}$ (marqueurs triangulaires),
- b. $\phi_m = 750 \text{ kW}.\text{m}^{-2}$ (marqueurs ronds),
- c. $\phi_m = 500 \text{ kW.m}^{-2}$ (marqueurs carrés).



Figure 3-13 : Sensibilité adimensionnelle des indicateurs de l'Inconel 625 aux variations d'amplitude A

Sensibilité des indicateurs du SiC

D'après la Figure 3-13.A, les variations d'amplitude ont une influence moindre par rapport aux variations de valeur moyenne du flux. Cependant, la configuration à ϕ_m = 750 kW.m⁻² pourrait stimuler légèrement plus l'indicateur SWT, contrairement aux configurations précédentes qui favorisaient plutôt l'indicateur E_{TOT}.

Le plan des cyclages est donc complété par une variation de l'amplitude du flux à une valeur moyenne de 1000 kW.m⁻², tel qu'illustré sur la Figure 3-14.



SWT

Figure 3-14 : Stratégie de cyclage stimulant les indicateurs du SiC par la variation de l'amplitude du flux A

Sensibilité des indicateurs de l'Inconel 625

D'après la Figure 3-13.B, les variations d'amplitude à un flux moyen de 750 kW.m⁻² permettent de stimuler sélectivement les indicateurs E_{TOT} , SWT et $V\Delta\epsilon_{pl}$, tandis que la sensibilité de l'indicateur log Z est nulle. Cela permet de définir une stratégie favorisant l'influence conjuguée de la variation d'une partie des indicateurs (excluant celle de log Z). Il ne semble pas possible d'étudier l'influence sélective de la variation de l'indicateur E_{TOT} . Cependant, celle de l'indicateur SWT peut être observée au travers de la variation d'amplitude avec un flux moyen de 500 kW.m⁻². Le plan de cyclage est donc complété par les deux stratégies illustrées sur la Figure 3-15 : une variation d'amplitude pour deux moyennes de flux, 750 kW.m⁻² et 500 kW.m⁻².

A (k\	N/m²)	φ φ/2		φ/3	0	
(²r	1000					
φ n/n	750	X	x	X	Х	
(k	500	X	Х	Х	X	
	SW	Т, Е _{тот}	, √Δε _{ρΙ}	t SWT		

Figure 3-15 : Stratégie de cyclage stimulant les indicateurs de l'Inconel par la variation de l'amplitude du flux A

B.5 CHOIX DES CYCLAGES

L'étude de sensibilité a donc permis de définir les stratégies de cyclage pour chacun des matériaux permettant d'amplifier les sollicitations subies par les récepteurs solaires, et de stimuler les indicateurs de l'endommagement précédemment définis.

Trois stratégies de cyclage ont été définies pour le SiC (τ = 120 s) :

- Variation du flux solaire moyen à flux constant : stimulation de l'indicateur E_{TOT} ;
- > Variation de l'amplitude pour ϕ_m = 750 kW.m⁻²: stimulation de l'indicateur de fatigue SWT ;
- > Variation du flux solaire moyen avec A = $\varphi_m/2$: stimulation conjuguée des deux indicateurs.

Cinq stratégies de cyclage ont été définies pour l'Inconel 625 (τ = 120 s) :

- > Variation du flux solaire moyen à flux constant : influence de l'indicateur de fluage log Z ;
- > Variation du flux solaire moyen avec A = $\varphi_m/3$: stimulation des indicateurs $V\Delta \varepsilon_{pl}$ et log Z ;
- > Variation du flux solaire moyen avec A = $\varphi_m/2$: stimulation de l'ensemble des indicateurs ;
- > Variation de l'amplitude pour $\varphi_m = 750 \text{ kW.m}^{-2}$: stimulation de l'indicateur d'endommagement global E_{TOT} et des indicateurs de fatigue SWT et $V\Delta \varepsilon_{pl}$;
- > Variation de l'amplitude pour $\varphi_m = 500 \text{ kW.m}^{-2}$: stimulation de l'indicateur d'endommagement global E_{TOT} et des indicateurs de fatigue SWT et $V\Delta \varepsilon_{pl}$.

C CAMPAGNE DE LOCALISATION DE L'ENDOMMAGEMENT LORS DE CYCLAGES SOUS CONCENTRATION SOLAIRE

La stratégie de cyclage définie a été mise en œuvre au moyen du dispositif solaire présenté au Chapitre 2, et la réponse acoustique des échantillons est relevée par le dispositif acoustique IMPACT.

Les paragraphes suivants présentent les échantillons cyclés, dont certains ont subi des modifications visibles à l'œil nu. La réponse thermique est confrontée aux prévisions du modèle, et la réponse acoustique (nombre de salves enregistrées) est mise en regard des indicateurs précédemment définis afin de détecter d'éventuelles corrélations. Les indicateurs numériques ayant été choisis de manière à décrire l'endommagement thermomécanique des échantillons et le nombre de salves émises étant théoriquement lié à l'évolution de l'endommagement du matériau (cf. Chapitre 1), il devrait être possible d'établir des correspondances. Afin de mettre en évidence les relations attendues, nous chercherons à établir des fonctions pouvant être définies telles que : *Nombre de salves = f(Indicateur)*.

Si de telles relations peuvent être établies, cela validera la pertinence des indicateurs pour décrire le comportement des échantillons. Il sera alors nécessaire, dans un deuxième temps, d'analyser plus finement les types d'évènements ayant lieu, afin de les confronter aux stratégies de cyclage : cette étape ne sera pas abordée dans ce chapitre.

C.1 CYCLAGES EXPERIMENTAUX DES ECHANTILLONS DE SIC

C.1.1 RÉCAPITULATIF DES CYCLAGES

Les différents échantillons de SiC cyclés sous flux solaire concentré sont répertoriés dans le Tableau 3-2, en fonction des conditions de cyclage déterminées par l'étude paramétrique.

L'ensemble des échantillons présentés est resté intègre. Mis à part l'échantillon rompu lors d'une mauvaise installation du kaléidoscope (cf. validation du dispositif au Chapitre 2), aucune rupture n'est survenue. Les échantillons ayant subi les plus hauts flux présentent une tâche plus sombre en leur centre, sur la surface directement insolée : il semble donc qu'une oxydation passive ait eu lieu. Celleci est particulièrement visible sur les échantillons 7, 2 et 8 par ordre d'intensité ; elle est également présente mais plus légère sur les échantillons 6 et 3.

Très peu d'évènements ont été localisés dans le SIC, les échantillons en présentant le plus grand nombre sont le 6 et le 8. Le nombre d'évènements localisés n'est pas forcément proportionnel au nombre de salves enregistrées (voir Tableau 3-3), ce qui pourrait signifier que différents types d'évènements ont lieu et que seul l'un d'entre eux a pu être localisé. Dans l'ensemble des échantillons, les évènements sont localisés au centre.



Tableau 3-2 : Plan de cyclage réalisé : Photos des échantillons de SiC

C.1.2 COMPORTEMENT DES ÉCHANTILLONS

Un aperçu du comportement thermique et de la réponse acoustique des échantillons de SiC est consigné dans le Tableau 3-3, au travers de la température maximale atteinte au centre de la surface insolée et du nombre de salves total tout au long des cyclages. Les températures mesurées expérimentalement sont comparées aux valeurs prévues théoriquement : l'adéquation des valeurs n'est pas satisfaisante, l'erreur pouvant aller jusqu'à près de 30%. Cela peut être dû à une émissivité mal évaluée et/ou une mauvaise description des conditions d'échange (coefficient d'échanges convectif considéré comme constant) à la surface de l'échantillon. La deuxième hypothèse est d'autant plus plausible que l'erreur croît lors des cyclages à flux variable.

N°	φ (kW	/.m⁻²)		T max		Indica	ateurs	Nbre de
IN	Моу	Amp	Th.	Exp.	Er	SWT (Pa)	E _{TOT} (J.m ⁻³)	salves
1	750	350	689	550	-25%	9,95.10 ⁷	1,84.10 ⁵	19
2	1000	500	905	700	-29%	1,47.10 ⁸	5,05.10 ⁵	29
3	750	0	553	465	-19%	71000	6,85.10 ⁴	31
6	1000	0	725	620	-17%	5,59.10 ⁴	1,40.10 ⁵	165
7	1500	0	958	825	-16%	4,40.10 ⁴	2,86.10 ⁵	614
8	1000	300	876	725	-21%	8,13.10 ⁷	1,27.10 ⁵	210

Tableau 3-3 : Récapitulatif des conditions de cyclage des échantillons de SiC.Comparaison des prévisions numériques et des résultats expérimentaux

Pour chaque échantillon, les indicateurs associés au cyclage sont rappelés. Le nombre de salves enregistrées lors de chaque cycle est indiqué dans la dernière colonne. L'activité acoustique relevée est très faible. Afin de tenter d'établir les relations entre les indicateurs et le nombre de salves, ce dernier est représenté en fonction de chacun des indicateurs sur la Figure 3-16. La qualité de la fonction trouvée est évaluée par le coefficient de corrélation R², idéalement égal à 1.

Si l'on observe l'évolution du nombre de salves en fonction de l'indicateur SWT (Figure 3-16.A), une fonction puissance semble regrouper les échantillons 3, 6 et 7, soit ceux ayant été soumis à un flux solaire constant. Le nombre de salves enregistrées dans ces échantillons évolue également suivant une relation puissance en fonction de l'indicateur E_{TOT} . L'évolution de cet indicateur est également reliée à l'évolution du nombre de salves enregistrées dans les échantillons 2, 6 et 8 ayant été soumis à un même flux solaire moyen mais à différentes amplitudes.



Figure 3-16 : Nombre de salves enregistrées pour chaque échantillon de SiC en fonction des indicateurs correspondant au cyclage subi

Ces tendances observées pourraient participer à une description du comportement du SiC en fonction des conditions de cyclage. En effet, sachant que l'augmentation de l'activité acoustique d'un matériau traduit une évolution de son endommagement, l'existence d'une fonction reliant la valeur des indicateurs et le nombre de salves acoustiques enregistrées pourrait valider la capacité de ces indicateurs à rendre compte du potentiel d'endommagement d'un cyclage donné. Ces observations nécessitent d'être enrichies par une étude plus détaillée des types de salves enregistrées.

C.2 CYCLAGES EXPERIMENTAUX DES ECHANTILLONS D'INCONEL 625

C.2.1 RÉCAPITULATIF DES CYCLAGES

L'ensemble des échantillons d'Inconel 625 pré-oxydés à 1100°C puis cyclés sous flux solaire concentré sont répertoriés dans le Tableau 3-5, en fonction des conditions de cyclage déterminées par l'étude paramétrique.

Les évènements localisés sont indiqués par les ronds rouges. Ces évènements sont plus nombreux que ceux localisés sur les échantillons de SiC, mais la proportion par rapport aux salves enregistrées (voir Tableau 3-5) reste faible. Les évènements sont majoritairement localisés au centre, à l'exception du cas des échantillons 9, 13 et 14. Ces derniers présentent un nombre d'évènements particulièrement importants sur l'ensemble de la surface (même hors zone couverte par le maillage des capteurs), avec une légère concentration au centre pour les échantillons 9 et 14. Globalement, le nombre

d'évènements localisés augmente lorsque la valeur du flux solaire augmente, mais surtout lorsque son amplitude augmente. A flux constant, la valeur du flux semble peu influer. Lorsqu'un grand nombre d'évènements sont localisés, certains sont visiblement mal positionnés : ils dépassent les limites de l'échantillon. Cependant, ce nombre reste faible en comparaison au nombre total.



Tableau 3-4 : Plan de cyclage réalisé : Photos des échantillons d'Inconel 625

Les photographies permettent de constater certaines modifications visibles à l'œil nu. Trois échantillons présentent une déformation plastique visible en leur centre : l'échantillon 9 a une bosse de plusieurs millimètres sur chacune de ses faces, tandis que les échantillons 4 et 13 ont une proéminence plus légère, située en face arrière. La Figure 3-17 présente une vue de la tranche de l'échantillon 9, où la déformation permanente est bien visible. Sur les échantillons 4 et 13, la déformation est notable au toucher mais peu visible.



Figure 3-17 : vue de la tranche des échantillons 4 et 9

Sur certains échantillons, un cercle plus sombre s'est formé en face avant : bien visible sur les échantillons 5 et 13, il est également présent mais moins marqué sur les échantillons 10 et 11.



Figure 3-18 : Agrandissement du centre de l'échantillon 13

La Figure 3-18 expose une vue agrandie du centre de l'échantillon 13, permettant de visualiser cette coloration probablement due à une évolution de l'oxydation et/ou une dégradation de la couche d'oxyde préexistante.

C.2.2 COMPORTEMENT DES ÉCHANTILLONS

Le Tableau 3-5 présente la température maximale atteinte au centre de la surface insolée et le nombre de salves relevés lors des cyclages. Les températures mesurées expérimentalement sont confrontées aux valeurs prévues numériquement, et une adéquation satisfaisante est trouvée avec une erreur maximale de 4%. Cette meilleure performance du modèle par rapport au SiC est certainement due à l'effusivité thermique :

$$E_{th} = \sqrt{\lambda \times \rho \times C_p} \qquad \qquad \text{Equation 3-20}$$

Avec la λ conductivité, ρ la masse volumique, et C_p la capacité thermique massique. Cette propriété caractérise la capacité du matériau à échanger de l'énergie thermique avec son environnement. L'effusivité thermique du SiC étant supérieure, les échanges avec l'environnement sont plus intenses, et une erreur sur les conditions d'échange a des conséquences plus notables.

	φ (kW	/.m⁻²)	٦	۳ max (°C)		Indica	ateurs		Nombre
N°	Моу	Amp	Th	Exp	Erreur	SWT (Pa)	√ Δε _{pl}	Е _{тот} (J.m ⁻³)	log Z (s ⁻¹)	de salves
3	500	250	797	800	0%	1,23.10 ⁸	0	5,87.10 ⁴	14,8	111
4	500	500	925	950	3%	2,06.10 ⁸	0	1,28.10 ⁵	13,4	31204
5	1000	300	1111	1100	-1%	1,25.10 ⁸	2,32.10-2	4,50.10 ⁴	10,8	182
6	500	0	655	680	4%	2,56.10 ⁶	0	2,04.10 ⁴	14,5	128
8	750	0	840	850	1%	1,94.10 ⁶	0	6,34.10 ⁴	11,4	225
9	750	750	1168	1150	-2%	3,71.10 ⁸	3,64.10-2	6,45.10 ⁵	10,8	206500
10	1000	0	987	975	-1%	4,4.10 ⁶	2,51.10 ⁻³	9,17.10 ⁴	9,61	21
11	750	250	959	950	-1%	1,56.10 ⁸	0	1,36.10 ⁵	12,3	576
12	500	150	741	760	3%	8,74.10 ⁷	0	4,01.10 ⁴	15,4	65
13	1000	500	1188	1185	0%	2,43.10 ⁸	3,31.10-2	2,52.10 ⁵	10,2	286528
14	750	350	1005	975	-3%	1,64.10 ⁸	1,1.10-2	7,73.10 ⁴	12,2	73416

Tableau 3-5 : Récapitulatif des conditions de cyclage des échantillons d'Inconel 625.Confrontation des prévisions numériques et des résultats expérimentaux

Pour chaque échantillon, les indicateurs associés au cyclage sont rappelés. Le nombre de salves enregistrées par l'ensemble des capteurs lors de chaque cycle est indiqué dans la dernière colonne (le nombre réel de salves est donc approximativement égal au sixième de cette valeur). L'augmentation de la valeur des indicateurs semble s'accompagner d'une augmentation du nombre salves. Afin de mieux observer les tendances suivies, ce nombre de salves est représenté en fonction de chacun des indicateurs sur la Figure 3-19.

Pour certains échantillons, il semble possible d'établir une correspondance entre les évolutions des indicateurs et du nombre de salves. Pour les trois échantillons ayant présenté des signes visibles de déformation plastique (échantillons 4, 9 et 13) et pour l'échantillon 14 (en rouge), le nombre de salves enregistrées est fonction de l'indicateur, quel que soit l'indicateur. Comme cela semble logique, le coefficient de détermination de la fonction R² est maximal dans le cas de l'indicateur $V\Delta\epsilon_{pl}$ (Figure 3-19.B). Dans le cas de l'indicateur SWT (Figure 3-19.A), il semble également possible de regrouper d'une part les échantillons 6, 8 et 10 ayant subi une exposition à un flux constant (en vert), et d'autre part le reste des échantillons (en bleu). Dans le cas de l'indicateur log Z (Figure 3-19.D), ce sont d'une part les échantillons ayant été exposés à un faible flux moyen ($\varphi_m = 500 \text{ kW.m}^{-2}$) et une amplitude inférieure à φ_m qui semblent regroupés au sein d'une même tendance (en jaune) ; et d'autre part le reste des échantillons (en bleu).



Figure 3-19 : Nombre de salves enregistrées pour chaque échantillon d'Inconel 625 en fonction des indicateurs correspondant au cyclage subi

L'expression de ces tendances laisse présumer : 1) que des types d'endommagement similaires ont touché les échantillons ayant pu être regroupés au sein d'une fonction, 2) qu'il est possible de relier l'évolution d'un endommagement engendré par de faibles sollicitations à celui engendré par des sollicitations plus importantes. L'exploitation de ces deux suppositions peut mener à une prévision de l'endommagement des récepteurs à partir de l'étude d'échantillons. Il est d'abord nécessaire d'analyser plus finement l'apparition des défauts afin d'en identifier le type.

D CONCLUSION DU CHAPITRE

Au cours de ce Chapitre, un modèle numérique décrivant le comportement thermomécanique des échantillons a été défini. En s'appuyant sur ce modèle et sur des travaux antérieurs ayant mis au point un protocole numérique de choix des cyclages solaires [1], une stratégie optimale a été élaborée pour le cyclage du SiC et de l'Inconel 625. Ce protocole fait intervenir des indicateurs du comportement des échantillons :

- deux critères de fatigue : l'un basé sur l'amplitude de déformation plastique Vε_{pl} (Manson-Coffin [5]), et l'autre tenant compte de la contrainte maximale, l'amplitude des déformations et du module d'Young, SWT (Smith Watson Tropper [6]);
- un critère de fluage, qui évolue avec la vitesse de déformation et la température, log Z (Zenner – Hollomon [7]);
- un critère d'endommagement global, correspondant à l'énergie totale (élastique et plastique) relâchée dans l'échantillon, E_{TOT} (Gollos – Ellyn [5]).

Leur sensibilité a été étudiée au moyen d'une étude paramétrique, et les conditions de cyclage permettant la plus grande variation possible des indicateurs ont été retenues pour la stratégie de cyclage. Lorsque cela était possible, les indicateurs ont été stimulés de manière sélective.

La mise en œuvre des stratégies ainsi définies a révélé des comportements différenciés des échantillons, qu'il semblerait possible de relier à la variation des indicateurs. L'étude a été plus aisée dans le cas de l'Inconel 625, dont l'activité acoustique est plus importante que celle du SiC du fait des modifications microstructurales plus nombreuses dans l'Inconel 625. Les tendances observées nécessitent d'être confrontées à une analyse plus fine des types de défauts apparaissant au cours des cyclages : c'est l'objectif du chapitre suivant.

REFERENCES

- [1] A. Boubault, "Etude du vieillissement de matériaux sous haut flux solaire concentré Application aux récepteurs surfaciques des centrales solaires thermodynamiques," Université de Perpignan Via Domitia, 2013.
- [2] EDF R&D, "Code_Aster: Analysis of Structures and Thermomechanics for Studies & Research."
- [3] D. Šeruga, M. Fajdiga, and M. Nagode, "Creep damage calculation for thermo mechanical fatigue," *Stroj. Vestnik/Journal Mech. Eng.*, vol. 57, no. 5, pp. 371–378, 2011.
- [4] E. Charkaluc, "Fatigue des matériaux métalliques : quelques contributions à une approche dissipative," 2006.
- [5] A. Fatemi and L. Yang, "Cumulative fatigue damage and life prediction theories: a survey of the state of the art for homogeneous materials," *Int. J. Fatigue*, vol. 20, no. 1, pp. 9–34, Jan. 1998.
- [6] E. Charkaluk and A. Constantinescu, "An energetic approach in thermomechanical fatigue for silicon molybdenium cast iron," *Mater. High Temp.*, vol. 17, no. 3, pp. 373–380, 2000.
- [7] J. Weertman, "Zener–Stroh crack, Zener–Hollomon parameter, and other topics," J. Appl. Phys., vol. 60, no. 6, p. 1877, 1986.

- [8] B. Lopez and J. J. Urcola, "Hot deformation characteristics of Inconel 625," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 12, no. 673, 1996.
- [9] D. K. Fork, J. Fitch, S. Ziaei, and R. I. Jetter, "Life Estimation of Pressurized-Air Solar-Thermal Receiver Tubes," *J. Sol. Energy Eng.*, 2012.
- [10] J. Capeillère, A. Toutant, et al., "Thermomechanical behavior of a plate ceramic solar receiver irradiated by concentrated sunlight," *Sol. Energy*, vol. 110, pp. 174–187, Dec. 2014.

Chapitre 4 ANALYSE DU COMPORTEMENT IN-SITU

Au cours du chapitre précédent, des indicateurs du comportement thermodynamique des échantillons ont été choisis. La valeur de ces indicateurs a été calculée par un modèle numérique pour différents types de sollicitations des échantillons (variation de l'amplitude, la période, et la valeur moyenne de la densité de flux solaire). En se basant sur une étude de sensibilité permettant d'identifier les conditions favorisant la variation d'un ou plusieurs indicateurs, des stratégies de cyclage ont été définies.

La campagne expérimentale a mis en évidence une tendance montrant que le nombre de salves émises par les échantillons augmente lorsque la valeur des indicateurs de l'essai augmente, traduisant une croissance de l'endommagement. Ce chapitre a pour objectif de confirmer cette tendance, en analysant l'évolution du nombre de salves associées aux différents phénomènes apparaissant dans les échantillons (les types d'endommagement). Une répartition des salves en groupes distincts formant des populations sera effectuée au moyen d'un regroupement de signaux par un algorithme de reconnaissance de forme : c'est une méthode de partitionnement des données. Ensuite, en s'appuyant sur des hypothèses basées sur des essais modèles et/ou sur la littérature, nous ferons une première approche d'association de chacune des partitions obtenues à un phénomène d'endommagement.

Dans un premier temps, le principe et les outils du partitionnement des données seront exposés, afin de mieux appréhender la démarche adoptée dans le regroupement des différents signaux. Ensuite, les données acoustiques issues des cyclages seront réparties en populations, et les hypothèses relatives aux phénomènes associés à ces populations seront proposées. Il sera alors possible d'observer les éventuelles corrélations entre les signaux regroupés dans ces populations et les indicateurs du comportement thermomécanique des échantillons. L'évolution de l'activité des phénomènes (c'est-à-dire le nombre de salves d'une population, ou le taux de comptage) suivant les stratégies de cyclage favorisant différents types de sollicitation (fatigue ou fluage) participe à la compréhension des types d'endommagement apparaissant dans les échantillons.

