



SFERA-III

Solar Facilities for the European Research Area

In-Situ evaluation of the mechanical health of tower solar receivers using acoustic emission methods

Deliverable D9.1

Estimated delivery date:	July 2022 (M43)
Actual delivery date:	DD.03.2023 (M51)
Lead beneficiary:	CNRS
Person responsible:	GUILLOT Emmanuel
Deliverable type:	<input checked="" type="checkbox"/> R <input type="checkbox"/> DEM <input type="checkbox"/> DEC <input type="checkbox"/> OTHER <input type="checkbox"/> ETHICS <input type="checkbox"/> ORDP
Dissemination level:	<input checked="" type="checkbox"/> PU <input type="checkbox"/> CO <input type="checkbox"/> EU-RES <input type="checkbox"/> EU-CON <input type="checkbox"/> EU-SEC



AUTHORS

Author	Institution	E-mail
Florian BONZOMS	CNRS PROMES	Florian.Bonzoms@promes.cnrs.fr
Valérie CHAUMAT	CEA Liten	Valerie.Chaumat@cea.fr
Thierry CHOTARD	CNRS IRCER	Thierry.Chotard@unilim.fr
Olivier FAUGEROUX	CNRS PROMES	Olivier.faugeroux@promes.cnrs.fr
Emmanuel GUILLOT	CNRS PROMES	Emmanuel.Guillot@promes.cnrs.fr
Stéphane THIL	CNRS PROMES	Stephane.Thil@promes.cnrs.fr

DOCUMENT HISTORY

Version	Date	Change
1.0	2023-03-03	First release

VALIDATION

Reviewers		Validation date
Emmanuel GUILLOT	CNRS PROMES	2023-03-03

DISTRIBUTION LIST

Date	Recipients
DD.03.2023	Project Manager, DMS

Disclaimer

The content of this publication reflects only the author's view and not necessarily those of the European Commission. Furthermore, the Commission is not responsible for any use that may be made of the information this publication contains.

Executive Summary

Materials used in solar receivers are exposed to high stresses, i.e. high temperatures (up to 1000° C in current solar towers, 1400°C for next generations, resp. 350 and 700°C for linear concentrators); high spatial thermal gradients (mainly due to the non-uniform concentrated solar irradiation) and high dynamic thermal gradient (e.g. fast during cloud passing or slow due to the daily cycling from dawn till dusk).

Due to these very severe conditions, the materials degrade over time, their properties change, leading to reduced performances and ultimately leading to the sudden ruin of the associated structure, increasing the cost of operation. Accurate in-situ measurements are required in order to select the materials (development and qualification stages with SFERA-III Research Infrastructures) or improve their lifetime and the optimal operation of a solar plant (commercial stage). However, the health evaluation of solar receivers is typically observed subjectively during downtime at night, or by sampling parts sent for laboratory analysis (MEB, XRD, chemistry...).

Thanks to recent unique advances, it can be envisaged to be determined objectively in-situ using acoustic techniques, as commonly used in infrastructure buildings such as bridges, sky-scrapers, dams or nuclear power plants. A subset of these techniques has been successfully tested and derived for concentrated solar conditions within SFERA-II as worldwide pioneers using a research solar furnace, carrying on much further the SFERA-I developments about accelerated ageing setups and protocols to assess the resistance of receivers. Yet enhancements of this work are required in order to further interpret the observed data into broad degradation mechanisms (delamination, cracks...) which will allow determining the actual remaining margin of the receiver of demonstration or commercial solar plants.

Table of Contents

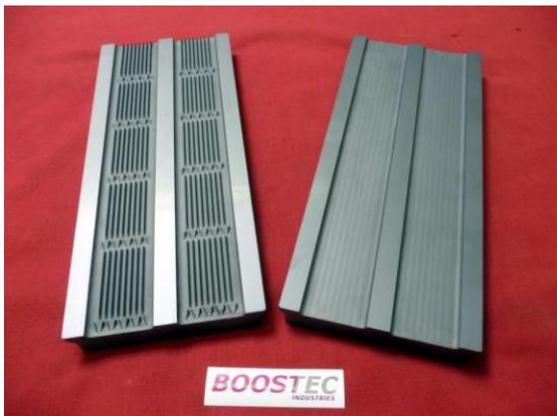
Executive Summary	3
Table of Contents	4
Table of Figures	5
1. Background and objectives	6
2. Improvement of IMPACT	8
2.1. Brazed samples	8
2.2. Laboratory tests: mechanical behaviour at room temperature	10
2.2.1. Four-points bending experimental bench	10
2.2.2. Test procedure	11
2.2.3. Mechanical behaviour analysis	12
2.2.4. Damage Analysis (AE coupling)	13
2.3. Thermomechanical behaviour under concentrated solar energy	17
2.3.1. IMPACT experimental bench	17
2.3.2. Test procedure	18
2.3.3. Thermal analysis	19
2.3.4. Acoustic emission analysis: signal and localisation	20
2.3.5. Damage analysis	22
2.4. Conclusion of IMPACT tests	23
2.4.1. Failure types	23
2.4.2. Failure mechanisms	23
2.4.3. Braze properties comparison	24
3. Transposition of the IMPACT technology at industrial scale on a prototype of a solar receiver	25
3.1. Experimental configuration	25
3.2. Testing results	28
3.2.1. Attenuation measurements	28
3.2.2. Comparison of attenuation measurements	29
3.3. Conclusion	30
4. General conclusion	31
References	32
Annex 1. List of communications	33
Annex 2. PhD thesis F. Bonzoms	34

Table of Figures