L'objectif du dispositif conçu est de localiser l'endommagement pouvant intervenir dans les différents matériaux candidats constitutifs des récepteurs solaires, ceci afin de les qualifier. L'analyse statistique a posteriori des signaux enregistrés doit ensuite faciliter leur association avec les mécanismes potentiellement responsables de cet endommagement. Il est donc essentiel de chercher à identifier les différents types d'endommagement, mais également de mieux connaître leur évolution au cours du temps. Ainsi, la dernière partie de ce chapitre sera consacrée à l'évaluation du potentiel du dispositif expérimental associé à la méthode développée pour l'étude du vieillissement accéléré des matériaux.

A LE PARTITIONNEMENT DES DONNEES (CLUSTERING)

Les caractéristiques d'un signal dépendent du phénomène physique qui l'engendre et de la façon dont le signal se propage dans le matériau. Dans notre cas, l'éprouvette étant homogène et de faibles dimensions, la fonction de transfert liée à la propagation est de moindre importance. On peut donc faire l'hypothèse forte que les changements de caractéristiques des signaux enregistrés seront principalement associés aux types de source et non à leurs positions, ceci nous autorisant ainsi à les différencier. Nous allons donc chercher à regrouper les salves en fonction de la similitude de leurs paramètres acoustiques en utilisant une méthode de partitionnement des données, puis nous chercherons les phénomènes physiques pouvant correspondre aux groupes formés.

A.1 PRINCIPE

Le partitionnement de données, ou clustering, consiste à organiser des données en groupes de manière à ce que les caractéristiques d'un même groupe soient plus semblables entre elles qu'avec celles des autres groupes. L'évaluation de la similitude de ces groupes se fait en comparant les paramètres décrivant ces données. Dans notre cas, les données sont les signaux acoustiques (salves), décrites par leurs paramètres de formes (cf. chapitre 1 : amplitude, durée, énergie, fréquence, etc.), et les groupes formés sont appelés des populations. Le schéma de la Figure 4-1 récapitule les étapes suivies et le vocabulaire employé.



Données enregistrées : les salves décrites par les paramètres acoustiques

Figure 4-1 : Principe et vocabulaire du partitionnement des données acoustiques : comparaison des paramètres et répartition des données en populations

Le logiciel NOESYS [1], développé par la société Mistras Group, a permis l'analyse des données d'émission acoustique enregistrées lors de notre étude. Il est en mesure de réaliser un partitionnement des données correspondant à une logique basée sur une stratégie de reconnaissance de forme des signaux émis lors des essais. Pour évaluer la similitude entre ces grands nombres de données, il est nécessaire de recourir à des méthodes statistiques, pouvant être supervisées ou non.

A.1.1 MÉTHODE NON SUPERVISÉE

La méthode non supervisée est utilisée lorsque les paramètres propres à chaque population ne sont pas connus. Un algorithme va optimiser de manière itérative un critère d'accord entre les données et leur partitionnement, et ensuite les paramètres propres à chaque population pourront être décrits.

Il a été choisi dans cette étude de se baser sur l'un des algorithmes les plus employés : celui dit des kmoyennes. Cette méthode considère les données sous forme de vecteurs et vise à minimiser la somme du carré des distances entre l'ensemble des vecteurs d'une population et son centre [2]. Cela suppose de définir en amont le nombre de populations à former. Si celui-ci n'est pas connu, l'algorithme peut être testé avec différents nombres de populations proches du nombre de phénomènes physiques attendus, et le nombre retenu sera celui permettant la meilleure qualité du partitionnement des données [3]. Pour atteindre une bonne qualité du partitionnement, les populations doivent être denses et distinctes. Cette qualité sera évaluée au moyen d'indices définis au paragraphe *A.2 Indices de qualité*.

Ainsi, chaque salve est décrite par un vecteur dont chacune des coordonnées correspond à l'un de ses paramètres de forme : la sélection des paramètres est donc une étape cruciale à la réussite du partitionnement des données. Le vecteur doit être constitué de paramètres permettant la différenciation entre les multiples phénomènes physiques émissifs, mais un trop grand nombre de paramètres fortement décorrélés nuirait au bon fonctionnement de l'algorithme : il convient donc d'en sélectionner un nombre optimal suivant les degrés de corrélation qui les unissent [1]. Le degré de corrélation est déterminé au moyen d'une hiérarchisation des données.

Cette hiérarchisation est réalisée en considérant chaque type de paramètre acoustique comme une variable indépendante, dont la proximité aux autres variables est évaluée. Celles-ci sont toutes regroupées dans une même population, avec des niveaux de corrélation différents : le résultat est représenté par un dendrogramme. Un dendrogramme est un diagramme fréquemment utilisé pour illustrer la proximité des groupes dans un espace euclidien (vectoriel), connectés entre eux par des branches dont chaque nœud représente un degré de corrélation compris entre 0 et 1 (Figure 4-2).



Données brutesDendrogramme du regroupement hiérarchiqueFigure 4-2 : Regroupement de données en fonction de leur distance euclidienne

Le degré de corrélation entre deux paramètres renseigne sur leur similitude, et plusieurs catégories peuvent être ébauchées : une corrélation forte au-delà de 0,75, modérée entre 0,45 et 0,75, et faible en deçà de 0,45 [4]. Ces valeurs sont indicatives, et vont varier en fonction des phénomènes observés, mais elles peuvent toutefois apporter une indication sur la probabilité de corrélation : dans l'étude présentée ici, il sera considéré comme très fortement probable que des phénomènes différenciés existent lorsqu'au moins un degré de corrélation est inférieur ou égal à 0,7 [5].

Une fois que les paramètres pertinents ont été sélectionnés, ils sont utilisés pour définir les vecteurs descriptifs des salves. Ainsi, la similitude des salves est comparée par la position de leur vecteur. L'algorithme des k-moyennes se basant sur une optimisation des distances absolues entre les vecteurs, un paramètre prenant de grandes valeurs aurait une influence plus importante dans la définition des populations. Afin que chaque paramètre concoure de manière équivalente à la définition du vecteur, ils sont normalisés. Prenons l'exemple de l'amplitude et de la durée des salves : les valeurs de l'amplitude peuvent osciller typiquement entre 30 et 100 dB_{EA}, soit un écart possible entre deux valeurs de 70 dB_{EA} ; tandis qu'une durée de salve peut aller d'une à plusieurs dizaines de milliers de microsecondes, soit un écart possible entre deux valeurs bien plus important. En valeur absolue, les

différences d'amplitude seraient donc négligeables devant les différences de durée, et la position du vecteur ne varierait significativement que lors des variations de durée. L'amplitude ne participerait alors pas à la séparation des populations : c'est pourquoi, afin de prendre en compte chaque paramètre, il est indispensable de normaliser leur valeur.

Les différentes étapes de la méthode non supervisée employée peuvent donc être résumées de la manière suivante :

- 1. <u>Hiérarchisation des paramètres acoustiques</u> : si le dendrogramme obtenu contient au moins un degré de corrélation inférieur à 0,7, alors il sera considéré comme fortement probable que les données contiennent différentes populations ;
- 2. <u>Préparation des données</u> : en se basant sur le dendrogramme précédemment obtenu, les paramètres sont sélectionnés de manière à retenir un nombre optimal de paramètres. Leur valeur est ensuite normalisée ;
- 3. <u>Partitionnement des données</u> : l'algorithme des k-moyennes est employé pour définir la composition de populations par les différents paramètres ainsi sélectionnés. En s'appuyant sur les indices de qualité du partitionnement, la répartition comportant un nombre optimal de populations sera retenue.
- A.1.2 MÉTHODE SUPERVISÉE

La méthode supervisée est employée lorsque les paramètres des populations sont déjà connus ou bien que les populations sont déjà séparées, par exemple expérimentalement. C'est-à-dire que l'on connait :

- > la nature des phénomènes ayant eu lieu lors de l'essai à analyser,
- > les types de populations dans lesquelles les salves correspondantes peuvent être regroupées.

Ces types de populations ont été définis lors d'essais de référence, et sont utilisés comme modèles pour les reconnaître dans l'essai à évaluer. Autrement dit, l'on se sert d'un algorithme qui a préalablement été défini sur des données de référence déjà séparées en classes ou populations (entrainement) et qui est ensuite automatiquement appliqué aux nouvelles données [6]. L'algorithme utilisé dans notre étude est le même que précédemment, celui des k-moyennes. La qualité de populations formées par la méthode supervisée peut être évaluée de la même manière que pour la méthode non supervisée, à partir d'indices définis dans le paragraphe suivant.

Les étapes de la méthode supervisée sont donc les suivantes :

- <u>Entraînement de l'algorithme</u>: à partir d'essais modèles durant lesquels les phénomènes recherchés ont lieu (par exemple, déformation plastique lors d'un essai de traction et oxydation lors d'un essai en température). L'algorithme peut être entraîné manuellement en délimitant des populations connues, ou en utilisant une méthode non supervisée ;
- 2. <u>Partitionnement des données</u> : l'algorithme défini lors de l'entrainement est appliqué aux nouvelles données ;
- 3. <u>Vérification</u> : les paramètres sont normalisés, et la pertinence des populations formées dans le nouvel essai est vérifiée en évaluant la qualité de ces populations.

A.2 INDICES DE QUALITE

De nombreux critères existent pour évaluer la qualité du partitionnement des données : celui-ci doit idéalement aboutir à des populations denses et bien séparées les unes des autres. Trois indices sont

considérés dans cette étude, ils sont décrits ci-dessous afin de mieux en comprendre l'utilisation par la suite.

L'indice de Davies-Bouldin (DB) et le critère de Tou sont basés sur le rapport entre les distances intrapopulation et inter-populations : la première doit être minimale (densité), tandis que la seconde doit être maximale (séparation).

Pour calculer l'indice de Davies-Bouldin, chaque paramètre est considéré individuellement. Un indice de similarité R_{ij} mesure à quel point un paramètre *i* est similaire au paramètre *j* qui lui est le plus proche [7]. Il est exprimé par la relation suivante :

$$R_{ij} = \frac{I(p_i) + I(p_j)}{I(p_i, p_j)}$$
Equation 4-1

Avec $I(p_i)$ la moyenne des distances entre les vecteurs décrivant les salves appartenant à la population P_i et son centre, $I(p_j)$ la moyenne des distances entre les vecteurs décrivant les salves appartenant à la population P_j et son centre, et $I(p_i, p_j)$ la distance entre les centres des deux populations. L'indice de Davies-Bouldin (DB) est la moyenne de l'ensemble des indices de similarité R_{ij} . La meilleure partition étant celle qui minimise la similarité entre les populations, on cherchera à minimiser la valeur de cet indice. Si DB est supérieur à 1, cela signifie que les populations se superposent probablement.

Le critère de Tou considère l'ensemble des données partitionnées. Il correspond au ratio entre la plus petite distance possible entre deux populations et la moyenne maximale des distances au sein d'une population : plus ce critère prendra des valeurs importantes, plus les populations seront denses et séparés [3]. Si Tou est inférieur à 1, alors il y a un risque de superposition des populations.

Le critère du lambda de Wilk (Wilk's λ) correspond au ratio entre la dispersion des données au sein d'une population et la dispersion de l'ensemble des données : si les données ne forment qu'une population (pas de séparation), sa valeur est égale à 1. Plus sa valeur est faible, meilleure est la discrimination des données. Elle doit être inférieure à 0,9 pour attester d'une séparation valable. Ce critère complète avantageusement les deux précédents, car il est basé sur la comparaison des déterminants des matrices de données, et non pas sur une comparaison de distances : il évalue donc une qualité qui n'a pas été optimisée par l'algorithme des k-moyennes (basé sur une minimisation de distances).

En résumé, on va chercher à :

- Minimiser le critère Wilk's λ (inférieur à 0,9) ;
- Minimiser l'indice DB (idéalement inférieur à 1) ;
- Maximiser le critère Tou (idéalement supérieur à 1).

A.3 STRATEGIE ADOPTEE

Le partitionnement des données issues des essais d'endommagement sous flux solaire concentré doit permettre :

- 1) d'analyser l'influence des conditions de test sur l'apparition de différentes populations de salves,
- 2) d'identifier in fine les phénomènes correspondant à ces catégories.

Dans un premier temps, la réponse acoustique des matériaux à des sollicitations simples (uniquement thermiques ou uniquement mécaniques) sera étudiée. Si le degré de corrélation des paramètres

(dendrogramme) suggère la présence de plusieurs populations, alors une méthode non supervisée sera employée pour définir ces dernières. La maîtrise des conditions de mesure et du comportement des matériaux face à ces sollicitations simples permettra de proposer des hypothèses sur la nature des phénomènes correspondant aux populations. C'est l'étape décrite au paragraphe B. *Catégorisation des défauts attendus*.

Dans un deuxième temps, l'algorithme ainsi entraîné sera utilisé au travers d'une méthode supervisée pour reconnaître ces populations au sein des essais in-situ reproduisant des sollicitations thermomécaniques complexes. Cette étape est décrite au paragraphe. *Identification des défauts dans les cyclages solaires*.

B CATEGORISATION EX-SITU DES DEFAUTS ATTENDUS

B.1 TYPES D'ESSAIS

Il est attendu que les essais de cyclage sous flux solaire concentré génèrent des phénomènes dus aux hautes températures et aux contraintes thermomécaniques (cf. chapitre 1). L'activité acoustique associée à ces phénomènes est donc étudiée au travers d'essais supposés séparer les types de sollicitations.

B.1.1 SOLLICITATION THERMIQUE

Afin d'identifier les défauts liés aux hautes températures, l'activité acoustique des matériaux lors d'un essai en four électrique est analysée. Le dispositif est semblable à celui utilisé pour déterminer les propriétés d'élasticité des matériaux en fonction de la température (cf. chapitre 2), à la différence près que le capteur n'est plus émetteur/récepteur (mesure active), mais uniquement récepteur (mesure passive) : il enregistre les salves issues de l'échantillon (endommagement, évolution microstructurale, etc.). La Figure 2-7 illustre le fonctionnement de ce dispositif (la chaîne de traitement du signal n'est pas représentée). L'échantillon est maintenu entre le guide et une bille d'alumine par pression.



Figure 4-3 : Dispositif de mesure de l'activité acoustique lors de la montée en température [8]

Le four chauffe jusqu'à 1200°C avec une vitesse de 5°C.min⁻¹, effectue un plateau d'une heure à 1200°C afin de s'assurer que l'ensemble de l'échantillon ait bien subi la température maximale de consigne et que les phénomènes correspondants aient eu lieu, puis refroidit avec la même consigne de vitesse qu'à la montée (non respectée du fait de l'inertie du four). Quel que soit le matériau étudié, l'activité d'émission acoustique n'est notable que lors du refroidissement.

B.1.2 SOLLICITATION MÉCANIQUE

Lors des futurs essais sous flux solaire concentré, il est possible, dans le cas de l'Inconel 625, que les contraintes induites par le gradient thermique dépassent la limite d'élasticité et qu'une plastification intervienne. Afin de tenter de définir la signature acoustique correspondante, l'activité acoustique liée à ce type de phénomène a été enregistrée lors d'un essai de flexion quatre points à froid où l'échantillon d'Inconel 625 subissait une déformation plastique.

Cet essai mécanique a été réalisé au moyen d'un équipement commercial (INSTRON), et suivi par deux capteurs acoustiques : l'un collé sur l'échantillon, l'autre sur le support afin de différencier les parasites dus à la mesure (jeu du montage).

B.2 PERTURBATIONS DUES AUX GUIDES D'ONDES EN ALUMINE

Lors de l'essai en four électrique, le capteur n'est pas directement collé sur l'échantillon, mais au bout d'un guide d'onde en alumine afin de le préserver des hautes températures. Ce guide va chauffer également, et il pourrait être responsable d'une partie de l'activité acoustique enregistrée. Un essai à vide est donc conduit afin de déterminer sa contribution. Le guide utilisé pour l'essai a déjà servi lors de précédents essais, et plusieurs cyclages sont effectués afin de vérifier la répétabilité de son comportement acoustique.

Cette information est doublement utile, en effet elle permet de : 1) vérifier que l'essai modèle des matériaux d'étude n'est pas « pollué », 2) estimer la perturbation induite par un guide lors d'un essai. Ce deuxième point pourra être exploité lors de l'analyse des données acoustiques enregistrées par le dispositif IMPACT, qui emploie également des guides en alumine du même diamètre.

Le nombre de salves enregistrées lors du refroidissement du guide est très faible, seulement 46. Il y a donc peu de risques que l'activité acoustique des guides due aux variations de température perturbe les mesures. Cela est d'autant plus vrai dans le cas des mesures avec le dispositif IMPACT, car les guides seront alors uniquement chauffés par conduction avec l'échantillon, leur montée en température sera donc moins importante que lorsqu'une partie du guide est directement dans le four électrique.

	Tps de montée	Coups au pic	Coups	Energie	Durée	Amp	ASL	RMS	Energie Abs.	Freq Cent	Freq Pic
Unité	μs			aJ	μs	dB_{EA}		μV	aJ	kHz	kHz
Moyenne	3,0	1	7,0	1,3	239	44	13,4	4.10-4	100	222	29
Ecart Type	1,2	0	12	2,9	397	5,9	0,8	2.10 ⁻¹⁹	238	5,9	2,0

Tableau 4-1 : Paramètres des salves émises par un guide d'alumine lors d'un essai en température

Afin de pouvoir tout de même vérifier qu'il n'y ait pas d'interférence avec les mesures suivantes, les paramètres des salves enregistrées avec l'alumine seule sont décrits et leurs valeurs sont répertoriées dans le Tableau 4-1.

B.3 ESSAI MODELE DU SIC

Lors du refroidissement de l'échantillon de SiC préalablement chauffé à 1200°C, 215 salves sont enregistrées. C'est une activité plus importante que l'alumine seule, mais qui reste relativement faible. Il y a donc un risque que les données contiennent un bruit dû au guide. Afin de déterminer si plusieurs populations pourraient être présentes, la corrélation des paramètres est observée par le dendrogramme représenté sur la Figure 4-4.

Les degrés de corrélation entre les paramètres laissent supposer la présence de différents populations (au moins trois sont largement inférieurs à 0,7). Afin d'éviter les informations redondantes, le nombre coups et l'énergie ne sont pas considérés. En effet, le dendrogramme souligne le fort degré de corrélation (supérieur à 0,9) entre l'énergie et l'énergie absolue : cela n'est pas surprenant, dans la mesure où l'énergie absolue est une version alternative du calcul d'énergie d'une salve. Le fait que le nombre de coups soit corrélé à la durée des salves traduit deux informations sur la propagation des

ondes : 1) le signal ne comporte pas de discontinuités qui pourraient être dues à des échos, 2) les paramètres temporels ont été correctement définis, permettant une différenciation réaliste des salves. Entre les deux paramètres, il est plutôt choisi de conserver la durée, plus souvent étudiée dans les récentes études du fait de sa meilleure adéquation pour l'identification des types de défauts [9].



Figure 4-4 : Dendrogramme des paramètres des salves émises lors de l'essai modèle du SiC

Les données sont normalisées : leur valeur est rapportée à une valeur comprise entre -1 et 1, et pondérée par la déviation à la moyenne.

k	Wilk's λ	DB	Tou
2	0,25	1,12	1,55
3	0,057	1,24	1,1
4	0,023	1,32	1,06

Tableau 4-2 : Indices de qualité des populations pour 2, 3 ou 4 populations formés des salves émises par le SiC

En se référant aux indicateurs de qualité des populations présentés dans le Tableau 4-2, les données peuvent être regroupées en deux populations (k=2), représentées sur la Figure 4-5 en fonction de leur amplitude et leur durée. La population 1 (triangles rouges) a un nombre de salves plus faible que la population 2 (carrés verts) : 37 pour le premier et 187 pour le second. Celui-ci est probablement dû à l'activité du guide d'onde en alumine (ronds jaunes) : le nombre de salves est similaire à celui enregistré lors de l'essai avec le guide seul, et d'après la Figure 4-5, leurs paramètres de durée et d'amplitude semblent correspondre.



Figure 4-5 : Comparaison de la durée et de l'amplitude des salves émises par l'échantillon de SiC et le guide d'onde d'alumine lors d'un essai à haute température

Le groupe de salves spécifique au SiC pourrait être associé à l'apparition de défauts dans le matériau ou dans la couche d'oxyde préalablement formée, engendrés par des contraintes lors du refroidissement. Dans les matériaux polycristallins fragiles tels que le SiC, des décohésions et des microfissurations peuvent apparaître aux joints de grains, menant par la suite à des ruptures intergranulaires [10] [11]. D'autres types de défauts, tels que les inclusions de graphite ou une anisotropie du module d'élasticité, vont causer une rupture transgranulaire [10], plus énergétique [12] : ceux-là sont préexistants dans le matériau suite au procédé de fabrication et ne sont donc pas détectés avant de causer la rupture.

	Tps de montée	Coups au pic	Durée	Amp.	ASL	RMS	Energie Abs.	Freq. Cent.	Freq. Pic
Unité	μs		μs	dB_{EA}		μV	aJ	kHz	kHz
Moyenne	183	7	2143	45	15	5,7.10-4	4774	141	34
Ecart type	117	6	2091	7	4	3,9.10-4	9130	18	50

Tableau 4-3 : Valeurs moyennes des paramètres des salves émises lors du refroidissement du SiC

Le type d'endommagement à l'origine des salves enregistrées pourrait donc être une microfissuration ou une décohésion aux joints de grains. Au vu de la valeur moyenne relativement importante de l'énergie absolue (Tableau 4-3), il pourrait s'agir plutôt d'une microfissuration [13].

B.4 INCONEL 625

B.4.1 SOLLICITATION THERMIQUE

L'essai à haute température n'était supposé induire qu'une sollicitation purement thermique sur l'échantillon d'Inconel 625. Cependant, une contrainte mécanique significative a été imposée par le système de maintien de l'échantillon, pressé entre le guide et une coque en alumine. Associée aux hautes températures atteintes (1200°C), elle a généré une déformation plastique de l'échantillon, visible par un fléchissement permanent de celui-ci. Une oxydation est également visible en surface.

L'oxydation de l'échantillon aurait pu entraîner une activité acoustique lors de la montée en température, mais aucune émission notable n'a été détectée : il ne semble donc pas possible de détecter l'oxydation de l'Inconel 625 par cette technique. L'activité acoustique enregistrée lors du refroidissement est quant à elle réellement abondante : près de 15 000 salves ont été enregistrées. Face à ce grand nombre de salves, l'activité des guides ne semble pas notable. Ce comportement est similaire à celui de l'oxydation du Zircaloy, dont l'activité acoustique n'est notable que lors de l'apparition de fissuration de la couche d'oxyde au refroidissement [14].



Figure 4-6 : Dendrogramme des paramètres des salves émises lors du refroidissement de l'Inconel 625

Le dendrogramme de la Figure 4-6 révèle la présence de deux groupes de paramètres fortement décorrélés, traduisant la présence probable d'au moins deux populations. Le nombre de coups est écarté des données, et celles-ci sont normalisées pour réaliser le partitionnement des salves. La fréquence centroïde semble être le paramètre le plus discriminant dans cette configuration.

k	Wilk's λ	DB	Tou
2	0,2	1,12	1,7
3	0,034	1,02	1,61
4	0,013	1,18	1,43
5	0,009	1,18	1,21

Tableau 4-4 : Indices de qualité pour 2, 3, 4 ou 5 populations formées des salves émises par l'Inconel 625

D'après les indices de qualité calculés pour différents nombres de populations (Tableau 4-4), le meilleur compromis est trouvé pour la définition de 3 populations. Les valeurs moyennes et les écartstypes de leurs paramètres acoustiques sont présentés dans le Tableau 4-5.

Populat ion	Tps de montée	Coups au pic	Energie	Durée	Amp.	ASL	RMS	Energie Abs.	Freq. Cent.	Freq. Pic
Unité	μs		aJ	μs	dB_{EA}		μV	aJ	kHz	kHz
1	709	2273	447	30891	60	34	0,004	78349	14	354
Ес. Туре	325	53	322	13202	4	4	0,0021	127143	16	87
2	256	12	5	1252	40	34	0,004	206	101	299
Ес. Туре	233	5	13	1768	3	5	0,0026	684	14	71
3	44	72	16	1969	55	18	0,0008	2031	254	120
Ес. Туре	100	4	23	1838	7	6	0,0012	4669	23	162

Tableau 4-5 : Valeurs moyennes et écarts-type des paramètres des salves émises lors du refroidissement de l'Inconel 625

Les temps de montée moyens importants des populations 1 et 2 (supérieurs à 200 μ s) pourraient traduire un phénomène de mouvement coopératif de dislocations, tandis que la population 3 au temps de montée moyen inférieur à 100 μ s pourrait être associée à un phénomène de microfissuration de la couche d'oxyde préalablement formée [14][15].

L'énergie plus faible de la population 2 correspondrait à un glissement des dislocations, tandis que celle plus importante de la population 1 serait associée à une montée des dislocations [16]. Ces hypothèses peuvent être appuyées par un enregistrement de l'activité acoustique lors d'un essai de flexion à température ambiante et au-delà de la limite d'élasticité : les deux premières populations devraient être retrouvées, tandis que la troisième ne devrait pas apparaître. Les répartitions des salves en fonction de leur durée et leur amplitude seront comparées pour ces deux types d'essais au paragraphe suivant.

B.4.2 SOLLICITATION MÉCANIQUE

Lors de l'essai de flexion quatre points à température ambiante au cours duquel l'Inconel 625 s'est déformé de manière plastique, 1380 salves ont été enregistrées.



Figure 4-7 : Dendrogramme des paramètres des salves émises lors de l'essai de flexion de l'Inconel 625

Les salves peuvent également être réparties au sein de différentes populations, ainsi que le laisse supposer le dendrogramme Figure 4-7. Le nombre de coups est écarté des données, puis celles-ci sont normalisées et partitionnées au moyen de l'algorithme des k-moyennes.

k	Wilk's λ	DB	Tou
2	0,29	0,86	1,56
3	0,098	0,88	0,72
4	0,037	0,86	0,46

Tableau 4-6 : Indices de qualité des populations pour 2, 3 ou 4 populations formées des salves émises par l'Inconel 625

Le partitionnement des données est testé pour plusieurs nombres de populations k, et le meilleur compromis permettant une valeur adéquate des indices de qualité (Tableau 4-6) est trouvé pour k=2. On retrouve donc bien deux populations, dont les paramètres présentent les mêmes tendances que celles identifiées lors de l'essai en four électrique : l'une ayant une amplitude, une énergie et un nombre de coups faibles, et un temps de montée et une durée courts comparativement à l'autre. L'hypothèse d'attribution respective des populations 1 et 2 à un glissement et une montée des dislocations est donc renforcée.

Population	Temps de montée	Coups	Energie	Durée	Amplitude	
1	154	737	108	5767	59	
2	104	44	5	925	44	

Tableau 4-7 : Valeurs moyennes des paramètres des salves émises lors de l'essai de flexion de l'Inconel 625

Cependant, le mode d'acquisition étant différent principalement du fait de l'emploi d'un guide d'onde pour l'essai en température, leurs valeurs ne sont pas égales : par exemple, l'amplitude des salves enregistrées lors de l'essai mécanique est plus importante, ce qui s'explique par le fait que le capteur est directement collé sur l'échantillon. On observe donc un décalage, visible sur la Figure 4-8. La différence de valeurs absolues ainsi observée met en évidence la nécessité d'une normalisation des données lorsque les conditions de test changent.



Figure 4-8 : Comparaison de la durée et de l'amplitude des salves émises par l'échantillon d'Inconel 625 lors de deux types de sollicitations (thermique et mécanique)

B.5 NORMALISATION DES ESSAIS EX-SITU

Dans le cas des essais relevant l'activité acoustique du SiC et de l'Inconel 625 en fonction des variations de température, les conditions d'acquisition sont relativement similaires à celles des mesures in-situ avec IMPACT : les mêmes capteurs et le même type de guides en alumine de diamètre 5 mm à l'extrémité arrondie ou pointue (seule la longueur change, d'un facteur 10 environ) sont utilisés. Cependant, les géométries d'échantillons sont modifiées : les essais en four électrique sont réalisés avec des échantillons parallélépipédiques (5x5x25 mm³), tandis que des disques (100 mm de diamètre, 4 mm d'épaisseur) sont utilisés pour les essais in-situ. Il semble donc pertinent de normaliser les paramètres des salves déterminés lors des essais ex-situ afin qu'elles correspondent mieux à celles qui seront enregistrées lors des essais in-situ.



Figure 4-9 : Comparaison des paramètres acoustiques de salves émises par un test de Hsu-Nielsen sur des échantillons de SiC et d'Inconel 625 positionnés dans les montages ex situ et in situ

L'activité émise par des tests de Hsu-Nielsen sur chacun des montages est enregistrée, et les paramètres correspondants sont comparés : un décalage est visible (Figure 4-9.A). Pour chaque paramètre, un facteur moyen de proportionnalité est calculé, puis appliqué à l'ensemble des données ex-situ : cela aboutit à la correspondance avec les paramètres in-situ (Figure 4-9.B).

C HYPOTHESE DE L'IDENTIFICATION DE L'ENDOMMAGEMENT PAR LES CYCLAGES SOLAIRES GRACE A L'EMISSION ACOUSTIQUE

Ce paragraphe a un double objectif :

- classer les groupes de salves émises par les échantillons de SiC et d'Inconel 625 soumis à des sollicitations sous flux solaire concentré ;
- puis proposer des hypothèses afin de tenter d'associer ces groupes aux types de mécanismes d'endommagement potentiellement survenus.

Les stratégies de choix des essais ont été détaillées dans le chapitre 3, et les résultats les plus pertinents issus de la campagne expérimentale sont exploités ici. Pour rappel, les échantillons ont été soumis à différentes valeurs de la densité de flux en faisant varier sa moyenne φ_{moy} et son amplitude A (si A=0, le flux est constant). La démarche d'identification des défauts suit les étapes décrites au paragraphe A. Le partitionnement des données.

C.1 ANALYSE DES SALVES EMISES PAR LE SIC

C.1.1 HIÉRARCHISATION DES PARAMÈTRES DE SALVES

Les degrés de corrélation entre les paramètres des salves émises par les échantillons de SiC sont représentés sur la Figure 4-10, en fonction des conditions d'essai.



Figure 4-10 : Dendrogrammes hiérarchisant les degrés de corrélation entre les paramètres des salves enregistrées lors du cyclage des échantillons de SiC.

0 : temps de montée ; 1 : nombre de coups avant le pic ; 2 : nombre de coups ; 3 : énergie ; 4 : durée ; 5 : amplitude ; 6 : énergie absolue ; 7 : fréquence centroïde Pour tous les échantillons, les paramètres acoustiques présentent au moins deux degrés de corrélation inférieurs à 0,7 : les salves enregistrées décrivent donc probablement différents phénomènes. Cependant, le faible nombre de salves des échantillons 2 et 3 (respectivement 30 et 50) peut rendre difficile le classement statistique des données. Il conviendra donc d'être particulièrement vigilant visà-vis des résultats concernant ces essais. Afin d'éviter les redondances d'information, le nombre de coups et l'énergie sont écartés des paramètres participant au partitionnement des données (la durée et l'énergie absolue sont conservées).

C.1.2 CLASSIFICATION DES SALVES

Les salves du SiC sont classées par une méthode supervisée, l'algorithme étant entraîné à reconnaitre l'émission acoustique du SiC et des guides d'alumine soumis à des variations de température (Figure 4-11.A). L'identification aboutit à une répartition des salves où les deux types d'évènements sont reconnus (Figure 4-11.B).



A. Essai modèle pour l'entraînement de l'algorithme B. Partitionnement supervisé des salves de l'éch. 8 Figure 4-11 : Répartition des salves en fonction de leur durée et leur amplitude pour un essai modèle ex-situ et un essai in-situ sur des échantillons de SiC

Cependant, lors de la vérification de la validité du partitionnement des données, il ressort que les indicateurs de qualité révèlent une répartition non effective : les indices de Davies-Bouldin sont relativement élevés (supérieurs à 1,7), et les critères de Tou sont inférieurs à 1. Les λ de Wilk prennent également des valeurs notablement élevées, bien que demeurant inférieures à 0,9.

Ech.	Wilk's λ	DB	Tou
2	0,38	1,82	0,56
3	0,52	2,41	0,46
6	0,64	1,72	0,63
7	0,76	2,07	0,52
8	0,64	1,75	0,63

Tableau 4-8 : Essais in-situ du SiC - Indices de qualité des populations formées par une méthode supervisée

La répartition des salves ne peut donc pas être considérée comme valide. Cela pourrait s'expliquer par la présence d'une nouvelle catégorie de phénomène apparus dans les échantillons de SiC soumis au flux solaire concentré, non décrite par les essais modèles. Cette hypothèse est explorée en classant les

salves au moyen d'une méthode non supervisée, permettant de tester des répartitions basées sur différents nombres de populations.

Nbre de	Wilk's λ			DB		Tou			
populations	2	3	4	2	3	4	2	3	4
Ech. 2	0,089	0,016	0,001	0,97	0,89	0,84	1,6	1,56	0,99
Ech. 3	0,13	0,02	0,004	1,18	1,26	0,13	1,27	0,92	0,85
Ech. 6	0,27	0,05	0,02	1,07	0,92	0,99	1,72	1,53	0,72
Ech. 7	0,27	0,05	0,002	1,08	0,98	1,08	1,33	1,12	0,46
Ech. 8	0,28	0,05	0,09	1,07	1,08	1,05	1,6	1,3	0,83

Tableau 4-9 : Essais in-situ du SiC - Indices de qualité des populations formés par une méthode non supervisée

Lorsque l'on a recours à une méthode non supervisée, il ressort que trois populations peuvent être définies pour l'ensemble des échantillons (Tableau 4-9), à l'exception de l'échantillon 3.



Figure 4-12 : Essais in-situ du SiC - Représentation des salves en fonction de leur amplitude et leur durée, réparties suivant les populations formées par méthode non supervisée

La Figure 4-12 présente la répartition de ces populations pour l'ensemble des échantillons de SiC testés, suivant l'amplitude et la durée des salves. La population 3 apparait à partir d'une densité de flux moyenne de 1000 kW.m⁻², et son activité (taux de comptage) croît lorsque cette valeur augmente. Elle augmente également avec l'amplitude, mais dans une moindre mesure. La population 2 est détectée lors de tous les essais, et son activité a également tendance à augmenter avec la densité de flux, mais semble diminuer lorsque l'amplitude du flux solaire augmente. Les mêmes tendances sont suivies par la population 3, mais avec une activité plus faible.

Globalement, le facteur majeur d'amplification des phénomènes semble être l'augmentation de la densité de flux moyenne plutôt que celle de l'amplitude.

C.1.3 INTERPRÉTATION

Le partitionnement des salves a permis de définir trois populations, qui n'ont pas été identifiées car la méthode supervisée employée s'est avérée inopérante. La différence de dispersion entre les données d'apprentissage et les données des essais solaires induit probablement un biais dans la définition de nouvelles populations. L'hypothèse avancée est qu'un phénomène n'ayant pas été prédéfini apparaissait lors des essais in-situ : cela n'exclut pas le fait que les deux populations préalablement identifiées (hypothétiquement attribuées respectivement à un bruit du guide et à des microfissures ou décohésions aux joints de grain dans le SiC) soient également présentes. Afin de répondre à cette question, les paramètres des salves formant les trois populations apparues in-situ sont comparés à ceux des populations modèles. La Figure 4-13 représente :

- les valeurs moyennes d'amplitude et de durée des populations 1 (triangle rouge plein), 2 (rond bleu plein), et 3 (carré vert plein) pour l'ensemble des échantillons, encadrées par les valeurs minimales et maximales (barres d'erreur);
- l'ensemble des valeurs d'amplitude et de durée des populations modèles issues du même essai ex-situ (en four électrique), correspondant au bruit des guides d'onde (carrés verts) et à l'endommagement survenu dans le SiC (triangles rouges), supposément des microfissurations.

A noter que la population 2 (rond bleu) apparue lors des tests in situ n'avait pas été définie lors des essais modèles.



Figure 4-13 : Amplitude et durée des salves formant : 1) les populations des essais modèles et 2) les populations des essais in-situ dont seuls les valeurs moyennes et les écart-types sont représentés afin de faciliter la lecture

La population 3 pourrait correspondre au bruit acoustique induit par l'utilisation des guides d'onde en alumine. Les populations 1 et 2 seraient attribuées au SiC. La population 1 semble coïncider avec celle identifiée lors de l'essai ex-situ, et l'énergie de ses salves est plus importante que celle de la population 2 : cela pourrait orienter notre choix vers l'hypothèse d'une microfissuration, tandis que la population 2 décrirait plutôt une décohésion aux joints de grains.

C.2 ANALYSE DES SALVES EMISES PAR L'INCONEL 625

C.2.1 HIÉRARCHISATION DES PARAMÈTRES DE SALVES

Les degrés de corrélation entre les paramètres des salves émises par les échantillons d'Inconel 625 sont représentés sur la Figure 4-14. Les dendrogrammes des échantillons sont classés en fonction des conditions d'essai (amplitude et densité moyenne de flux).





0 : temps de montée ; 1 : nombre de coups avant le pic ; 2 : nombre de coups ; 3 : énergie ; 4 : durée ; 5 : amplitude ; 6 : énergie absolue ; 7 : fréquence centroïde

Pour chaque échantillon, au moins deux groupes de paramètres présentent un degré de corrélation inférieur à 0,7 : les salves enregistrées décrivent donc probablement différents phénomènes. Toutes

les données utilisées pour le partitionnement des salves sont prétraitées de la même manière : l'énergie et le nombre de coups sont écartés pour éviter les redondances, et le reste des paramètres est ramené à une valeur comprise entre -1 et 1, pondérée par la déviation à la moyenne.

C.2.2 CLASSIFICATION DES SALVES

Pour chaque échantillon, les salves sont classées par une méthode supervisée basée sur l'algorithme entraîné à reconnaître les différentes populations de salves émises par l'Inconel 625 (hypothétiquement attribuées à des montées et des glissements de dislocations et des microfissurations), ainsi que le bruit de mesure dû aux guides d'ondes. Aucune salve des essais n'est identifiée comme correspondant à l'activité des guides. En fonction des échantillons, deux ou trois populations sont définies. Leur qualité est évaluée par les indices répertoriés dans le Tableau 4-10, et jugée globalement satisfaisante.

Ech.	Wilk's λ	DB	Tou
3	0,32	0,97	1,81
4	0,56	0,70	1,5
6	0,81	1,31	1,44
8	0,58	0,55	2,77
9	0,52	1,23	1,14
10	0,4	1,24	1,51
11	0,55	1,16	1,35
12	0,47	1,70	1,1
13	0,63	1,32	1,36
14	0,31	1,07	1,32

Tableau 4-10 : Essais in-situ de l'Inconel 625

Indices de qualité des populations formées par une méthode supervisée

La Figure 4-15 présente la répartition de ces populations pour les échantillons d'Inconel 625 testés, suivant l'amplitude et la durée des salves. Le graphe d'un échantillon est classé en fonction des conditions d'essai : chaque colonne correspond à une densité de flux moyenne, et chaque ligne à son amplitude.

La population 1 apparaît aux hautes amplitudes de flux (à partir de A = $\varphi/2$) dès les flux moyens les plus bas (500 kW.m⁻²). La population 2 est celle regroupant le plus grand nombre de salves, et elle apparaît lors de tous les essais. La population 3 apparaît également lors de tous les essais, bien qu'ayant une activité faible aux flux les plus bas.

Globalement, l'amplitude de la densité de flux semble avoir plus d'influence que sa valeur moyenne sur le nombre de salves enregistrées dans chaque population. Pour une même amplitude de flux mais une valeur moyenne différente, la répartition des salves suivant leur amplitude et leur durée semble présenter une allure similaire. A flux constant, il ne semble pas y avoir de corrélation entre l'augmentation du nombre de salves et l'augmentation de la valeur du flux.



Figure 4-15 : Essais in-situ de l'Inconel 625 - Représentation des salves en fonction de leur amplitude et leur durée, réparties suivant les populations formées par méthode supervisée

C.2.3 INTERPRÉTATION

Les populations ont été isolées par l'emploi d'une méthode supervisée puis des hypothèses ont été formulées à partir d'essais modèles : la population 1 décrirait une montée des dislocations, la population 2 un glissement des dislocations, et la population 3 pourrait révéler une microfissuration de la couche d'oxyde. La plasticité est visible sur les échantillons où apparait la population 1, correspondant supposément à la montée des dislocations. Cela pourrait s'expliquer par le fait que ce type de propagation entraîne une déformation macroscopique plus rapidement qu'un glissement des

dislocations : de manière imagée, la « marche » créée par le passage d'une dislocation et amplifiée à chaque passage est plus importante lors d'une propagation par montée que par glissement [17].

D CORRELATIONS CONDITIONS DE CYCLAGE / COMPORTEMENT IN-SITU

Les stratégies de cyclage ont été définies dans le chapitre 3 à partir d'une étude de sensibilité d'indicateurs choisis pour décrire le comportement thermomécanique des échantillons face à différents types de sollicitations. La valeur de ces indicateurs est supposée être représentative du niveau d'endommagement subi lors de sollicitations en fluage (log Z), en fatigue (SWT et $V_{\mathcal{E}_{pl}}$), et en fatigue et/ou fluage (E_{TOT}). En confrontant leur évolution au type d'endommagement apparaissant dans les échantillons (populations) et à l'évolution de sa sévérité (illustrée par le taux de comptage), on cherche à déterminer :

- Si les indicateurs sont bien représentatifs de l'évolution de l'endommagement : sont-ils corrélés à l'évolution du nombre de salves des populations ? ;
- Si tel est le cas, alors sachant qu'ils sont spécifiques à un type de sollicitation, il serait possible de relier l'apparition d'une catégorie d'endommagement à un type de sollicitation.



Figure 4-16 : Stratégies de cyclage stimulant spécifiquement les indicateurs du comportement thermomécanique A. du SIC et B. de l'Inconel 625

Une stratégie de cyclage est choisie de manière à stimuler -si possible- sélectivement un indicateur, c'est-à-dire à amplifier spécifiquement un type de sollicitation (cf. chapitre 3). Les stratégies impliquant les échantillons présentés dans ce chapitre sont rappelées dans la Figure 4-16.

D.1 CORRELATIONS DES POPULATIONS ET DES INDICATEURS DU SIC

Le nombre de salves des populations 1 (triangles rouges), 2 (ronds bleus) et 3 (carrés verts) est représenté en fonction de la valeur des indicateurs SWT (Figure 4-17.A) et E_{TOT} (Figure 4-17.B).



Figure 4-17 : Evolution du nombre de salves des populations définies dans le SiC en fonction des indicateurs

Lorsque l'amplitude de la densité de flux est nulle, la valeur de l'indicateur SWT est inférieure à 10 MPa, ce qui est négligeable pour cet indicateur : il donc bien sélectivement stimulé lorsque l'amplitude augmente. De manière surprenante, le nombre de salves semble diminuer lorsque cette valeur augmente. De la même manière, le nombre de salves semble augmenter lorsque la valeur de l'indicateur E_{TOT} augmente, mais chute brutalement par la suite. Il semble difficile d'établir une corrélation globale, l'évolution du nombre salves est donc étudiée plus en détail, population par population, tel que représenté sur la Figure 4-18. La population 3 ayant été hypothétiquement attribuée à une activité parasite des guides d'onde, elle n'est pas considérée dans cette analyse.



Figure 4-18 : Evolution du nombre de salves dans chaque population en fonction des indicateurs SWT et E TOT

Population 1

Contrairement à la tendance globale, le taux de comptage dans les échantillons 6, 8 et 2 (stratégie favorisant la sollicitation de fatigue) augmente lorsque la valeur des indicateurs augmente. Ce taux reste faible (de l'ordre d'une dizaine de salves), mais son évolution en fonction de la valeur de l'indicateur SWT semble suivre une loi exponentielle.

Dans le cas de la stratégie stimulant l'indicateur E_{TOT} , le taux de comptage augmente lorsqu' E_{TOT} augmente, suivant une relation linéaire. L'apparition de cette population (décrivant potentiellement des microfissures) dans des échantillons soumis à un flux constant pourrait donc être corrélée à la valeur de cet indicateur : d'après la relation linéaire définie, celles-ci pourraient survenir à partir de $E_{TOT} > 90 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

Population 2

Lorsqu'on s'intéresse aux échantillons constituant la stratégie favorisant l'indicateur de fatigue SWT (6, 8 et 2), le nombre de salves diminue lorsque la valeur des indicateurs augmente : cela signifierait que l'endommagement diminue lorsque la sollicitation s'intensifie, ce qui ne semble pas cohérent avec la nature du matériau.

A l'inverse, dans le cadre de la stratégie favorisant l'indicateur E_{TOT} , le taux de comptage augmente avec la valeur des indicateurs. Cette tendance peut être décrite par une relation linéaire, au coefficient
de détermination R² proche de 1 (R²=0,99), indiquant une bonne adéquation entre la fonction théorique et les points expérimentaux. L'indicateur E_{TOT} semble donc bien représentatif de l'endommagement décrit par cette population, l'hypothèse émise étant qu'il s'agirait de décohésions aux joints de grains du SiC. Il peut être supposé que l'apparition de cet endommagement serait due à une sollicitation de fatigue et /ou de fluage, la fatigue pouvant être induite par des contraintes internes au matériau engendrées par les gradients thermiques. Aux températures atteintes, il n'était pas attendu que le fluage puisse endommager le SiC.

En conclusion, l'indicateur E_{TOT} semble adéquat pour rendre compte de l'évolution de l'endommagement (populations 1 et 2) subi par le SiC exposé à des flux solaires constants. L'indicateur SWT pourrait prédire l'apparition de la population 1 dans le SiC soumis à des flux solaires cycliques, mais la faible activité relevée ne permet pas de valider cette tendance. Pour explorer cette hypothèse, il faudrait soumettre les échantillons à des densités de flux plus élevées.

D.2 CORRELATIONS DES POPULATIONS ET DES INDICATEURS DE L'INCONEL 625

Le taux de comptage des populations 1 (triangles rouges), 2 (ronds bleus) et 3 (carrés verts) est représenté en fonction de la valeur des indicateurs SWT (Figure 4-19.A), E_{TOT} (Figure 4-19.B), $V\epsilon_{pl}$ (Figure 4-19.C) et log Z (Figure 4-19.D).



Figure 4-19 : Evolution du nombre de salves N des populations définies dans l'Inconel 625 en fonction des indicateurs A. SWT, B. E_{TOT} , C. $V\varepsilon_{pl}$ et D. log Z

Les indicateurs semblent en mesure de prévoir l'évolution de l'endommagement et il paraît possible de se prémunir de l'apparition des défauts décrits par la population 1 (montée des dislocations) en restant en-deçà d'une valeur identifiée des indicateurs : SWT < 150 GPa, E_{TOT} < 70 kJ.mol⁻¹.

L'endommagement ne s'est visuellement avéré sévère que lorsque les indicateurs ont dépassé les valeurs suivantes : SWT > 225 GPa, E_{TOT} > 250 kJ.mol⁻¹, $V\epsilon_{pl}$ > 0.03. L'observation de la sévérité de l'endommagement peut être confirmée par les différentes vitesses d'évolution du taux de comptage N en fonction de l'indicateur SWT : les trois zones délimitées par les valeurs 150 GPa et 225 GPa semblent caractérisées par trois pentes de droites N_{Population 2} = f(SWT).

Cependant, aucune fonction globale de la valeur des indicateurs ne semble décrire l'évolution de cet endommagement : un tel comportement est investigué au sein de chaque catégorie d'endommagement.



Figure 4-20 : Evolution du nombre de salves des populations en fonction des indicateurs SWT, E_{TOT} , $V \epsilon_{pl}$ et log Z

Population 1

Cette population n'a été détectée que dans une partie des échantillons, mais il apparaît tout de même possible d'établir une relation linéaire entre l'évolution de la sévérité du phénomène correspondant

et la valeur des indicateurs. Cette relation se retrouve pour les deux stratégies favorisant l'indicateur de fatigue $V\epsilon_{pl}$ (échantillons 3, 14 et 13) et l'indicateur global E_{TOT} (échantillons 11, 4 et 9).

Population 2

L'évolution de l'endommagement associé à cette population peut être corrélée à deux ou trois des indicateurs pour l'ensemble des stratégies, à l'exception de celle stimulant l'indicateur log Z (échantillons 6, 8 et 10).

Population 3

En fonction des indicateurs, une relation linéaire ou puissance existe entre ces derniers et l'évolution du nombre de salves émises par les échantillons de la stratégie $V\epsilon_{pl}$. Dans le cas des échantillons de la stratégie stimulant SWT, il existe une relation logarithmique. L'évolution de l'endommagement de la population 3 dû à la fatigue pourrait donc être corrélée à la valeur des indicateurs.

L'évolution de l'endommagement subi lors de la stratégie favorisant l'indicateur $V\epsilon_{pl}$ est corrélée aux indicateurs au sein des trois populations, il semblerait donc que cette stratégie soit adaptée à la stimulation et l'amplification de l'ensemble des phénomènes. A l'inverse, aucune cohérence n'est trouvée pour l'évolution des salves suivant la stratégie stimulant sélectivement l'indicateur log Z (échantillons 6, 8 et 10). Cette stratégie est donc écartée de l'étude.

Si l'indicateur $V\epsilon_{pl}$ s'avère efficace pour définir une stratégie de cyclage, en revanche il est assez pauvre comme descripteur de l'évolution de l'endommagement, du fait qu'il ne soit supérieur à zéro que pour une petite partie des échantillons. Le reste des indicateurs est bien plus adéquat.

Ce paragraphe a permis d'établir que les indicateurs sélectionnés pouvaient être en mesure de décrire (voire prédire) la catégorie et la sévérité de l'endommagement survenant dans des échantillons soumis à des flux solaires concentrés. La question suivante consiste à tenter de déterminer si les stratégies de cyclage définies par ces indicateurs de manière à amplifier l'endommagement des matériaux peuvent permettre de simuler un endommagement accéléré dans le temps.

E VERS UNE PREDICTION DE LA DUREE DE VIE ?

E.1 S'INSPIRER DE LA LOI D'ARRHENIUS

Lorsque l'on souhaite formuler le vieillissement accéléré d'un système, la démarche généralement employée est de chercher à établir une relation de type Arrhenius entre la sévérité des sollicitations et le temps (ou le nombre de cycles) nécessaire pour atteindre un état d'endommagement donné. Cet état d'endommagement est alors défini par la dégradation d'une propriété cible [18]. Dans notre cas, la dégradation du matériau est établie par son activité acoustique au travers du taux de comptage. D'autres études, liant émission acoustique et endommagement dans le domaine des matériaux composites, définissent l'état d'endommagement à partir de la valeur d'un des paramètres des salves, telle que l'énergie [19].

En cinétique chimique, la loi d'Arrhenius est une loi empirique permettant de décrire la variation de la vitesse d'une réaction chimique en fonction de la température, définie par la norme ISO 2578 (Equation 4-2). D'après cette loi, le temps d'exposition d'un système nécessaire pour engendrer son changement d'état à une température donnée évolue similairement en fonction de la température. Chaque réaction obéissant à cette loi est caractérisée par une énergie d'activation E_a (J.mol⁻¹) et un facteur d'accélération *k* (Equation 4-3).

$$t_{T1} = A \times \exp\left(\frac{E_a}{T_1}\right)$$
 Equation 4-2 $k = \frac{t_{ref}}{t} = A \times e^{-\frac{E_a}{RT}}$ Equation 4-3

Avec R = 8.31 J.mol⁻¹.K⁻¹ la constante des gaz parfaits, T la température en kelvins, et A un facteur pré exponentiel.

Afin de s'assurer que la réaction considérée a bien un comportement de type Arrhenius, il faut disposer de plusieurs valeurs du coefficient de vitesse déterminées à des températures différentes sur une plage assez large. La vérification de l'alignement des points ($\ln k$, $\frac{1}{T}$) permet de déterminer la valeur de l'énergie d'activation à partir du coefficient directeur de la droite passant par ces points et le facteur pré exponentiel à partir de son ordonnée à l'origine.

E.2 CAPACITE D'IMPACT A OPERER DES TESTS DE VIEILLISSEMENT ACCELERE

Pour opérer des tests de vieillissement accéléré, il faut s'assurer que l'évolution de l'endommagement entre les différents tests suit des tendances similaires en fonction du temps, de manière à déterminer un facteur de proportionnalité valable à n'importe quel instant.

Il est donc tout d'abord nécessaire de vérifier que l'évolution du taux de comptage en fonction du temps des essais réalisés répond bien à cette condition. Dans un deuxième temps, l'adéquation de ces essais avec un comportement type loi d'Arrhenius sera investiguée.

Chacune de ces étapes s'intéresse aux évolutions au sein des populations et non pas durant l'ensemble de l'essai toutes populations mélangées, car l'accélération d'un endommagement ne peut être étudiée que si les mêmes phénomènes apparaissent (la présence d'une même population est supposée attester de l'apparition du même type de phénomène).

E.2.1 EVOLUTION DU NOMBRE DE SALVES EN FONCTION DU TEMPS

Comportement du SiC

Pour chacun des essais du SiC, le taux de comptage de la population 2 peut être décrit par une fonction linéaire du temps, avec des coefficients de détermination R^2 compris entre 0,81 et 0,99 (cf. Figure 4-21). Plus le nombre total de salves est faible, moins bonne est l'adéquation des données expérimentales à la courbe ($R^2 < 0.9$). La faible activité acoustique du SiC rend délicate l'extrapolation de ces fonctions. En effet, on constate que lorsque les fonctions sont prolongées, les courbes se coupent : cela signifie qu'il est impossible de définir un coefficient de proportionnalité entre l'évolution de l'endommagement au sein des différents essais. Le même type de comportement se retrouve quelle que soit la population considérée.

Ce constat peut être dû :

1) à l'inadéquation du dispositif et de la méthode pour un usage de tests de vieillissement,

2) au comportement du SiC, qui ne se dégrade pas de manière suffisamment notable avant sa rupture brutale,

3) au manque de sévérité des conditions des tests.

L'analyse des données issues des tests avec l'Inconel 625 pourra infirmer ou confirmer la première hypothèse, et des conditions plus sévères pourraient être appliquées en adaptant le dispositif conçu pour étudier la troisième hypothèse. Cela pourrait faire l'objet de travaux futurs.



Figure 4-21 : Evolution du nombre de salves émises par le SiC en fonction du temps (population 2)

Une autre voie d'analyse peut également être explorée. En effet, le SiC ayant un comportement fragile, il est cohérent qu'il ait une activité peu importante, mais il est probable qu'elle soit très énergétique : il peut alors être adéquat de s'intéresser à l'énergie cumulée lors des essais plutôt qu'au taux de comptage. La Figure 4-22.A met en évidence la possibilité d'établir une relation linéaire de cette énergie cumulée en fonction du temps, avec un coefficient de détermination R² moyen à très bon (0,81<R²<0,99). Les fonctions obtenues ne semblent pas se croiser, et restent distinctes : les courbes des échantillons 8 et 6 semblent se confondre, mais le zoom illustré par la Figure 4-22.B montre que ce n'est pas le cas.



Figure 4-22 : Energie cumulée des salves émises par le SiC en fonction du temps (population 2)

L'énergie cumulée semble donc effectivement plus propice à décrire l'évolution de l'endommagement du SiC que le taux de comptage, et le comportement observé permet d'émettre l'hypothèse que son amplification entre les différents essais pourrait suivre une loi de vieillissement accéléré. Cette hypothèse peut être étudiée en cherchant à établir si l'énergie cumulée suit un comportement de type Arrhenius entre les différents essais. C'est l'objet du paragraphe *E.2.2 Comportement d'Arrhenius*.

Comportement de l'Inconel 625

De la même manière que pour le SiC, l'évolution du taux de comptage de la population 2 lors des essais sur l'Inconel est une fonction linéaire du temps (Figure 4-23.A). Le coefficient de détermination est globalement meilleur ($R^2 > 0.96$). Les droites ainsi formées sont prolongées pour des durées d'essais plus importantes : elles ne semblent pas se croiser, ce qui atteste d'une évolution logique de

l'endommagement en fonction du type d'essai, mais certaines semblent se rejoindre. Cela est en fait dû à la résolution du graphique : lorsqu'un zoom est réalisé sur une fenêtre plus étroite (Figure 4-23.B), il apparaît qu'un écart demeure entre ces courbes. Le même type de comportement est observé pour les populations 1 et 3. Ces constats nous autorisent à émettre l'hypothèse que l'amplification de l'endommagement entre les différents essais pourrait suivre une loi de vieillissement accéléré.



Figure 4-23 : Evolution du nombre de salves émises par l'Inconel 625 en fonction du temps (population 2)

Afin d'explorer cette hypothèse, le paragraphe suivant cherche à établir si les données suivent un comportement de type Arrhenius tel que décrit au paragraphe *E.1 La loi d'Arrhenius*.

E.2.2 COMPORTEMENT DE TYPE ARRHENIUS

La première étape est de fixer un état d'endommagement donné, puis de calculer le temps ou le nombre de cycles nécessaire à chaque type d'essai pour l'atteindre. Ensuite, le facteur d'accélération k est calculé, comparant les vitesses d'endommagement entre les essais (Equation 4-2). Dans notre cas, l'ensemble des cyclages a été réalisé avec une période identique, il est donc équivalent de considérer le temps ou le nombre de cycles.

Un comportement de type Arrhenius est recherché pour chaque population, en fonction de la stratégie de cyclage adoptée : 1) le facteur d'accélération entre l'endommagement de l'échantillon le moins dégradé et celui le plus dégradé au sein d'une même stratégie est calculé, et 2) son logarithme est reporté en fonction de l'inverse de la température maximale atteinte lors de l'essai correspondant. Le facteur d'accélération est déterminé à partir de l'évolution de l'énergie cumulée dans le cas du SiC, et à partir du taux de comptage dans le cas de l'Inconel 625.

SiC

L'état d'endommagement de référence est arbitrairement fixé à $E_{cum} = 10^4$ aJ, de manière à ce qu'il corresponde à un endommagement pouvant être atteint lors d'essais modérément longs (de l'ordre de 10^5 s). Pour chaque essai, une relation linéaire entre le temps et l'énergie cumulée a été définie au paragraphe précédent : celle-ci est à présent utilisée pour déterminer le temps t_i nécessaire à chacun des cyclages *i* pour atteindre ce niveau d'endommagement (Equation 4-5).

$$t_i = \frac{E_{cum} - b_i}{a_i}$$
 Equation 4-4

Avec a_i le coefficient directeur et b_i l'ordonnée à l'origine de la droite E_{cum} = f(t) pour l'essai i.

Population 1

La population 1 n'a pas été détectée dans l'échantillon 3, il n'est donc pas possible de déterminer le facteur d'accélération associé à cette stratégie d'essai (flux constant) avec seulement deux échantillons (le 6 et le 7). L'accélération observée entre tous les essais est illustrée sur la Figure 4-24, en fonction de leur température. Une relation peut être établie, mais avec un coefficient de détermination mauvais ($R^2 = 0,69$) : les échantillons 8 et 2, appartenant à la stratégie d'essai par cyclage, semblent se détacher de la tendance globale. Cependant, ils ne constituent pas, avec l'échantillon 6, une droite indépendante cohérente.



Figure 4-24 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 1 dans les échantillons de SiC en fonction de la température maximale atteinte lors des essais

Il n'est donc pas possible de conclure que l'endommagement décrit par la population 1 suit un comportement de type Arrhenius : cela n'est pas le cas pour la stratégie « cyclage », et il manque des informations pour évaluer le cas de la stratégie « flux constant ».

Population 2

La Figure 4-25 représente les facteurs d'accélération k de l'endommagement décrit par la population 2 (correspondant supposément à des décohésions aux joints de grains) en fonction de la température des essais, pour les stratégies « flux constant » (ronds rouges) et « cyclage » (croix bleues).



Figure 4-25 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 2 dans les échantillons de SiC en fonction de la température maximale atteinte lors des essais

L'accélération de l'endommagement observée lors des essais cyclés ne suit aucune cohérence linéaire ($R^2 = 0,12$), elle ne peut donc être caractérisée par un comportement de type Arrhenius. A l'inverse, l'accélération associée aux essais à flux constant suit de manière très fidèle une fonction linéaire de la température ($R^2 = 0,99$), révélant un comportement de type Arrhenius.

Ainsi, il semble que l'énergie cumulée soit un bon indicateur de l'endommagement du SiC soumis à des flux solaires constants.

Inconel 625

L'état d'endommagement de référence est fixé de manière arbitraire à N = 10^5 salves : c'est une valeur qui a été atteinte relativement rapidement au cours de certains essais (moins de 10^4 s), et qui semble correspondre à un endommagement notable. Le paragraphe précédent ayant permis de définir une relation linéaire entre le temps et le nombre de salves, celle-ci est utilisée pour déterminer le temps t_i nécessaire à chacun des cyclages *i* pour atteindre ce niveau d'endommagement (Equation 4-5).

$$t_i = \frac{N - b_i}{a_i}$$
 Equation 4-5

Avec *a_i* le coefficient directeur et *b_i* l'ordonnée à l'origine de la droite décrivant N = f(t) pour l'essai *i*.

Population 1

Le comportement de l'ensemble des essais ne suit pas fidèlement une évolution linéaire ($R^2 = 0,55$), il n'est donc pas de type Arrhenius (Figure 4-26).



Figure 4-26 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 1 dans les échantillons d'Inconel 625 en fonction de la température maximale atteinte lors des essais

Comme dans le cas des essais sur le SiC, la population 1 n'a été détectée que dans une partie des échantillons, ne permettant pas de calculer le facteur d'accélération k correspondant à chaque stratégie de cyclage. Il n'est donc pas possible d'observer si l'évolution de l'endommagement entre les tests d'une même stratégie de cyclage suit un comportement de type Arrhenius.

Population 2

Le facteur d'accélération de l'endommagement dû à l'endommagement associé à la population 2 (supposément des glissements de dislocations) entre l'ensemble des essais pourrait être décrit par une fonction linéaire de l'inverse de la température, mais le coefficient de détermination ne démontre pas une excellente adéquation ($R^2 = 0.82$).

Sur la Figure 4-27 est représenté, en fonction de l'inverse de la température maximale des essais, le facteur d'accélération suivant les différentes stratégies suivies : 1) celle stimulant l'indicateur $V_{\epsilon_{pl}}$ (losanges oranges), 2) celle stimulant de manière combinée les indicateurs E_{TOT} , SWT, $V_{\epsilon_{pl}}$ (ronds rouges), et 3) celle stimulant l'indicateur SWT (croix bleues).



Figure 4-27 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 2 dans les échantillons d'Inconel 625 en fonction de la température maximale atteinte lors des essais

Au sein de chacune des stratégies, le facteur d'accélération semble suivre une fonction linéaire de l'inverse de la température. L'adéquation des points expérimentaux à la courbe est très bonne pour la stratégie stimulant $V\epsilon_{pl}$ ($R^2 = 0.99$), bonne pour celle stimulant l'indicateur SWT ($R^2 = 0.96$), et moyenne ($R^2 = 0.89$) pour celle stimulant trois indicateurs de manière combinée. Il est donc possible d'émettre l'hypothèse que l'évolution de l'endommagement décrit par la population 2 suit une loi de type Arrhenius lorsque les essais suivent une même stratégie de cyclage. Ces stratégies pourraient donc être utilisées pour définir des essais de vieillissement accéléré.

Dans le cas d'un comportement de type Arrhenius, l'énergie d'activation des phénomènes engendrant les défauts observés dans l'Inconel 625 serait proportionnelle au coefficient directeur de la droite précédemment définie *a*, avec R = $8,31 \text{ mol}^{-1}$.K⁻¹.

$$E_a = a \times R$$
 Equation 4-6

D'après les droites définies Figure 4-27, les énergies d'activation calculées seraient égales à 165, 220, et 230 kJ.mol⁻¹.

Population 3

Pour la population 3, le facteur d'accélération entre tous les essais réalisés ne suit pas une fonction linéaire de l'inverse de la température (R² = 0,26). De la même manière que pour la population 2, les facteurs d'accélération sont calculés pour l'évolution de l'endommagement de la population 3 suivant les mêmes stratégies. Le résultat est illustré sur la Figure 4-28.

L'adéquation des points expérimentaux aux droites ainsi définies reste très bonne pour la stratégie stimulant $V_{\epsilon_{pl}}$ (R² = 0,99), mais devient tout juste moyenne pour celle stimulant l'indicateur SWT (R² = 0,86), et médiocre (R² = 0,1) pour celle stimulant trois indicateurs de manière combinée. L'évolution de l'endommagement suit donc un comportement de type Arrhenius suivant les deux premières stratégies, avec des énergies d'activation respectivement égales à 100 et 110 kJ.mol⁻¹. Ces valeurs très proches attestent probablement de l'activation d'un phénomène similaire. Elles sont semblables à

celles correspondant à des diffusions aux frontières atomiques [20] ou aux phénomènes apparaissant lors d'un vieillissement dû à des déformations dynamiques [21].



Figure 4-28 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 3 dans les échantillons d'Inconel 625 en fonction de la température maximale atteinte lors des essais

Les résultats présentés dans ce paragraphe ont amené des éléments pour valider l'aptitude du dispositif IMPACT et de la méthode de définition des cyclages associée à réaliser des essais de vieillissements accélérés. La stratégie la plus adéquate semble être celle favorisant l'indicateur $v_{\epsilon_{pl}}$, c'est-à-dire lorsque la valeur moyenne de la densité de flux varie pour un même type d'amplitude (supérieure ou égale à $\varphi/2$). Les populations de salves semblent pouvoir être catégorisées par des rangs d'énergie d'activation spécifiques, nourrissant ainsi l'hypothèse qu'elles décrivent des catégories d'endommagement spécifiques. Le potentiel ainsi démontré doit être approfondi par des campagnes complètes de vieillissement, apportant plus de points expérimentaux.

F CONCLUSIONS

Ce chapitre s'est tout d'abord attaché à établir un partitionnement des salves acoustiques, dont le principe a été détaillé en première partie. Une fois les populations définies, des phénomènes leur ont été potentiellement associés à partir d'hypothèses basées sur la littérature et des essais modèles. Pour le SiC, une première population pourrait être relative à des décohésions aux joints de grains, et une deuxième population à des microfissurations. Pour l'Inconel 625, trois populations ont été isolées, décrivant potentiellement des montées (population 1) et des glissements (population 2) de dislocations, et des microfissurations (population 3).

L'apparition de ces populations a été confrontée à la valeur des indicateurs du comportement thermomécanique des échantillons des essais correspondants. Des corrélations ont été établies entre l'évolution du nombre de salves et la valeur des indicateurs pour les essais d'une même stratégie de cyclage, c'est-à-dire ayant subi le même type de sollicitation mais de manière amplifiée. Il semble donc pertinent de recourir à ces indicateurs pour décrire et prédire l'état d'endommagement d'un matériau, et pour définir des stratégies permettant de l'amplifier de manière contrôlée. Cette méthodologie pourrait donc servir à définir de manière pertinente des cyclages permettant d'accélérer le vieillissement des matériaux.

Cette voie a été explorée par une analyse de l'évolution de l'endommagement des échantillons en fonction du temps. Une vitesse d'endommagement a pu être déterminée pour chaque type d'essai, et un facteur d'accélération entre les différents essais a été calculé. Il s'est avéré que suivant certaines

stratégies de cyclage, l'accélération de l'endommagement en fonction de la température maximale des essais sur l'Inconel 625 semblait présenter un comportement de type Arrhenius. Dans le cas du SiC, le nombre de salves enregistrées ne s'est pas avéré être un bon indicateur de l'endommagement : en effet, le comportement fragile du SiC conduit à une activité faible (peu de salves) mais énergétique (l'énergie absolue d'une salve est importante). Il a ainsi été observé qu'il était plus pertinent de recourir à l'énergie cumulée des salves plutôt qu'à leur nombre comme indicateur de l'état d'endommagement du SiC. Suivant cette approche, un comportement de type Arrhenius semble avoir été décelé dans le cas des essais à flux solaire constant, mais pas dans le cas des essais à flux cyclique.

Ainsi, ce chapitre a permis de révéler le fort potentiel du dispositif IMPACT associé à la méthode des indicateurs pour mener des études de vieillissement accéléré. De prochains travaux pourront approfondir et exploiter cette aptitude, notamment en étudiant de nouveaux matériaux et en soulevant la question du facteur d'échelle pour extrapoler les observations sur les échantillons à des comportements de récepteurs. Les hypothèses d'identification des mécanismes d'endommagement pourront être renforcées par des observations fines des échantillons (MEB, DRX).

Références

- [1] MISTRAS Group, "NOESYS Manual: Advanced Acoustic Emission Data Analysis Pattern Recognition & Neural Networks Software." 2016.
- [2] N. Godin, S. Huguet, R. Gaertner, and L. Salmon, "Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers," *NDT E Int.*, vol. 37, no. 4, pp. 253–264, 2004.
- [3] J. Meriaux, M. Boinet, S. Fouvry, and J. C. Lenain, "Identification of fretting fatigue crack propagation mechanisms using acoustic emission," *Tribol. Int.*, vol. 43, no. 11, pp. 2166–2174, 2010.
- [4] T. Shortell, *An Introduction to Data Analysis & Presentation*. 2001.
- [5] A. Zacharias, J. Philip, and T. Varghese, "Signature of Analysis of Acoustic Emission Data Obtained During Proof Pressure Test of 15CDV6 Pressure Vessel," Int. J. Sci. Eng. Technol. Res., vol. 3, no. 10, pp. 2855–2860, 2014.
- [6] T. Finley and T. Joachims, "Supervised k-Means Clustering."
- [7] M. Ghribi, P. Cuxac, J. Lamirel, A. Lelu, M. Ghribi, P. Cuxac, J. Lamirel, A. Lelu, and M. De, "Mesures de qualité de clustering de documents : Prise en compte de la distribution des mots clés," in 10ème Conférence Internationale Francophone sur l'Extraction et la Gestion de Connaissances, 2010.
- [8] M. Huger, "Contrôles non destructifs (cours)." 2001.
- [9] L. Yang, H. S. Kang, Y. C. Zhou, W. Zhu, C. Y. Cai, and C. Lu, "Frequency as a key parameter in discriminating the failure types of thermal barrier coatings: Cluster analysis of acoustic emission signals," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 264, pp. 97–104, 2015.
- [10] C. J. Shih, M. A. Meyers, V. F. Nesterenko, and S. J. Chen, "Damage evolution in dynamic deformation of silicon carbide," *Acta Metall. Inc.*, vol. 48, pp. 2399–2420, 2000.
- [11] N. Tessier-Doyen, "Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux refractaires modèles," Université de Limoges, 2003.
- [12] J. Pokluda and P. Andera, "Brittle and Ductile Fracture," in *Micromechanisms of Fracture In a Multi-scale Contaxt*, 2010, pp. 69–99.
- [13] H. Chang, "Identification of damage mode in AZ31 magnesium alloy under tension using acoustic emission," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.*, vol. 25, no. 6, pp. 1840– 1846, 2015.
- [14] A. H. Omar, "Apports de l'émission acoustique couplée à la thermogravimétrie pour l'étude de

la corrosion à haute température des métaux et alliages," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2014.

- [15] K. Máthis, D. Prchal, R. Novotný, and P. Hähner, "Acoustic emission monitoring of slow strain rate tensile tests of 304L stainless steel in supercritical water environment," *Corros. Sci.*, vol. 53, no. 1, pp. 59–63, Jan. 2011.
- [16] L. Li, Z. Zhang, and G. Shen, "The influence of grain size on acoustic emission characteristic in commercial-purity zirconium during tensile deformation," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 639, pp. 89– 96, Jul. 2015.
- [17] Y. Chastel, "Chapitre XIII: Mécanismes physiques de la déformation," in *Matériaux pour l'Ingénieur*, pp. 105–116.
- [18] M. Köhl, M. Heck, S. Brunold, U. Frei, B. Carlsson, and K. Möller, "Advanced procedure for the assessment of the lifetime of solar absorber coatings," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 84, no. 1–4, pp. 275–289, Oct. 2004.
- [19] M. Bourchak, I. Farrow, I. Bond, C. Rowland, and F. Menan, "Acoustic emission energy as a fatigue damage parameter for CFRP composites," *Int. J. Fatigue*, vol. 29, no. 3, pp. 457–470, Mar. 2007.
- [20] S. Mirmasoudi, "High Temperature Transient Creep Analysis of Metals," Wright State University, 2016.
- [21] V. Shankar, M. Valsan, K. B. S. Rao, and S. L. Mannan, "Effects of temperature and strain rate on tensile properties and activation energy for dynamic strain aging in alloy 625," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, no. 10, pp. 3129–3139, Oct. 2004.

Chapitre 5 VOIE D'AMELIORATION D'IMPACT

Au cours de cette thèse, le dispositif innovant IMPACT a été développé pour suivre l'évolution de l'endommagement in situ de matériaux sous flux solaire concentré. Ce dispositif est à même de localiser l'apparition des défauts dans les échantillons et de suivre leur évolution : il serait intéressant de compléter cette information par une estimation de la distribution des déformations survenant au cours des essais. Pour obtenir une réponse fiable, il serait nécessaire de confronter un modèle numérique à une mesure expérimentale du champ de déformation. L'expérimentation pourrait également permettre une consolidation du suivi de la fissuration (déjà initié par les mesures d'émission acoustique) au travers de l'observation d'une discontinuité du champ de déformation. Cette mesure doit donc être opérée in situ, au foyer du four solaire, et compatible avec les mesures acoustiques.

La technique la plus répandue pour mesurer les déformations avec une grande précision est celle des jauges de déformation. Cependant, ces jauges ne donnent qu'une information locale et il en faudrait une quantité importante pour rendre compte de la surface totale de l'échantillon et estimer son champ de déformation complet. De plus, leur utilisation est limitée en température, en-deçà de 350°C, ce qui implique dans notre cas de considérer d'autres solutions. De nombreux travaux emploient les techniques de mesures photomécaniques telles que la corrélation d'images numériques [1]–[3] : ce sont des mesures sans contact, le capteur n'est donc pas soumis à la température de l'échantillon. Ces mesures optiques ont déjà été combinées avec des mesures acoustiques, notamment dans le cadre de travaux sur l'endommagement des matériaux [4]–[6].

Les mesures optiques demandent généralement des conditions expérimentales d'une grande stabilité, qu'il peut être difficile d'atteindre au foyer du four solaire. Il sera donc nécessaire de préciser les contraintes expérimentales spécifiques aux mesures photomécaniques. La faisabilité des essais sera évaluée en confrontant les déformations attendues à la précision qu'il est possible d'atteindre par une réduction minutieuse de l'influence des paramètres de nuisance. Enfin, les étapes de conception d'un dispositif intégrable au dispositif IMPACT seront présentées.

A MESURE OPTIQUE DES DEFORMATIONS

Les méthodes optiques permettent une estimation in situ et sans contact du champ de déformations d'une surface. Il existe plusieurs techniques : l'analyse numérique d'images, le moiré d'ombre, la projection de franges, la photoélasticimétrie et l'interférométrie [7]. L'interférométrie demande une grande stabilité des conditions de luminosité et de température ambiante, sans quoi la résolution des interférences lumineuses est fortement détériorée. Cette technique n'est pas adaptée à des mesures au foyer d'un four solaire situé dans des conditions extérieures. La photoélasticimétrie s'applique uniquement aux matériaux transparents. Le moiré d'ombre et la projection de franges sont des techniques performantes pour mesurer des reliefs à partir des déplacements hors plans. La technique la plus adéquate pour mesurer des petites déformations dans le plan est donc l'analyse numérique d'images.

Le principe de l'analyse d'images, schématisé sur la Figure 5-1 consiste à comparer une image de référence représentant un état initial, et une image post sollicitation dans un état déformé. La

comparaison se fait à partir d'un motif réparti sur la surface, de manière régulière ou aléatoire: il s'agit respectivement de suivi de marqueur [2] ou de corrélation d'image [1]. Une information en deux dimensions des déplacements du motif est alors obtenue, en se basant respectivement sur le centre des marqueurs ou le centre d'une zone définie par un mouchetis (naturel ou déposé par projection de peinture par exemple). Le motif est défini par son niveau de gris, qui doit donc être suffisamment distinct de celui de la surface observée.



Figure 5-1 : Principe de la mesure de champ de déplacement par analyse d'image [8]



La différence principale entre les deux techniques se situe dans la définition de la zone de mesure : la corrélation d'image permet d'accéder à un grand nombre de détails locaux, tandis que le suivi de marqueur est limité par le pas entre ces marqueurs. Un autre aspect est la robustesse : un réseau de marqueur sera a priori moins sensible aux dégradations des contours ou du réseau de gris du motif lors d'une agression chimique ou thermique par exemple. Ces avantages et limitations sont récapitulés dans le Tableau 5-1.

Méthode	Corrélation d'images	Suivi des marqueurs
Illustration	Mouchetis	Maraueurs
		marqueurs
Avantages	Base de mesure paramétrable après l'essai	Simplicité, fiabilité
Limitations	Etalonnage (stéréo), Définition du mouchetis, Décorrélation	Etalonnage (stéréo), Base de mesure fixée

Tableau 5-1 : Avantages et limitations des techniques de Suivi des marqueurs et Corrélation d'image

Dans le cas de la recherche d'une information relativement globale du champ de contrainte sur une surface soumise à de hautes températures, il apparaît plus pertinent de sélectionner la technique de suivi des marqueurs (Figure 5-2). Afin de prendre en compte le déplacement hors plan lié à la déformation des échantillons, il est possible de s'orienter vers une mesure stéréo (avec deux caméras). La limitation principale de cette technique est qu'elle nécessite une étape d'étalonnage.

B CONTRAINTES EXPERIMENTALES

B.1 PRECISION DES MESURES

Lors d'essais précédents (programme AZSTECH [10]), il a été observé qu'une précision de ± 2.10⁻⁵ pouvait être obtenue sur les déformations. Ce niveau de précision a été atteint en minimisant drastiquement les paramètres d'influence : les essais ont eu lieu dans une pièce thermo régulée, et l'objet et les caméras ont été placés sur un même socle en marbre.

Cette précision sera plus critique dans le cas du SiC, du fait de sa faible déformation avant rupture. Sachant que le SiC a un comportement fragile, la déformation maximale qu'il pourra présenter peut être approximée par l'Equation 5-1 à environ 10⁻³ :

$$\varepsilon_{max} = \frac{\sigma_R}{E} = \frac{450 \times 10^6}{420 \times 10^9} \approx 10^{-3}$$
 Equation 5-1

Pour observer une déformation en amont (et pas seulement juste avant la rupture), il sera donc nécessaire d'atteindre une précision au moins égale à la meilleure atteinte lors du programme AZSTECH [10]. Il est donc indispensable d'apporter une attention particulière à la maîtrise des paramètres de nuisance

B.2 MAITRISE DES PARAMETRES DE NUISANCE

Le Tableau 5-2 liste les paramètres influençant la qualité des mesures optiques, en correspondance avec les contraintes liées aux expérimentions sous flux solaire concentré et avec les solutions envisagées pour minimiser les nuisances.

Paramètre de nuisance	Spécificité expérimentale	Solution envisagée
Perturbations mécaniques extérieures	 ✓ Mouvements du rail alu ✓ Vent 	Support d'échantillon solidaire du support des caméras
Variation de la distance > entre les 2 caméras > éch. / caméras 	 ✓ Environnement thermique variable → dilatation des supports 	 Structure la moins sensible possible à la dilatation thermique : Choix du matériau et/ou Refroidissement des zones sensibles
Reproductibilité de la distance éch. / caméras	 ✓ Changement fréquent d'échantillon 	Intégrer un plan de référence dans le support d'échantillon
Variation de la luminosité	 ✓ Flux solaire concentré sur la face avant de l'éch. ✓ Variation luminosité avec l'ouverture des volets 	 Mesure en face arrière Opacité du boîtier, éventuel ajout de lumière artificielle
Air chaud en convection naturelle sous l'éch. (effet mirage)	✓ Echantillon à hautes températures (jusqu'à 1200°C)	Lame d'air
Qualité des marqueurs	 ✓ Echantillon à hautes températures (jusqu'à 1200°C) 	 Marqueurs tenant à haute T (°C), coloration en fonction du matériau : barbotine frittée sur l'échantillon, bombe de peinture.

Tableau 5-2 : Paramètres de nuisance spécifiques à l'expérimentation au foyer du four solaireet solutions proposées

Il y a trois types de nuisances : les perturbations mécaniques faisant bouger l'échantillon et les caméras, les variations de distances entre les caméras et l'échantillon induisant une erreur sur le calcul de la position des marqueurs, et une perturbation de la définition du contour des marqueurs, modifiant son barycentre et donc sa position.

Le dispositif est suspendu dans le vide, arrimé sur des profilés en aluminium et soumis aux conditions météorologiques extérieures (vent, température) : il est donc compliqué de s'affranchir des perturbations mécaniques induites. Cependant, il est possible de rendre solidaires les mouvements des caméras et de l'échantillon, en les fixant sur une même structure. Cette structure ne devra pas être sensible aux variations de température, le choix du matériau devra donc être fait en conséquence. Cela répond dans le même temps aux préoccupations de conservation des distances.

La conservation de la définition et la qualité des marqueurs est plus délicate. En effet, ils vont être sensibles aux variations de luminosité et de température, qui sont les principes mêmes des essais. Pour limiter la variation de luminosité, il peut être fait en sorte d'effectuer les mesures en face arrière, en opacifiant la structure et en calfeutrant les bords de l'échantillon avec de la laine isolante haute température. Pour limiter l'effet mirage sous l'échantillon porté à haute température (rendant flous les bords des marqueurs), il a été envisagé de souffler une lame d'air parallèlement à sa surface. Cependant, l'efficacité de cette solution et ses perturbations sur les cyclages thermiques des échantillons nécessitent d'être approfondis au moyen de tests expérimentaux (efficacité) et de simulations numériques (perturbations).

L'ensemble de ces solutions sont schématisées sur la Figure 5-3, et serviront de base aux choix de conception présentés au paragraphe D.



Figure 5-3 : Illustration des solutions de conceptions envisagées pour les mesures photomécaniques

Afin de contrôler l'efficacité des mesures prises pour minimiser l'influence des paramètres de nuisance, il sera nécessaire de positionner proche de l'échantillon une référence « indéformable ». Les déformations mesurées sur cette référence pourront servir à corriger les mesures sur l'échantillon.

C ETUDE NUMERIQUE DE LA FAISABILITE

A l'aide du Code_Aster, les déformations du SiC et de l'Inconel 625 ont été calculées pour deux valeurs constantes du flux solaire incident (500 kW.m⁻² et 1000 kW.m⁻²) en régime stationnaire, en faisant varier les dimensions des échantillons (épaisseur et diamètre). Les dimensions nominales sont fixées à un diamètre D = 100 mm et une épaisseur e = 5 mm.

Il a été choisi de réaliser cette étude en régime stationnaire, de manière à se placer dans les conditions les plus défavorables aux mesures photomécaniques, c'est-à-dire dans des conditions de test induisant de faibles déformations. En effet, lors des cyclages les contraintes d'origine thermomécanique ne seront pas uniquement dues au gradient de température dans le matériau, mais également à la variation temporelle de ce gradient : les déformations seront alors plus importantes.

Les déformations globales (issues de la dilatation et des contraintes thermomécaniques) en x calculées pour les deux niveaux de densité de flux solaire choisis sont reportées dans les Figure 5-4 à Figure 5-7 (déformations identiques en x et y).Pour chaque densité de flux, les valeurs minimales et maximales de déformation relevées sur la face arrière de l'échantillon (celle vue par les caméras) sont reportées pour différentes dimensions d'échantillons. Afin de distinguer une mesure, le seuil de détection est pris égal à dix fois la précision, de manière à limiter l'erreur à 10%.



Figure 5-4 : Déformations en x de l'Inconel en fonction de l'épaisseur (D = 100 mm)





en fonction de l'épaisseur (D = 100 mm)

Figure 5-7 : Déformations en x du SiC en fonction du diamètre (e = 5 mm)

Il est possible de constater que pour des diamètres d'échantillon jusqu'à 100 mm, les déformations du SiC et de l'Inconel sont supérieures au seuil de détection de la mesure (matérialisée par une ligne rouge en pointillés). La mesure est donc réalisable, mais la marge n'est pas excessivement confortable (un facteur 10 tout au plus) : une attention particulière devra être portée à la limitation des paramètres de nuisance.

D CHOIX DE CONCEPTION

D.1 CAMERAS : DISTANCE A L'ECHANTILLON, ANGLE DE VISEE ET ANGLE DE VUE

Afin de faciliter la maîtrise des conditions opératoires et de minimiser l'ombrage du dispositif sur la parabole, la compacité du dispositif est un atout. La distance entre les caméras et l'échantillon doit donc être minimale, tout en permettant :

- ✓ Une fenêtre d'observation suffisante pour englober l'échantillon et les références ;
- ✓ La garantie que l'intégrité des caméras sera préservée : elles ne doivent pas se situer trop près de l'échantillon chaud, ni juste en-dessous du fait du risque de rupture.

D.2 ANGLE DE VISEE

Concernant l'angle de visée *a* entre les deux caméras (Figure 5-8), celui-ci doit être un compromis en deux types de précisions : dans le plan et hors plan. Plus l'angle est petit, meilleure est celle dans le plan, mais au détriment de la précision hors-plan. Typiquement, l'angle doit être compris entre 25° et 45°, et le meilleur compromis a été empiriquement fixé à 35° par l'institut PPRIME.



Figure 5-8 : Distance d entre les deux caméras C1 et C2 en fonction de la distance caméra-objet D (m) pour un angle de vue a de 35°

Il a été mentionné que la compacité du dispositif était un atout, notamment dans le but de minimiser l'ombrage sur la parabole. Concrètement, si lorsque l'on considère en vue du dessous les dispositifs acoustique et photomécanique, l'ombrage est minimisé dans le cas où la surface occupée par chacun est égale. Ces deux surfaces peuvent être approximées comme des carrés, dont la diagonale doit être égale. Ainsi, la distance entre les caméras *d* doit idéalement être inférieure à la diagonale du carré occupé par IMPACT, de l'ordre de 425 mm. D'après la Figure 5-8, cela implique une distance caméra-objet *D* inférieure à 0,8 m.

D.3 ANGLE DE VUE

La zone d'étude est déterminée par la surface optique du capteur et la distance focale de l'objectif. La surface du capteur étant fixée par le modèle de caméra, la zone d'étude est modulée par le choix de l'objectif. Les caméras utilisées correspondent au modèle UI-3480CP-M-GL de chez IDS : leur capteur présente une surface de 5,632 x 4,224 mm². Le choix de l'objectif sera déterminé par le côté le plus petit.





distance à l'échantillon, et dimension observée

Figure 5-9 : Angle de vue de la caméra : A. Schéma de principe et B. Dimensions optiques

La fenêtre d'observation est décrite par la dimension optique et la focale de l'objectif ainsi que par la distance caméra-objet, tel que défini par l'équation suivante :

$$\tan \frac{\alpha}{2} = \frac{d_{optique}}{2f_{objectif}} = \frac{d_{objet}}{D_{caméra \to objet}}$$
 Equation 5-2

Deux types d'objectifs ont été envisagés, et les fenêtres d'observation correspondantes en fonction des distances entre les caméras et l'échantillon sont représentées sur la Figure 5-10.



Figure 5-10 : Dimension latérale (en y) de la zone d'étude en fonction de la distance caméra → objet pour deux objectifs : 12,5 mm et 25 mm

L'objectif de focale 12,5 mm permet d'observer une zone d'étude suffisante (200x270 mm²), pour une distance caméra-objet compatible avec les dimensions de l'installation et l'angle de visée des caméras : la distance caméra-objet est bien inférieure à 0,8 m.

D.4 CONCEPTION DE LA STRUCTURE

Ce dispositif s'inspire des géométries des tubes Serrurier pour télescopes Dobson, dont la précision optique impose une grande rigidité et une excellente stabilité dimensionnelle.

Les tubes doivent être à la fois :

- ✓ rigides,
- ✓ peu sensibles à la dilatation thermique.

Le matériau choisi doit donc avoir un grand module de Young E et un faible coefficient de dilatation thermique α . Une sélection de matériaux a été comparée au moyen d'un coefficient de propriétés établi comme suit :

$$CP = \frac{E}{\alpha}$$
 Equation 5-3

Les valeurs des propriétés sont issues des fiches techniques de fournisseurs, à l'exception du coefficient de dilatation thermique des tubes carbones qui n'était pas précisé. Des mesures ont donc été réalisées sur deux types de tubes à partir d'échantillons gracieusement fournis par la société *Tubecarbone*, l'un obtenu par enroulement filamentaire et l'autre par pultrusion. Du fait d'une température de transition vitreuse élevée et d'une plus grande diversité d'angles de fibres, il est attendu que le premier type de tubes présente un coefficient de dilatation thermique plus faible que le second. C'est aussi le modèle le plus coûteux.



Figure 5-11 : Dilatation de deux échantillons de tubes carbone/époxy en fonction de la température

La Figure 5-11 représente l'évolution de l'allongement des deux tubes en fonctions de la température, jusqu'à 120°C, la température de service maximale indiquée par le fournisseur. Il est attendu que les tubes ne subissent que des températures inférieures à 100°C. Les coefficients de dilatation calculés

entre 20°C et 100°C sont : 2,8.10⁻⁶K⁻¹et 0,2.10⁻⁶ K⁻¹. Le tube obtenu par pultrusion présente un coefficient de dilatation thermique relativement faible, mais plus élevé que celui de l'invar (1,6.10⁻⁶ K⁻¹) ou de la silice vitreuse ou « quartz fondu » (0,54.10⁻⁶ K⁻¹). Le tube à enroulement filamentaire présente un coefficient inférieur à celui de la silice, pour un module d'Young équivalent : il serait donc un meilleur candidat pour composer la structure du dispositif de mesures photomécaniques. Cependant, après le refroidissement, l'échantillon ne reprend pas sa taille initiale : cela augure d'un endommagement progressif des tubes qui sera difficile à prévoir. De plus, une compression de l'échantillon est observée lorsque la température dépasse 100°C : en cas de surchauffe accidentelle de la structure, celle-ci sera endommagée.

La Figure 5-12 présente la comparaison des différents matériaux envisagés suivant leur coefficient de performance et leur prix. Les valeurs prises pour le tube carbone sont celles correspondant au tube de *Tubecarbone* obtenu par enroulement filamentaire.



Figure 5-12 : Matériaux pour les tubes de la structure Serrurier : Prix en fonction du coefficient de propriétés

Un bon compromis prix/propriétés oriente le choix vers des tubes carbone/époxy ou « quartz ». Les performances des tubes en carbone semblent bien supérieures à celles des tubes en silice (« quartz fondu »), pour un prix à peine plus élevé. Cependant, face aux inconstances des performances des tubes carbones, il a plutôt été choisi d'employer des tubes en silice. Les variations dimensionnelles attendues alors sont de l'ordre du micromètre entre les caméras et de quelques dizaines de micromètres entre les caméras et l'échantillon (cf. Annexe 3).

E **REALISATION**

L'ensemble de ces éléments de conception ont mené au dessin 3D et à la réalisation du prototype du dispositif photomécanique au SPCTS (Pascal Munsch et Nicolas Lory) (Figure 5-13.A). Sur la photo, on voit positionnée au sommet du dispositif une grille de marqueurs imprimés sur une feuille blanche, et espacés d'une distance connue : cela permet d'effectuer l'étalonnage des caméras. L'acquisition est réalisée par le logiciel DEFTAC 3D, développé et mis à disposition gracieusement par l'Institut PPRIME de Poitiers (Jean Christophe Dupré, Pascal Doumalin, Arnaud Germaneau).



A. Dessin 3D, vue de côté/dessus

B. Photo, vue de côté/dessous

Figure 5-13 : Montage photomécanique

Une vue détaillée du dessin (Figure 5-14.A) et de la photo (Figure 5-14.B) du support des caméras permet d'observer le réglage fin de l'orientation des caméras. Ce réglage est indispensable : en effet, l'alignement exact des images vues par les deux caméras garantit que la vue stéréo ne déforme pas l'échantillon.



A. Dessin 3D, vue de côté

B. Photo, vue de côté

Figure 5-14 : Vue détaillée d'une caméra et de son support

Le test de ce dispositif au foyer du four solaire n'a pas pu être réalisé dans le cadre de cette thèse, mais des premiers tests de stabilité ex situ ont été conduits à Limoges par Imad Khlifi dans le cadre de ses travaux de thèse. Ils ont révélé une précision des mesures identique à celle atteinte lors des essais de référence [10] : c'est une première étape prometteuse pour des tests in situ.

F CONCLUSIONS

Dans ce chapitre, il a été montré que les mesures optiques des déformations des échantillons de SiC et d'Inconel 625 étaient faisables, mais présentaient un véritable challenge dans le cas du SiC. La validité de ces mesures est soumise à un contrôle drastique des paramètres de nuisance, le plus complexe à maîtriser étant celui des hautes températures.

Un premier prototype spécifique a été conçu puis réalisé de manière à pouvoir être intégré au dispositif IMPACT. Il n'a pas été possible de le tester au foyer du four solaire lors de cette thèse, mais des premiers essais ex situ réalisés au SPCTS ont validé le potentiel du dispositif.

Références

- [1] M. Sutton, W. Wolters, W. Peters, W. Ranson, and S. McNeill, "Determination of displacements using an improved digital correlation method," *Image Vis. Comput.*, vol. 1, no. 3, pp. 133–139, Aug. 1983.
- [2] N. Bretagne, V. Valle, and J. C. Dupré, "Development of the marks tracking technique for strain field and volume variation measurements," *NDT E Int.*, vol. 38, no. 4, pp. 290–298, 2005.
- Y. Belrhiti, A. Gallet-Doncieux, A. Germaneau, P. Doumalin, J. C. Dupre, A. Alzina, P. Michaud, I.
 O. Pop, M. Huger, and T. Chotard, "Application of optical methods to investigate the non-linear asymmetric behavior of ceramics exhibiting large strain to rupture by four-points bending test," J. Eur. Ceram. Soc., vol. 32, no. 16, pp. 4073–4081, 2012.
- [4] G. Murasawa, R. Takahashi, T. Morimoto, and S. Yoneyama, "Inhomogeneous Deformation Twinning Measurement Using Digital Image Correlation and Acoustic Emission," *Exp. Mech.*, vol. 55, no. 1, pp. 65–76, 2015.
- [5] M. Zhou, W. B. Yao, X. S. Yang, Z. B. Peng, K. K. Li, C. Y. Dai, W. G. Mao, Y. C. Zhou, and C. Lu, "In-situ and real-time tests on the damage evolution and fracture of thermal barrier coatings under tension: A coupled acoustic emission and digital image correlation method," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 240, pp. 40–47, 2014.
- [6] D. Nies, B. Rehmer, B. Skrotzki, and R. Vaßen, "Damage Characterization of Thermal Barrier Coatings by Acoustic Emission and Thermography," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 14, no. 9, pp. 790– 794, Sep. 2012.
- [7] F. Brémand, M. Cottron, P. Doumalin, J.-C. Dupré, A. Germaneau, and V. Valle, "Mesures en mécanique par méthodes optiques," *Tech. l'Ingénieur*, no. R1850v2, 2014.
- [8] Laboratoire mécanique multi-échelles Polytechnique Montréal, "Modélisation micrométrique," 2015. .
- [9] Institut PPRIME Photomechanics and Experimental Mechanics, "Mesure en surface des déplacements par suivi de marqueurs." .
- [10] F. Gouraud, "Influence des transformations de phase de la zircone sur le comportement thermomécanique de réfractaires à haute teneur en zircone," Université de Limoges, 2016.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Les alliages à base de nickel et les céramiques réfractaires présentent des propriétés physiques (conductivité, coefficient de dilatation thermique), chimiques (stabilité à haute température, résistance à la corrosion et l'oxydation), et mécaniques (résistance au fluage, ténacité) adaptées aux conditions extrêmes auxquelles les récepteurs de centrales solaires à tour seront soumis. Cependant, leur tenue sur le long terme face à ces sollicitations appliquées de manière cyclique est encore mal connue. Il est attendu que des mécanismes d'endommagement se développent et se cumulent, menant à une dégradation qui peut être fatale. Parmi ces mécanismes, on retrouve de l'oxydation, de la délamination, des décohésions ou des dislocations.

Afin de suivre l'évolution de ces endommagements en conditions opératoires, il a été mis en évidence l'intérêt d'utiliser des techniques d'évaluation non-destructive et in-situ. Parmi les techniques disponibles, le choix s'est porté sur l'émission acoustique. En effet, l'analyse des paramètres acoustiques et des formes d'onde des salves émises à l'apparition d'un endommagement permet :

- d'en estimer la sévérité en suivant l'évolution du nombre de salves ou le cumul d'un paramètre acoustique tel que l'amplitude ou l'énergie des salves ;
- > d'en discriminer les différents types en définissant des populations de manière statistique ;
- d'en localiser la source en relevant les temps d'enregistrement d'une même onde par différents capteurs.

Cette technique a fait ses preuves dans différents domaines (automobile, spatial, pétrole, etc.), elle n'avait cependant jamais été utilisée dans celui de l'énergie solaire. Son adaptation au suivi de l'endommagement des matériaux pour des applications de récepteurs de centrales à tour a constitué l'objectif principal de cette thèse. Pour y parvenir, il a été nécessaire de développer un nouveau dispositif expérimental et de définir les méthodes de test appropriées.

Le dispositif devait être en mesure d'enregistrer et localiser l'évolution de l'endommagement dans les échantillons, tout en maîtrisant les conditions d'essai. La méthode de test devait permettre d'identifier les conditions d'essai les plus pertinentes en vue d'analyser l'évolution de l'endommagement en fonction du type et de la durée des sollicitions subies.

En se basant notamment sur les propriétés thermiques et mécaniques déterminées expérimentalement par des moyens classiques (méthode flash, dilatomètre) et originaux (mesure du module d'Young en fonction de la température par méthode ultrasonore et mesure de l'émissivité à haute température par radiométrie couplée à un pyroréflectomètre), le dispositif baptisé IMPACT (Insitu thermo-Mechanical Probe by ACoustic Tracking) a été conçu et optimisé. Le choix du nombre de capteurs, l'amélioration du contact échantillon/guide d'onde, et la sélection d'une stratégie de localisation ont permis de limiter les erreurs de localisation des sources acoustiques à 3,5 mm en moyenne sur un disque d'acier de 100 mm de diamètre à température ambiante. Cela a permis de déterminer le diamètre minimum requis pour garantir une erreur de position inférieure à 5 % sur les échantillons de SiC et d'Inconel 625, respectivement 150 mm et 100 mm. Cependant, une concession a dû être faite pour le SiC : le diamètre des échantillons a dû être réduit à 100 mm afin d'atteindre des niveaux de températures et contraintes suffisants, portant ainsi l'erreur moyenne à 8%. Ainsi, IMPACT

a été réalisé en intégrant les contraintes fixées lors de la conception, et la faisabilité des mesures à hautes températures a été validée par des essais préliminaires in situ.

Ensuite, s'appuyant sur un modèle décrivant le comportement thermomécanique des échantillons et sur des travaux antérieurs ayant mis au point un protocole numérique de sélection des cyclages solaires, une stratégie optimale a été élaborée pour le cyclage du SiC et de l'Inconel 625. Ce protocole a fait intervenir des indicateurs du comportement des échantillons :

- deux critères de fatigue : Vε_{pl} (Manson-Coffin) basé sur l'amplitude de déformation plastique, et SWT (Smith – Watson – Tropper) tenant compte de la contrainte maximale, de l'amplitude des déformations et du module d'Young ;
- un critère de fluage, log Z (Zenner Hollomon) qui évolue avec la vitesse de déformation et la température ;
- un critère d'endommagement global, E_{τοτ} (Gollos Ellyn) correspondant à l'énergie totale (élastique et plastique) relâchée dans l'échantillon.

Leur sensibilité aux variations de certaines caractéristiques des sollicitations (amplitude et valeur moyenne de la densité de flux solaire) a été étudiée au moyen d'une étude paramétrique, et les conditions de cyclage permettant la plus grande variation possible des indicateurs ont été retenues comme stratégie expérimentale pertinente. Lorsque cela était possible, les indicateurs ont été stimulés de manière sélective.

La mise en œuvre des stratégies ainsi définies a révélé des comportements différenciés des échantillons, qu'il semblerait possible de relier à la variation des indicateurs. L'étude a été plus aisée dans le cas de l'Inconel 625, dont l'activité acoustique est plus importante que celle du SiC du fait des modifications microstructurales plus nombreuses dans l'Inconel 625.

L'évolution des types d'endommagement apparaissant lors des essais a été étudiée plus en détail au moyen d'un partitionnement des salves. Cette méthode statistique consiste à regrouper des signaux par un algorithme de reconnaissance de forme, qui peut être préalablement entraîné sur un ensemble de données modèles issues par exemple d'essais purement thermiques ou mécaniques. En fonction des paramètres spécifiques à chaque population, il est possible d'identifier les phénomènes ayant généré les salves qui le composent, en se basant sur les valeurs de référence des essais modèles et/ou sur la littérature. Des hypothèses ont pu être formulées associant les phénomènes probablement apparus dans les échantillons aux populations ainsi définies. Pour le SiC, une première population a été supposément attribuée à des décohésions aux joints de grains, et une deuxième population à des microfissurations. Pour l'Inconel 625, trois populations ont été identifiées, décrivant potentiellement des montées et des glissements de dislocations, et des microfissurations de la couche d'oxyde.

L'apparition de ces classes de signaux a été confrontée à la valeur des indicateurs du comportement thermomécanique des échantillons des essais correspondants. Des corrélations ont été établies entre l'évolution du nombre de salves et la valeur des indicateurs pour les essais d'une même stratégie de cyclage, c'est-à-dire ayant subi le même type de sollicitation mais de manière amplifiée. Il semble donc pertinent de recourir à ces indicateurs pour décrire et prédire l'état d'endommagement d'un matériau, et pour définir des stratégies permettant de l'amplifier de manière contrôlée. Ainsi, cette méthodologie pourrait permettre de définir de manière pertinente des essais permettant d'accélérer le vieillissement des matériaux.

Cette possibilité a été étudiée par une analyse de l'évolution en fonction du temps de l'endommagement des échantillons. Une vitesse d'endommagement a pu être déterminée pour chaque type d'essai, et un facteur d'accélération entre les différents essais a été calculé. Il a été établi que suivant certaines stratégies de cyclage, l'accélération de l'endommagement en fonction de la température maximale des essais sur l'Inconel 625 présentait un comportement de type Arrhenius. Dans le cas du SiC, le nombre de salves enregistrées ne s'est pas avéré être un bon indicateur de l'endommagement : en effet, le comportement fragile du SiC conduit à une activité faible (peu de salves) mais énergétique (l'énergie absolue d'une salve est importante). Il a ainsi été observé qu'il était plus adapté de recourir à l'énergie cumulée des salves plutôt qu'à leur nombre comme indicateur de l'état d'endommagement du SiC. Suivant cette approche, un comportement de type Arrhenius a été décelé dans le cas des essais à flux solaire constant, mais pas dans le cas des essais à flux cyclique.

Ainsi, ces travaux ont permis de valider le potentiel du dispositif IMPACT associé à la méthode des indicateurs pour mener des études de vieillissement accéléré. De prochains travaux pourront approfondir et exploiter cette aptitude, notamment en étudiant de nouveaux matériaux et en soulevant la question du facteur d'échelle pour, à terme, extrapoler les observations faites sur échantillons aux récepteurs dans leur ensemble. L'identification des mécanismes de vieillissement et leur corrélation avec les catégories de signaux pourra être validée par des analyses complémentaires (MEB, DRX, etc.). Une nouvelle voie a été ouverte à l'interface entre les équipements solaires et l'instrumentation acoustique, de futurs projets communs d'instrumentation pourront la poursuivre.

En vue de l'amélioration de ce dispositif d'essai, un développement complémentaire a été exploré. En effet, la capacité d'IMPACT à localiser l'apparition des défauts dans les échantillons a été validée : il serait intéressant de confronter cette information à la répartition des déformations survenant au cours des essais. Cette mesure doit donc être opérée in situ, au foyer du four solaire, et compatible avec les mesures acoustiques. Pour y parvenir, il a été décidé d'employer une technique de mesure photomécanique : le suivi de marqueurs. Ce sont des mesures opérables in situ et sans contact, le capteur n'est donc pas perturbé par la température de l'échantillon. De plus, ce type de mesures optiques a déjà été combiné avec des mesures acoustiques, notamment dans le cadre de travaux sur l'endommagement des matériaux.

Les mesures optiques demandent généralement des conditions expérimentales d'une grande stabilité, qu'il peut être difficile d'atteindre au foyer du four solaire. Il a donc été nécessaire de préciser les contraintes expérimentales spécifiques aux mesures photomécaniques. La faisabilité des essais a été évaluée en confrontant les déformations attendues à la meilleure précision possible atteinte expérimentalement : il a été montré que les mesures étaient faisables, mais présentaient un véritable challenge dans le cas du SiC. La validité de ces mesures est soumise à un contrôle drastique des paramètres de nuisance, le plus complexe à maîtriser étant celui des hautes températures. Un dispositif spécifique a donc été conçu et réalisé, et des premiers essais ex situ (à froid) en ont validé le potentiel : la mise en œuvre de ce dispositif à haute température reste à explorer.

Figure 1-1 : Comparaison des réserves d'énergies primaires p/r au besoin annuel en énergie (2009) [7]
Figure 1-2 : Schémas de principe des technologies de conversion de centrales solaires à concentration
Figure 1-3 : Températures d'utilisation de fluides de transfert caractéristiques : 1 huile, 3 sels, 1 métal, gaz [26]
Figure 1.4 : Exemples de récenteurs tubulaires ou plats
Figure 1 - F: Caractéristiques spectrales d'un récenteur solaire sélectifidéal, en pointillés [46]
Figure 1-6 : Courbe type d'un matériau élastoplastique. Energies de déformation élastique et plastique
Figure 1-7 : Observation de tubes absorbeurs de la centrale Solar Two après 1500 h de fonctionnement [62] 25
Figure 1-8 : Exemple de propagation de fissuration intergranulaire dans un alliage à base de nickel
(Inconel 800H) sollicité en tension/compression à 850°C. Les flèches indiquent les fissures de fluage
Figure 1-9 : Contraintes thermiques internes liees aux differences de coefficient de dilatation des
constituants présents dans la microstructure [59]
Figure 1-10 : Techniques non destructives de détection de défauts, en fonction de leur taille et de leur
position (inspiré de [67] et [68])28
Figure 1-11 : Principe de l'émission acoustique : Création, propagation et détection d'une onde
acoustique. A: onde volumique, B: onde surfacique, C: capteur (d'après [70])
Figure 1-12 : Paramètres de forme associés à une salve d'émission acoustique
Figure 1-13 : Etude du comportement d'un échantillon de cordiérite-mullite en fonction de la
température [73]
Figure 1-14 : Caractéristiques fréquentielles des défauts dus à la corrosion apparaissant dans un
système de barrière thermique (substrat et revêtement) [76]
Figure 1-15 : Suivi de l'endommagement d'un composite carbone-PPS sous traction [71]
Figure 1-16 : Principe de la localisation par triangulation
Figure 2-1 : Schéma fonctionnel du dispositif de diagnostic expérimental
Figure 2-2 : Matériaux d'étude
Figure 2-3 : Schéma du Grand Four Solaire d'Odeillo
Figure 2-4 : Schéma du dispositif MEDIASE pour l'estimation de l'émissivité à haute température [5]
Figure 3 E : Dringing de propagation des ondes mésoniques
Figure 2-5 : Principe de propagation des ondes mecaniques
Figure 2-6 : Montage experimental de la mesure par echographie ultrasonore en renexion [7]
Figure 2-8 : Evolution du module d'Young (A) et de la vitesse de propagation longitudinale (B) pour le
SiC et l'Inconel 625 en fonction de la température
Figure 2-9 : Evolution de la limite d'élasticité de l'Inconel 625 en fonction de la température [3] 44
Figure 2-10 : Conductivité thermique en fonction de la température du SiC et de l'Inconel 625
Figure 2-11 · Evolution de l'émissivité et du facteur solaire de l'Inconel 625 en fonction de la
température
Figure 2-12 · Evolution de l'émissivité et du facteur solaire du SiC en fonction de la température 44
Figure 2-12 : Evolution du four solaire parabolique (2k/M) au Four Solaire d'Odeillo (face Sud) 46
Figure 2-13 . Estansation du four solaire parabolique (2KW) au rour solaire d ouenio (1dte sud) 40
Figure 2-14 . Entropy de fonctionnement du four solaire jusident en fonction de l'auverture des obturateurs
rigure 2-13. Courbe à étaininage du nux solaire incluent en fonction de l'ouverture des obtaileurs,
מיפר א דפינימנוטוו עד וא נטערטב, בנ ג־גטוו נטפוווגופווג עד עפגפורוווואנוטוו

Figure 2-16 : Schéma de principe du test de Hsu-Nielsen	48
Figure 2-17 : Fenêtres temporelles glissantes (PDT, HDT, HLT)	49
Figure 2-18 : Disposition des capteurs pour la localisation linéaire	49
Figure 2-19 : Amplitude des salves en fonction de la position sur un échantillon de SiC (Test Hs Nielsen)	su- 50
Figure 2-20 : Amplitude des salves en fonction de la position sur un échantillon d'Inconel (Test Hendelsen)	su- 50
Figure 2-21 : Propagation des ondes dans un échantillon d'Inconel 625 de 4 mm d'épaisseur	50
Figure 2-22 : Propagation des ondes dans un échantillon de SiC de 4 mm d'épaisseur	51
Figure 2-23 : Localisation linéaire des sources de Hsu-Nielsen sur un échantillon de SiC Précision répétabilité	et 51
Figure 2-24 : Localisation linéaire des sources de Hsu-Nielsen sur un échantillon d'Inconel 6	25
Précision et répétabilité	51
Figure 2-25 : Test de localisation 2D sur un disque en acier	52
Figure 2-26 : Résultats du test de Hsu-Nielsen pour différentes configurations du maillage des capteu	ırs 53
Figure 2-27 : Erreur spatiale moyenne et surface couverte sur un disque en acier de 100 mm	de
diamètre en fonction du nombre de capteurs utilisés	53
Figure 2-28 : Amélioration de la qualité du contact par la variation de pression sur le systèr	ne
capteur/guide et par l'utilisation ou non d'un couplant	54
Figure 2-29 : Amélioration de la localisation dans les « zones mortes » par localisation combinée. Te	est
avec 6 capteurs, sans couplant, ressort 0.67 N.mm ⁻¹ .	55
Figure 2-30 : Erreur spatiale estimee dans des disques de SiC et d'inconel 625 en fonction du diametr	re.
D après les tests sur un disque d'acier de 100 mm et extrapoles à partir des Equation 1-20 et Equati	on 56
Figure 2-31 : modélisation 3D et nhoto du système de localisation IMPACT implémenté sur site d'ess	oc ai
Figure 2 91 . modelisation 5D et prioto du systeme de localisation nui vier implemente sur site a ess	57
Figure 2-32 : Bande spectrale captée par le pyromètre (spectre AM 1.5)	57
Figure 2-33 : Erreur de mesure du pyromètre sur un échantillon de faible réflectivité (p=0,1) [20]	57
Figure 2-34 : Vue arrière de la chambre contenant le ressort, le capteur, et l'extrémité du guide d'on	de
	58
Figure 2-35 : Guide d'onde dans son support	58
Figure 2-36 : Vue d'un échantillon monté – Inconel 625, 100 mm de diamètre	58
Figure 2-37 : Evolution de la température et de l'activité acoustique d'un échantillon de SiC de 1	00
mm de diamètre lors d'une exposition au flux solaire	59
Figure 2-38 : Evolution de la temperature et de l'activite acoustique d'un echantilion d'inconei 625	ae
Figure 2.20 : Deste de l'échaptiller de SiC pact exposition et localisation des évènements	5U 60
Figure 2-39 : Photo de l'échantillon d'Inconel 625 nost-cyclage et localisation des évènements	60
Figure 2-41 : Répartitions des salves avant permis de localiser un évènement dans les échantillons	en
fonction de leur amplitude et de leur durée pour le SiC (carrés oranges) et l'Inconel 625 (losanges bleu	us)
	61
Figure 3-1 : Conditions aux limites	66
Figure 3-2 : Validation expérimentale du modèle Code_Aster. Cyclage entre 1000 et 1400 kW.m ⁻² d'	un
échantillon d'Inconel 625 (Ø50 mm, e=5mm) pré-oxydé	67
Figure 3-3 : Représentation du critère de Von Mises	69
Figure 3-4 : Illustration de l'énergie et la déformation dans les domaines élastique et plastique	70
Figure 3-5 : Evolution des indicateurs du comportement thermique SWT et E_{TOT} du SiC en fonction d	les
parametres du flux incident (valeur moyenne, amplitude et période)	/1
Figure 3-6 : Evolution des indicateurs du comportement thermique SWT, $V\Delta \varepsilon_{pl}$, E_{TOT} et log Z de l'Incor	1el
625 en fonction des parametres du flux incident (valeur moyenne, amplitude et période)	/2

Figure 3-7 : Modélisation de la température de surface au centre de l'échantillon T_{av} , des gradients thermiques axiaux ΔT_{ep} et radiaux ΔT_{rad} , et des contraintes équivalentes de Von Mises dans des échantillons de SiC soumis à deux types de cyclage (A. Cas 1 et B. Cas 2)
Figure 3-8 : Modélisation de la température de surface au centre de l'échantillon T _{av} , des gradients thermiques axiaux ΔT_{ep} et radiaux ΔT_{rad} , et des contraintes équivalentes de Von Mises dans des échantillons d'Inconel 625 soumis à deux types de cyclage (A. Cas 1 et B. Cas 2)
Figure 3-10 : Sensibilité adimensionnelle des indicateurs de l'Inconel 625 aux variations de flux moyen
φ _m
Figure 3-12 : Stratégies de cyclage stimulant les indicateurs de l'Inconel 625 par la variation de la valeur movenne du flux
Figure 3-13 : Sensibilité adimensionnelle des indicateurs de l'Inconel 625 aux variations d'amplitude A
Figure 3-14 : Stratégie de cyclage stimulant les indicateurs du SiC par la variation de l'amplitude du flux A
Figure 3-15 : Stratégie de cyclage stimulant les indicateurs de l'Inconel par la variation de l'amplitude du flux A
Figure 3-16 : Nombre de salves enregistrées pour chaque échantillon de SiC en fonction des indicateurs correspondant au cyclage subi
Figure 3-17 : vue de la tranche des échantillons 4 et 9
Figure 3-18 : Agrandissement du centre de l'échantillon 1383
Figure 3-19 : Nombre de salves enregistrées pour chaque échantillon d'Inconel 625 en fonction des indicateurs correspondant au cyclage subi
Figure 4-1 : Principe et vocabulaire du partitionnement des données acoustiques : comparaison des
paramètres et répartition des données en populations
Figure 4-2 : Regroupement de données en fonction de leur distance euclidienne
Figure 4-5 : Dispositif de mésure des naramètres des salves émises lors de l'essai modèle du SiC 94
Figure 4-5 : Comparaison de la durée et de l'amplitude des salves émises par l'échantillon de SiC et le
guide d'onde d'alumine lors d'un essai à haute température
Figure 4-6 : Dendrogramme des paramètres des salves émises lors du refroidissement de l'Inconel 625
Figure 4-7 : Dendrogramme des paramètres des salves émises lors de l'essai de flexion de l'Inconel 625
Figure 4-8 : Comparaison de la durée et de l'amplitude des salves émises par l'échantillon d'Inconel 625 lors de deux types de sollicitations (thermique et mécanique)
Figure 4-9 : Comparaison des paramètres acoustiques de salves émises par un test de Hsu-Nielsen sur
des échantillons de SiC et d'Inconel 625 positionnés dans les montages ex situ et in situ
Figure 4-10 : Dendrogrammes hiérarchisant les degrés de corrélation entre les paramètres des salves
enregistrées lors du cyclage des échantillons de SiC. 0 : temps de montée ; 1 : nombre de coups avant le pic ; 2 : nombre de coups ; 3 : énergie ; 4 : durée ; 5 : amplitude ; 6 : énergie absolue ; 7 : fréquence
centroïde
Figure 4-11 : Repartition des salves en fonction de leur durée et leur amplitude pour un essai modèle
ex-situ et un essai in-situ sur des echantilions de SiC
durée réparties suivant les nonulations formées par méthode pon supervisée
Figure 4-13 : Amplitude et durée des salves formant : 1) les nonulations des essais modèles et 2) les
populations des essais in-situ dont seuls les valeurs movennes et les écart-types sont représentés afin
de faciliter la lecture

Figure 4-14 : Dendrogramme hiérarchisant les degrés de corrélation entre les paramètres des salves enregistrées lors du cyclage des échantillons de l'Inconel 625. 0 : temps de montée ; 1 : nombre de coups avant le pic; 2 : nombre de coups; 3 : énergie; 4 : durée; 5 : amplitude; 6 : énergie absolue; Figure 4-15 : Essais in-situ de l'Inconel 625 - Représentation des salves en fonction de leur amplitude Figure 4-16 : Stratégies de cyclage stimulant spécifiquement les indicateurs du comportement thermomécanique A. du SIC et B. de l'Inconel 625...... 106 Figure 4-17 : Evolution du nombre de salves des populations définies dans le SiC en fonction des Figure 4-18 : Evolution du nombre de salves dans chaque population en fonction des indicateurs SWT Figure 4-19 : Evolution du nombre de salves N des populations définies dans l'Inconel 625 en fonction Figure 4-20 : Evolution du nombre de salves des populations en fonction des indicateurs SWT, E_{TOT} , $V \epsilon_{pl}$ Figure 4-21 : Evolution du nombre de salves émises par le SiC en fonction du temps (population 2) Figure 4-22 : Energie cumulée des salves émises par le SiC en fonction du temps (population 2).... 112 Figure 4-23 : Evolution du nombre de salves émises par l'Inconel 625 en fonction du temps (population Figure 4-24 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 1 dans les Figure 4-25 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 2 dans les Figure 4-26 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 1 dans les échantillons d'Inconel 625 en fonction de la température maximale atteinte lors des essais.......... 115 **Figure 4-27** : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 2 dans les échantillons d'Inconel 625 en fonction de la température maximale atteinte lors des essais......116 Figure 4-28 : Facteur d'accélération de l'endommagement décrit par la population 3 dans les échantillons d'Inconel 625 en fonction de la température maximale atteinte lors des essais......... 117 Figure 5-1 : Principe de la mesure de champ de déplacement par analyse d'image [8] 122 Figure 5-2 : Schéma de principe d'une mesure en surface des déplacements par stéréo suivi de Figure 5-3 : Illustration des solutions de conceptions envisagées pour les mesures photomécaniques Figure 5-6 : Déformations en x du SiC en fonction de l'épaisseur (D = 100 mm) 125 Figure 5-7 : Déformations en x du SiC en fonction du diamètre (e = 5 mm) 125 Figure 5-8 : Distance d entre les deux caméras C1 et C2 en fonction de la distance caméra-objet D (m) Figure 5-9 : Angle de vue de la caméra : A. Schéma de principe et B. Dimensions optiques 127 **Figure 5-10** : Dimension latérale (en y) de la zone d'étude en fonction de la distance caméra \rightarrow objet pour deux objectifs : 12,5 mm et 25 mm 127 Figure 5-11 : Dilatation de deux échantillons de tubes carbone/époxy en fonction de la température Figure 5-12 : Matériaux pour les tubes de la structure Serrurier : Prix en fonction du coefficient de

Tableau 1-1 : Indicateurs d'impact environnementaux de différents procédés de conversion [4] [5] 16
Tableau 1-2 : Comparaison des technologies de centrales thermodynamiques. [22] [23] *pour générer
100 MW avec 2.5 MWh.m ⁻² .an ⁻¹ d'ensoleillement, avec stockage si applicable **sans « dry cooling »
Tableau 1-3 : Comparaison des technologies de récepteurs de centrales à tour [14] [17]
Tableau 1-4 : Avantages et inconvénients des techniques destructives ou non
Tableau 2-1 : Choix des paramètres pour les mesures ultrasonores en barre longue
Tableau 2-2 : Propriétés du SiC et de l'Inconel 625 (*donnée fabricant, rupture en flexion 4 points [3] [10]) 45
Tableau 2-3 : Paramètres temporels des matériaux étudiés
Tableau 2-4 : Paramètres expérimentaux optimaux
Tableau 3-1 : Définition des indicateurs du comportement thermomécanique des matériaux
*uniquement pour l'Inconel 625
Tableau 3-2 : Plan de cyclage réalisé : Photos des échantillons de SiC 80
Tableau 3-3 : Récapitulatif des conditions de cyclage des échantillons de SiC. Comparaison des
prévisions numériques et des résultats expérimentaux
Tableau 3-4 : Plan de cyclage réalisé : Photos des échantillons d'Inconel 625 82
Tableau 3-5 : Récapitulatif des conditions de cyclage des échantillons d'Inconel 625. Confrontation
des prévisions numériques et des résultats expérimentaux
Tableau 4-1 : Paramètres des salves émises par un guide d'alumine lors d'un essai en température 93
Tableau 4-2 : Indices de qualité des populations pour 2, 3 ou 4 populations formés des salves émises
nar le SiC
Tableau 4-3 : Valeurs movennes des paramètres des salves émises lors du refroidissement du SiC95
Tableau 4-4 : Indices de qualité pour 2. 3. 4 ou 5 populations formées des salves émises par l'Inconel
625
Tableau 4-5 : Valeurs movennes et écarts-type des paramètres des salves émises lors du
refroidissement de l'Inconel 625
Tableau 4-6 : Indices de gualité des populations pour 2, 3 ou 4 populations formées des salves émises
par l'Inconel 625
Tableau 4-7 : Valeurs moyennes des paramètres des salves émises lors de l'essai de flexion de l'Inconel
625
Tableau 4-8 : Essais in-situ du SiC - Indices de qualité des populations formées par une méthode
supervisee
Tableau 4-9 : Essais in-situ du SiC - Indices de qualité des populations formés par une méthode non supervisée
Tableau 4-10 : Essais in-situ de l'Inconel 625 Indices de qualité des populations formées par une
méthode supervisée
Tableau 5-1 : Avantages et limitations des techniques de Suivi des marqueurs et Corrélation d'image
Tableau 5-2 : Paramètres de nuisance spécifiques à l'expérimentation au foyer du four solaire et
solutions proposées

Annexe 1 REALISATION D'UN TRANSDUCTEUR POUR ECHOGRAPHIE ULTRASONORE A HAUTE TEMPERATURE

L'élément principal de la méthode d'échographie ultrasonore est le transducteur, qui transforme une énergie électrique en énergie acoustique et inversement. Celui-ci se compose d'un matériau ayant des propriétés de magnétostriction, d'aimants créant un champ permanent de polarisation et d'une bobine d'excitation magnétique périodique. Il doit permettre d'obtenir des échos propres, monopulsés et de grande amplitude, afin de suivre l'évolution d'un échantillon en fonction de la température.



Figure A-3 : Vue 3D du tranducteur

Le transducteur fabriqué permet de travailler à 130 kHz. Tous les éléments de conception ont été optimisés lors de travaux précédents au laboratoire SPCTS.

A LA MAGNETOSTRICTION

Un matériau magnétostrictif placé dans un champ magnétique se dilate. Les domaines magnétiques orientés au hasard dans l'état naturel tendent à s'aligner sous l'effet de ce champ, et il faut polariser le matériau pour obtenir une réponse quasiment linéaire. Ceci peut-être fait soit en plaçant un aimant permanent dans le transducteur, soit en produisant le champ polarisant avec un courant continu.

Un transducteur acoustique consiste essentiellement en une bobine dont le noyau, en matériau magnétostrictif, résonne mécaniquement à la fréquence de fonctionnement. Un champ magnétique constant Ho est appliqué pour polariser ce matériau et un champ alternatif excite le matériau autour de la valeur du champ permanent.

Les noyaux magnétostrictifs des transducteurs ont la forme d'un barreau et constituent des résonateurs mécaniques dont la fréquence de résonnance est une fonction de leur longueur et de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans le matériau.

B DIMENSIONS DU BARREAU MAGNETOSTRICTIF ET DE LA BOBINE

Pour qu'il n'y ait pas d'écho entre le barreau et la tige d'alumine, il est important de bien adapter le couplage entre les deux éléments. Pour avoir un maximum de transmission et une minimisation des échos parasites à l'interface, il faut un coefficient de réflexion R≈0 au contact entre le transducteur et le guide d'alumine :
$$R_{transducteur/alumine} = \frac{Z_{alumine} - Z_{transducteur}}{Z_{alumine} + Z_{transducteur}}$$

Avec Z les impédances acoustiques de chacun des matériaux telles que :

$$Z = \rho \times v \times S$$

Il est possible pour des impédances proches d'adapter le couplage en jouant sur les surfaces. Pour travailler à des fréquences inférieures ou égales à 130 kHz, le nickel est un matériau magnétostrictif adapté (v_{nickel} = 4850 m.s⁻¹ et ρ_{nickel} = 8966 kg.m⁻³). Le guide d'onde en alumine ($v_{alumine}$ = 9864 m.s⁻¹ et $\rho_{alumine}$ = 3873 kg.m⁻³) ayant un diamètre de 5 mm, un perçage de 0,2 mm est réalisé au centre du barreau d'alumine.

La longueur du barreau de nickel doit avoir une longueur Ln telle que :

$$L_n = \frac{\lambda}{2} = \frac{v_{nickel}}{2 \times f} = 18,65 mm$$

La longueur de la bobine doit permettre d'exciter toute la longueur du barreau magnétostrictif en nickel, et pour cela il a été expérimentalement constaté qu'elle doit être deux fois plus petite soit 9,33 mm. La plus grande amplitude possible du signal est obtenue pour un enroulement de quatre couches de fil de cuivre de 0,2 mm de diamètre.

Pour créer le champ permanent H₀ nécessaire à l'orientation des domaines magnétiques, des aimants néodymes sont utilisés.



Il s'agit d'anneaux de 25,5 mm de diamètre extérieur, 20,3 mm de diamètre intérieur et 6 mm d'épaisseur. Au contact de cet aimant, il y a un champ de 150 mT, alors qu'au centre il n'y a plus que 50mT. Afin de moduler le champ, il est possible de réaliser un empilement de ces aimants. Le champ formé doit être le plus uniforme possible sur toute la longueur du matériau magnétostrictif. L'utilisation de cales en téflon permet d'aplanir ce champ en minimisant les effets de bord, comme cela a été simulé (Figure A-2.A). Une fois l'empilement réalisé, le champ est mesuré au moyen d'un fluxmètre (Figure A-2.B).

Le champ ainsi obtenu peut être abaissé en introduisant des barreaux d'acier dans des barillets placés à l'intérieur de l'empilement d'aimants. Ces barreaux permettent également de diminuer les effets de bord. Pour atteindre la fréquence souhaitée, seuls deux barreaux sont nécessaires.

A FICHIER PYTHON

Le fichier Python est le fichier exécutant la simulation. Il a été bâti à partir d'une géométrie et d'un maillage réalisés sous SALOME grâce à la fonction « dump python », puis complété. Il fait appel à un fichier de commande décrivant les calculs de la modélisation, présenté au paragraphe suivant. Il génère un fichier « export » contenant l'ensemble des résultats.

Le même fichier est utilisé pour l'étude paramétrique du comportement des échantillons en fonction de ses dimensions : la dimension à modifier est simplement remplacée par une variable.

```
import sys
import salome
from math import *
salome.salome init()
theStudy = salome.myStudy
import salome notebook
notebook = salome notebook.NoteBook(theStudy)
sys.path.insert( 0, r'/home/yasmine/Bureau/test-aster/TM-transit')
# VARIABLES------
WORKING DIR = '/home/yasmine/Bureau/test-aster/TM-transit/'
MESH M ='Mesh M.med'
MESH T ='Mesh T.med'
COMM FILE ='SiC-TM.comm'
RESULT FILE = 'SiC 100-4 '
FLUX = '0 - 1500 120'
EP = 0.004
RAY = 0.05
X = RAY \cos (pi/6)
Y = -RAY * sin(pi/3)
IRR = 0.02
z PT1 = EP/3
z PT2 = 2 * EP/3
TMth = 0.003 #taille des mailles pour le maillage thermique
TMmec = 0.003 #taille des mailles pour le maillage mécanique
import GEOM
from salome.geom import geomBuilder
import math
import SALOMEDS
```

```
#Repère
O = geompy.MakeVertex(0, 0, 0)
OX = geompy.MakeVectorDXDYDZ(1, 0, 0)
OY = geompy.MakeVectorDXDYDZ(0, 1, 0)
OZ = geompy.MakeVectorDXDYDZ(0, 0, 1)
#Cylindre de base
Disk 0 = \text{geompy.MakeDiskR}(RAY, 1)
Extrusion 1 = geompy.MakePrismVecH(Disk 0, OZ, EP)
#Carré irradié
geomObj 1 = geompy.GetSubShape(Extrusion 1, [12])
Disk irr = geompy.MakeFaceObjHW(geomObj 1, IRR, IRR)
#Points de fixation
geomObj 2 = geompy.GetSubShape(Disk 0, [3])
Vertex_xy = geompy.MakeVertex(0, 0, 0)
Vertex zx = geompy.MakeVertex(0, RAY, 0)
Vertex z1 = geompy.MakeVertexOnCurveByCoord(geomObj 2, 0.086603, -
RAY, 0)
Vertex z2 = geompy.MakeVertexOnCurveByCoord(geomObj 2, -0.086603, -
RAY, 0)
#Disques de séparation de l'épaisseur (pour maillage)
PT 1 = geompy.MakeVertex(0, 0, z PT1)
PT 2 = geompy.MakeVertex(0, 0, z PT2)
Disk 2 = geompy.MakeDiskPntVecR(PT 2, OZ, RAY)
Disk_1 = geompy.MakeDiskPntVecR(PT 1, OZ, RAY)
#Partition du cylindre (pour maillage)
Partition T = geompy.MakePartition([Extrusion 1], [Disk irr, Vertex xy,
Vertex zx, Vertex z1, Disk 2, Disk 1, Vertex z2], [], [],
geompy.ShapeType["SOLID"], 0, [], 0)
[Back,Face 2,geomObj 3,Face 4,geomObj 4,geomObj 5,Irradiee,Face 8] =
geompy.ExtractShapes(Partition T, geompy.ShapeType["FACE"], True)
[geomObj_6,geomObj_7,geomObj_8,geomObj_9,PT_z2,geomObj_10,geomObj_11,PT
_xy,PT_zx,geomObj_12,geomObj_13,PT_z1] =
geompy.ExtractShapes(Partition_T, geompy.ShapeType["VERTEX"], True)
#Définition des groupes
Front = geompy.CreateGroup(Partition T, geompy.ShapeType["FACE"])
geompy.UnionIDs(Front, [43, 38])
Side = geompy.CreateGroup(Partition T, geompy.ShapeType["FACE"])
geompy.UnionIDs(Side, [4, 24, 33])
EXT = geompy.CreateGroup(Partition T, geompy.ShapeType["FACE"])
geompy.UnionIDs(EXT, [17, 43, 38, 4, 24, 33])
geompy.DifferenceIDs(EXT, [17, 38, 4, 24, 33])
geompy.UnionIDs(EXT, [17, 38, 4, 24, 33, 49])
geompy.DifferenceIDs(Front, [38])
geompy.UnionIDs(Front, [38, 49])
#Ajout à l'étude
geompy.addToStudy( 0, '0' )
geompy.addToStudy( OX, 'OX' )
geompy.addToStudy( OY, 'OY' )
geompy.addToStudy( OZ, 'OZ' )
geompy.addToStudy( Disk 0, 'Disk 0' )
```

```
geompy.addToStudy( Extrusion 1, 'Extrusion 1' )
geompy.addToStudy( Disk_irr, 'Disk_irr' )
geompy.addToStudy( Vertex_xy, 'Vertex_xy' )
geompy.addToStudy( Vertex_zx, 'Vertex_zx' )
geompy.addToStudy( Vertex_z1, 'Vertex_z1' )
geompy.addToStudy( Vertex z2, 'Vertex z2' )
geompy.addToStudy( PT 1, 'PT 1')
geompy.addToStudy( PT 2, 'PT 2' )
geompy.addToStudy( Disk_2, 'Disk 2' )
geompy.addToStudy( Disk_1, 'Disk_1')
geompy.addToStudy( Partition T, 'Partition T' )
geompy.addToStudyInFather( Partition_T, Back, 'Back' )
geompy.addToStudyInFather( Partition T, Face 2, 'Face 2' )
geompy.addToStudyInFather( Partition T, Face 4, 'Face 4' )
geompy.addToStudyInFather( Partition T, Irradiee, 'Irradiee' )
geompy.addToStudyInFather( Partition T, Face 8, 'Face 8')
geompy.addToStudyInFather( Partition_T, PT_z2, 'PT z2')
geompy.addToStudyInFather( Partition T, PT xy, 'PT xy' )
geompy.addToStudyInFather(Partition_T, PT_zx, 'PT_zx')
geompy.addToStudyInFather( Partition_T, PT_z1, 'PT_z1')
geompy.addToStudyInFather( Partition_T, Front, 'Front' )
geompy.addToStudyInFather( Partition T, Side, 'Side' )
geompy.addToStudyInFather( Partition T, EXT, 'EXT' )
print "Geom ok"
import SMESH, SALOMEDS
from salome.smesh import smeshBuilder
smesh = smeshBuilder.New(theStudy)
#Définition des hypothèses
NETGEN 3D Parameters T = smesh.CreateHypothesis('NETGEN_Parameters',
'NETGENEngine')
NETGEN 3D Parameters T.SetSecondOrder( 0 )
NETGEN 3D Parameters T.SetOptimize(1)
NETGEN_3D_Parameters_T.SetFineness( 4 )
NETGEN 3D Parameters T.SetUseSurfaceCurvature(1)
NETGEN 3D Parameters T.SetFuseEdges(1)
NETGEN_3D_Parameters_T.SetQuadAllowed( 0 )
NETGEN 3D Parameters M = smesh.CreateHypothesis('NETGEN Parameters',
'NETGENEngine')
NETGEN 3D Parameters M.SetSecondOrder( 0 )
NETGEN 3D Parameters M.SetOptimize(1)
NETGEN 3D Parameters M.SetFineness( 4 )
NETGEN 3D Parameters M.SetUseSurfaceCurvature(1)
NETGEN 3D Parameters M.SetFuseEdges(1)
NETGEN 3D Parameters M.SetQuadAllowed( 0 )
#Définition des tailles de maille
NETGEN_3D_Parameters_T.SetMaxSize( TMth )
NETGEN 3D Parameters T.SetMinSize( TMth )
NETGEN 3D Parameters M.SetMaxSize( TMmec )
NETGEN 3D Parameters M.SetMinSize( TMmec )
```

```
#Création du maillage
Mesh T = smesh.Mesh(Partition T)
status = Mesh T.AddHypothesis(NETGEN 3D Parameters T)
Mesh M = smesh.Mesh(Partition T)
status = Mesh M.AddHypothesis(NETGEN 3D Parameters M)
#Définition des groupes
Back 1 = Mesh T.GroupOnGeom(Back, 'Back', SMESH.FACE)
Irradiee 1 = Mesh T.GroupOnGeom(Irradiee,'Irradiee',SMESH.FACE)
Front 1 = Mesh T.GroupOnGeom(Front, 'Front', SMESH.FACE)
Side 1 = Mesh T.GroupOnGeom(Side, 'Side', SMESH.FACE)
EXT 1 = Mesh T.GroupOnGeom(EXT, 'EXT', SMESH.FACE)
PT z1 1 = Mesh T.GroupOnGeom(PT z1, 'PT z1', SMESH.NODE)
PT xy 1 = Mesh T.GroupOnGeom(PT xy, 'PT xy', SMESH.NODE)
PT zx 1 = Mesh T.GroupOnGeom(PT zx, 'PT zx', SMESH.NODE)
PT_z2_1 = Mesh_T.GroupOnGeom(PT z2, 'PT z2', SMESH.NODE)
Back 1 = Mesh M.GroupOnGeom(Back, 'Back', SMESH.FACE)
Front 1 = Mesh M.GroupOnGeom(Front, 'Front', SMESH.FACE)
Side 1 = Mesh M.GroupOnGeom(Side, 'Side', SMESH.FACE)
EXT 1 = Mesh M.GroupOnGeom(EXT, 'EXT', SMESH.FACE)
PT z1 1 = Mesh M.GroupOnGeom(PT z1, 'PT z1', SMESH.NODE)
PT xy 1 = Mesh M.GroupOnGeom(PT xy, 'PT xy', SMESH.NODE)
PT zx 1 = Mesh M.GroupOnGeom(PT zx, 'PT zx', SMESH.NODE)
PT z2 1 = Mesh M.GroupOnGeom(PT z2, 'PT z2', SMESH.NODE)
#Compute
NETGEN 2D3D = Mesh T.Tetrahedron(algo=smeshBuilder.NETGEN 1D2D3D)
status = Mesh M.AddHypothesis(NETGEN 2D3D)
isDone = Mesh T.Compute()
[Back 1, Irradiee 1, Front 1, Side 1, EXT 1, PT z1 1, PT xy 1, PT zx 1,
PT z2 1 ] = Mesh T.GetGroups()
isDone = Mesh M.Compute()
Mesh M.ConvertToQuadratic(1)
[ Back_2, Front_2, Side_2, EXT_2, PT_z1_2, PT_xy_2, PT_zx_2, PT_z2_2 ]
= Mesh M.GetGroups()
#Export du maillage
Mesh T.ExportMED( r'/home/yasmine/Bureau/test-aster/TM-
transit/Mesh T.med', 0, SMESH.MED V2 2, 1, None ,1)
Mesh M.ExportMED(r'/home/yasmine/Bureau/test-aster/TM-
transit/Mesh_M.med', 0, SMESH.MED_V2_2, 1, None ,1)
## Set names of Mesh objects
smesh.SetName(Mesh T, 'Mesh T')
smesh.SetName(NETGEN 3D Parameters T, 'NETGEN 3D Parameters T')
smesh.SetName(Mesh_T, 'Mesh_M')
smesh.SetName(NETGEN 3D Parameters M, 'NETGEN 3D Parameters M')
smesh.SetName(Irradiee 1, 'Irradiee')
smesh.SetName(Front_1, 'Front')
smesh.SetName(Back_1, 'Back')
smesh.SetName(Side_1, 'Side')
smesh.SetName(EXT 1, 'EXT')
smesh.SetName(PT z1 1, 'PT z1')
```

```
smesh.SetName(PT_xy_1, 'PT xy')
smesh.SetName(PT_zx_1, 'PT_zx')
smesh.SetName(PT_z2_1, 'PT_z2')
smesh.SetName(Mesh M.GetMesh(), 'Mesh M')
smesh.SetName(Mesh T.GetMesh(), 'Mesh T')
if salome.sg.hasDesktop():
     salome.sg.updateObjBrowser(1)
print "Mesh ok"
import os
exportfile = os.path.join(WORKING DIR, 'study.export')
print exportfile
e = open(exportfile, 'w')
e.write('P actions make etude\n')
e.write('P aster root /home/yasmine/bin/salome-
meca/V2014 2/tools/Code aster frontend 20142\n')
e.write('P consbtc oui\n')
e.write('P debug nodebug\n')
e.write('P yasmine-VirtualBox:0\n')
e.write('P follow output yes\n')
e.write('P mclient yasmine-VirtualBox\n')
e.write('P memjob 262144.0\n')
e.write('P mode interactif\n')
e.write('P ncpus 1\n')
e.write('P nomjob linear-thermic\n')
e.write('P origine salomemeca asrun 1.10.0\n')
e.write('P protocol copyfrom asrun.plugins.server.SCPServer\n')
e.write('P protocol copyto asrun.plugins.server.SCPServer\n')
e.write('P protocol_exec asrun.plugins.server.SSHServer\n')
e.write('P proxy dir /tmp\n')
e.write('P rep trav /tmp/yasmine-aster.8158\n')
e.write('P serveur localhost\n')
e.write('P soumbtc oui\n')
e.write('P tpsjob 60\n')
e.write('P uclient yasmine\n')
e.write('P username yasmine\n')
e.write('P version stable\n')
e.write('A memjeveux 64.0\n')
e.write('A tpmax 2000\n')
e.write('F mmed ' + WORKING DIR + MESH M + ' D 20\n')
e.write('F mmed ' + WORKING_DIR + MESH_T + ' D 21\n')
e.write('F comm ' + WORKING DIR + COMM FILE + ' D 1\n')
e.write('F mmed '+ WORKING DIR + RESULT FILE + FLUX + '.rmed R 80\n')
e.write('F mess '+ WORKING DIR + '/Mess.mess R 6\n')
e.write('F mmed '+ WORKING_DIR + RESULT_FILE + FLUX + '.resu R 8\n')
e.close()
```

```
from subprocess import Popen
aster_run = Popen('as_run ' + exportfile , shell='TRUE')
aster_run.wait()
print "Aster ok"
```

B FICHIER COMMANDE (EX. DE L'INCONEL 625)

import sys, csv from math import pow,e

```
DEBUT();
# Maillage thermique
MESH T=LIRE MAILLAGE (FORMAT='MED',
                UNITE=21);
MESH T=MODI MAILLAGE (reuse=MESH T,
  MAILLAGE=MESH T,
ORIE PEAU 3D= F(GROUP MA=('EXT', 'Front', 'Side', 'Irradiee', 'Back'),),);
# Maillage mécanique
MESH M=LIRE MAILLAGE (FORMAT='MED',
                UNITE=20);
MESH M=MODI MAILLAGE (reuse=MESH M,
            MAILLAGE=MESH M,
ORIE PEAU 3D= F(GROUP MA=('EXT','Side','Front','Back'),),);
# DEFINITION DU MODELE------
# Modèle thermique
MODEL TH=AFFE MODELE (MAILLAGE=MESH T,
                AFFE= F(TOUT='OUI',
                       PHENOMENE='THERMIQUE',
                       MODELISATION='3D',),);
# Modèle mécanique
MODEL M=AFFE MODELE (MAILLAGE=MESH M,
                AFFE= F(TOUT='OUI',
                       PHENOMENE='MECANIOUE',
                       MODELISATION='3D',),);
# DEFINITION DES PROPRIETES CONSTANTES-----
ABS=0.8
nu=DEFI CONSTANTE(VALE=0.33);
# DEFINITION DES PROPRIETES VARIABLES------
LTEMP=DEFI LIST REEL(DEBUT=20,
                  INTERVALLE=( F(JUSQU A = 1300, NOMBRE =
1280,),),);
# Conductivité
CONDT=FORMULE(NOM PARA='TEMP', VALE='0.01561*TEMP+9.2316',),
CONDUC=CALC FONC INTERP(FONCTION=CONDT,
                 NOM PARA='TEMP',
                 LIST PARA=LTEMP,
                 PROL DROITE='CONSTANT', PROL GAUCHE='CONSTANT',
                 INTERPOL='LIN'),
```

Cp (pour RHO=8440kg/m3) CPT=FORMULE(NOM PARA='TEMP', VALE='2060.3*TEMP+3420185',), CP=CALC_FONC INTERP(FONCTION=CPT, NOM PARA='TEMP', LIST PARA=LTEMP, PROL DROITE='CONSTANT', PROL GAUCHE='CONSTANT', INTERPOL='LIN'), # Module d'Young YoungT=FORMULE (NOM PARA='TEMP', VALE='(-35530*TEMP*TEMP)-(2.99*pow(10,7)*TEMP)+(1.988*pow(10,11))',), Young=CALC FONC INTERP(FONCTION=YoungT, NOM PARA='TEMP', LIST PARA=LTEMP, PROL DROITE='CONSTANT', PROL GAUCHE='CONSTANT', INTERPOL='LIN'), EplT=FORMULE (NOM PARA='TEMP', VALE='(-2.028*pow(10,-7)) *pow(TEMP, 6) + (7.83*pow(10, -4)) *pow(TEMP, 5) -1.126*pow(TEMP, 4)+744.68*pow(TEMP, 3)-(2.313*pow(10,5))*pow(TEMP,2)+(3.06*pow(10,7))*TEMP+(1.418*pow(10,9))',), Epl=CALC FONC INTERP(FONCTION=EplT, NOM PARA='TEMP', LIST PARA=LTEMP, PROL DROITE='CONSTANT', PROL GAUCHE='CONSTANT', INTERPOL='LIN'), ReT=FORMULE (NOM PARA='TEMP', VALE='(2.937*pow(10,-6))*pow(TEMP,5)-(7.528*pow(10,-3))*pow(TEMP,4)+5.645*pow(TEMP,3)-(1.038*pow(10,3))*pow(TEMP,2)-(3.222*pow(10,5))*TEMP+(5.016*pow(10,8))',), Re=CALC FONC INTERP(FONCTION=ReT, NOM PARA='TEMP', LIST PARA=LTEMP, PROL DROITE='CONSTANT', PROL GAUCHE='CONSTANT', INTERPOL='LIN'), *# Coefficient de dilatation* DilT=FORMULE(NOM PARA='TEMP', VALE='(4.2033*pow(10,-12))*pow(TEMP,2)-(7.9630*pow(10,-10))*TEMP+pow(12.883,-5)',), Dil=CALC_FONC INTERP(FONCTION=DilT, NOM PARA='TEMP', LIST PARA=LTEMP, PROL DROITE='CONSTANT', PROL GAUCHE='CONSTANT', INTERPOL='LIN'), # DEFINITION DU MATERIAU------MATER=DEFI MATERIAU (THER NL= F (LAMBDA=CONDUC, RHO CP = CP), ELAS FO= F(E = Young)NU = nu, ALPHA = Dil,TEMP DEF ALPHA=20.0, RHO=8440,), ECRO LINE FO= F(D SIGM EPSI=Epl, SY=Re),); #CYCLAGE THERMIQUE------PERIODE = 120AMPLITUDE = ABS*750000MOYENNE = ABS*750000

LTMPS=DEFI LIST REEL(DEBUT=0.E0, INTERVALLE=($F(JUSQU \ A = 0.001, NOMBRE = 3)$, F(JUSQU A = 0.01, NOMBRE = 3),F(JUSQU A = 0.02, NOMBRE = 2),F(JUSQU A = 0.1, NOMBRE = 3), $\begin{bmatrix} F(JUSQU | A = 1, NOMBRE = 3), \\ F(JUSQU | A = 2, NOMBRE = 1), \end{bmatrix}$ F(JUSQU A = 240, NOMBRE = (240-2)/4),),INFO=2,);LTMPS M=DEFI LIST REEL(DEBUT=2.0, INTERVALLE=(F(JUSQU A = 4, NOMBRE = 2), F(JUSQU A = 240, NOMBRE = (240 - 4)/4),),);LIRR=DEFI LIST REEL(DEBUT=0.E0, INTERVALLE= (F (JUSQU A = 240, NOMBRE = 240,),), INFO=2,);L UN=DEFI LIST REEL(DEBUT=0, INTERVALLE=(F(JUSQU A = 0.001, NOMBRE = 1), $\begin{bmatrix} F & JUSQU \\ A &= 0.01, \\ VOMBRE &= 1 \end{bmatrix},$ $\begin{bmatrix} F & JUSQU \\ A &= 0.02, \\ VOMBRE &= 1 \end{bmatrix},$ $_{F}(JUSQU_{A} = 2, NOMBRE = 1),),);$ # THERMIQUE------# Affectation du matériau sur le maillage (thermique) CHMAT TH=AFFE MATERIAU (MAILLAGE=MESH T, AFFE= F(TOUT='OUI', MATER=MATER,),); *# Définition des conditions aux limites thermiques* CLIM TH=AFFE CHAR THER (MODELE=MODEL TH, ECHANGE= (F (GROUP MA='Front', COEF H=25.0, TEMP EXT=10,), _F(GROUP MA='Side', COEF H=25.0, TEMP EXT=10,), F(GROUP MA='Back', COEF H=25.0, TEMP EXT=10,),), RAYONNEMENT=(F(GROUP MA='Front', SIGMA=0.000000567, EPSILON=ABS, TEMP EXT=10,), F(GROUP MA='Side', SIGMA=0.000000567, EPSILON=ABS, TEMP EXT=10,), F(GROUP MA='Back', SIGMA=0.000000567, EPSILON=ABS, TEMP EXT=10,),),);

Définition et affectation du chargement thermique #Formule sinus #SINUS=FORMULE (NOM PARA='INST', VALE='ABS* (MOYENNE+AMPLITUDE*sin(INST*2*pi/PERIODE))',) #SOL=CALC FONC INTERP(FONCTION=SINUS, LIST PARA=LTMPS, NOM PARA= "INST",), #Formule créneau CREN=FORMULE (NOM PARA='INST', VALE='MOYENNE+AMPLITUDE*pow(-1, int(2*INST/PERIODE))',), SOL=CALC FONC INTERP(FONCTION=CREN, LIST PARA=LIRR, NOM_PARA='INST',), #Formule plateau #PLAT=FORMULE(NOM PARA='INST', VALE='MOYENNE+INST*0.',), #SOL=CALC FONC INTERP(FONCTION=PLAT, LIST PARA=LIRR, NOM PARA='INST',), #Récupération des valeurs T SOL=CREA TABLE (FONCTION= F (FONCTION=SOL),); IMPR TABLE (TABLE=T SOL); #Chargement : Flux cyclique LOAD TH=AFFE CHAR THER F(MODELE=MODEL TH, FLUX REP=(F(GROUP MA='Irradiee', FLUN=SOL,),),); # Calcul du champ de température TEMP=THER NON LINE (MODELE=MODEL TH, CHAM_MATER=CHMAT TH, EXCIT=(F(CHARGE=CLIM TH,), F(CHARGE=LOAD TH,), ETAT INIT= F(VALE=20.0,), INCREMENT= F(LIST INST=LTMPS), CONVERGENCE= F(RESI GLOB RELA=1.E-5,), PARM THETA=0.57,); proj0 = PROJ CHAMP (RESULTAT=TEMP, MODELE 1=MODEL TH, MODELE 2=MODEL M, NOM CHAM='TEMP', LIST INST=L UN); proj = PROJ CHAMP (RESULTAT=TEMP, MODELE 1=MODEL TH, MODELE 2=MODEL M, NOM CHAM='TEMP', LIST INST=LTMPS M,); # Affectation du matériau sur le maillage (mécanique CHMAT MO=AFFE MATERIAU (MAILLAGE=MESH M, AFFE= F(TOUT='OUI', MATER=MATER,), AFFE VARC = F(TOUT='OUI', NOM VARC='TEMP', EVOL=proj0, VALE REF=20.0,)); CHMAT_M = AFFE_MATERIAU (MAILLAGE=MESH M, AFFE= F(TOUT='OUI', MATER=MATER,), AFFE VARC = F(TOUT='OUI', NOM VARC='TEMP', EVOL=proj, VALE REF=20.0,));

Définition et affectation du chargement mécanique CLIM M2 = AFFE CHAR MECA(MODELE=MODEL M, DDL IMPO=(F(GROUP NO='PT xy', DX=0.0, DY=0.0,), F(GROUP NO='PT z1', DZ=0.0,), F(GROUP NO='PT z2', DZ=0.0,), F(GROUP NO='PT zx', DX=0.0, DZ=0.0,),),); *# Calcul des déplacements* DEF0 = STAT NON LINE (CHAM MATER=CHMAT MO, MODELE=MODEL M, EXCIT= F(CHARGE=CLIM M2, TYPE CHARGE='FIXE CSTE',), INCREMENT= F(LIST INST=L UN, PRECISION=1.E-05,), CONVERGENCE= F (ARRET='OUI', ITER GLOB ELAS=25, RESI GLOB RELA=1.E-05, ITER GLOB MAXI=10,), COMP ELAS= F(RELATION='ELAS',), NEWTON= F(REAC INCR=1, MATRICE='TANGENTE', REAC ITER=0, REAC ITER ELAS=0,), METHODE='NEWTON', ARCHIVAGE= F(PRECISION=1.E-05, CRITERE='RELATIF',),); DEF1=CREA CHAMP(TYPE CHAM='NOEU DEPL R', OPERATION='EXTR', RESULTAT=DEF0, NOM CHAM='DEPL', INST=2,);CUT INST=DEFI LIST INST (DEFI LIST= F(METHODE='MANUEL', LIST INST=LTMPS M,)); DEF=DYNA NON LINE (MODELE=MODEL M, CHAM MATER=CHMAT M, EXCIT=(F(CHARGE=CLIM M2),), COMP INCR= F(RELATION='VMIS ISOT LINE',), ETAT INIT= F(DEPL=DEF1, INST=2, CRITERE='RELATIF',), INCREMENT= F(LIST INST=CUT INST,), SCHEMA TEMPS= F(SCHEMA='NEWMARK', FORMULATION='DEPLACEMENT'), NEWTON= F(REAC INCR=1, MATRICE='TANGENTE', REAC ITER=1, REAC ITER_ELAS=1,), METHODE='NEWTON', CONVERGENCE= F (ARRET='OUI', RESI GLOB RELA=1.E-05, ITER GLOB MAXI=5, ITER GLOB ELAS=25,),);

Calcul des déformations DEF=CALC CHAMP(reuse=DEF, LIST INST=LTMPS M, RESULTAT=DEF, PRECISION=1.E-04, DEFORMATION=('EPSI NOEU', 'EPME NOEU'), CONTRAINTE=('SIGM NOEU'), CRITERES=('SIEQ NOEU', 'EPEQ NOEU', 'EPMQ NOEU'), ENERGIE=('ENEL NOEU'),); # IMPRESSION DES RESULTATS-----IMPR RESU(FORMAT='MED', RESU= F(RESULTAT=TEMP,),); IMPR RESU(FORMAT='MED', RESU= F(RESULTAT=DEF, NOM CHAM=('EPEQ NOEU','SIEQ NOEU','EPSI NOEU','EPSP NOEU','EPME NOEU',' ENEL NOEU'))); *#Impression des résultats thermiques* T 1=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=TEMP, NOM CHAM='TEMP', LIST INST=LTMPS, NOM CMP='TEMP', NOEUD='N3371',)); IMPR TABLE(TABLE=T 1); T 2=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=TEMP, NOM CHAM='TEMP', LIST INST=LTMPS, NOM CMP='TEMP', NOEUD='N449',)); IMPR TABLE(TABLE=T 2); T 3=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=TEMP, NOM CHAM='TEMP', LIST INST=LTMPS, NOM CMP='TEMP', NOEUD='N397',)); IMPR TABLE(TABLE=T 3); T 4=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=TEMP, NOM CHAM='TEMP', LIST INST=LTMPS, NOM CMP='TEMP', NOEUD='N5',)); IMPR TABLE(TABLE=T 4); *#Impression des résultats mécaniques* T DVM=CREA TABLE (RESU= F(RESULTAT=DEF, NOM CHAM='EPEQ NOEU', LIST INST=LTMPS M, NOM CMP='INVA 2', NOEUD='N3371',)); IMPR TABLE (TABLE=T DVM); T SIGMVM=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=DEF, NOM CHAM='EPMO NOEU', LIST INST=LTMPS M, NOM CMP='INVA 2', NOEUD='N3371',)); IMPR TABLE (TABLE=T SIGMVM); T SIGVM=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=DEF, NOM CHAM='SIEQ NOEU', LIST INST=LTMPS M, NOM CMP='VMIS', NOEUD='N3371',)); IMPR TABLE (TABLE=T SIGVM); T ENEL=CREA TABLE (RESU= F (RESULTAT=DEF, NOM CHAM='ENEL NOEU', LIST INST=LTMPS M, NOM CMP='TOTALE', NOEUD='N3371',)); IMPR TABLE (TABLE=T ENEL); FIN();

Annexe 3 DILATATION DE LA STRUCTURE DU DISPOSITIF PHOTOMECANIQUE : FEUILLE DE CALCUL

Disposition des caméras					
Angle de visée	α	35	۰		
Distance caméra-objet	D	402	mm		
Distance caméras	d	253.5	mm		
Objectif	HF12.5SA-1, 12,5 mm				
Н	28.4	28.7	•		
V	21.4	21.7	•		
Fenêtre d'observation X	dX _{objet}	209.4	mm		
Fenêtre d'observation Y	dY _{objet}	160.0	mm		
Dimensions des caméras					
Côté caméra	C _{CAM}	29	mm		
Hauteur caméra	H _{CAM}	42.6	mm		
Hauteur objectif	Н _{ОВЈ}	68.5	mm		
	Y	421.5	mm		
(! 5 mm de prises)	Ls	6.7	mm		
	Z	539.3	mm		
Hauteur support incliné	h	27.7	mm		
Côté support incliné	а	8.7	mm		
Distance caméras fixées	d'	324.4	mm		
	H _{CAM+OBJ}	112.4	mm		
Marge caméras/bord inférieur		20	mm		
Hauteur caméras+obj.	H' _{CAM+OBJ}	132.4	mm		
h avec marge	h'	47.7	mm		

Structure à Tamb				
Enaisseur nlatine 1	Po1	7.5	mm	
Ergots d'accroche	er_1	13	mm	
Englisseur nlatine 2	e.pi	12	mm	
Diamètre platine 2	ο _{p2}	200	mm	
Largeur platine 2	D p2	19.5	mm	
Hauteur	Нтот	509.4	mm	
Marae caméras/bord latéral	101		mm	
Diagonale plateau	d"	324.4	mm	
Côté plateau	С	229.4	mm	
Longueur des tubes (+attache	L	522.3	mm	
Angle tube/diagonale	v	77.2	•	
Hauteur structure + platines	$H_{TOT} + e_{p2} + er_{p1}$	534.4	mm	
Cho	ix des matériaux			
Base	Quartz	0.54	x10 ⁻⁶	
Tubes	Quartz	0.54	x10 ⁻⁶	
Platine 1	Acier Inoxydable	17.0	x10 ⁻⁶	
Platine 2	Acier Inoxydable	17.0	x10 ⁻⁶	
Support incliné caméras	Acier Inoxydable	17.0	x10 ⁻⁶	
Dilatation				
Pour une hausse de :	T1	50	°C haut	
	T2	5	°C bas	
Diamètre platine 2	D _{p2}	200.02	mm	
Côté plateau	C	229.35	mm	
Longueur des tubes	L	522.33	mm	
Epaisseur platine 1	e _{p1}	7.51	mm	
Epaisseur platine 2	e _{p2}	12.010	mm	
Ergots d'accroche	er _{p1}	13.011	mm	
Hauteur	H _{TOT}	509.38	mm	
Soit une différence	Soit une différence de :		μm	
Hauteur structure + platines H _{TOT} + e _{p1&2}		534.40	mm	
Soit une différence de :		37.3	μm	
Diagonale plateau	d"	324.36	mm	
Soit une différence de :		0.9	μm	
Distance caméras fixées	d'	324.4	mm	
Soit une différence de :		0.9	μm	



Les travaux présentés dans cette thèse s'inscrivent dans une problématique globale de recherche de solutions pour une production d'énergie compétitive, décarbonée, et à faible impact sur les ressources, telle que la production d'électricité par voie solaire. Parmi les technologies disponibles, les centrales solaires à concentration ponctuelle permettent d'atteindre les meilleurs rendements. Le développement commercial est actuellement orienté vers les tours à récepteurs tubulaires ou surfaciques, qui permettent des géométries modulaires et une conception à la complexité maitrisée. L'enjeu majeur consiste à faire fonctionner ces récepteurs à des températures supérieures à 800°C de manière cyclique, ce qui nécessite l'emploi de matériaux à hautes performances ne se dégradant pas avec le temps. Les alliages à base de nickel et les céramiques réfractaires présentent des propriétés adaptées, mais l'évolution de leur endommagement dans ces conditions spécifiques est encore mal connu. Afin d'étudier le comportement de ces matériaux in situ, un dispositif expérimental basé sur la technique d'émission acoustique a été conçu et réalisé. Cette technique permet d'estimer la sévérité, le type, et la position d'un endommagement apparaissant au cours d'essais sous irradiation solaire concentrée. Une méthode de test originale a été élaborée de manière à identifier les conditions d'essai adaptées à une stratégie expérimentale de vieillissement pertinente.

Mots-clefs : solaire concentré, récepteurs, émission acoustique, localisation, endommagement

ABSTRACT

This thesis work fall in with a global concern in finding solutions for a competitive, carbon-free and lowimpact energy production, such as solar power generation. Among the available technologies, solar tower power plants can achieve the best efficiency. Commercial development is currently focused on tubular or surface receivers, as they allow modular geometries and a low-intricacy design. The major challenge is to cyclically operate these receivers at temperatures above 800°C, which involves the use of durable and high performance materials. Nickel-based alloys and refractory ceramics have adequate properties, but their damage evolution under these specific conditions is still poorly understood. An innovative set up based on the acoustic emission technique has been designed and realized with a view to scrutinize these materials in situ behavior. Indeed, acoustic emission enable to estimate the severity, the type, and the position of a damage appearing under concentrated solar irradiation tests. Besides, an original numerical method has been developed to identify the suitable test conditions for relevant experimental aging.

Key words: CSP, receivers, acoustic emission, location, damage evolution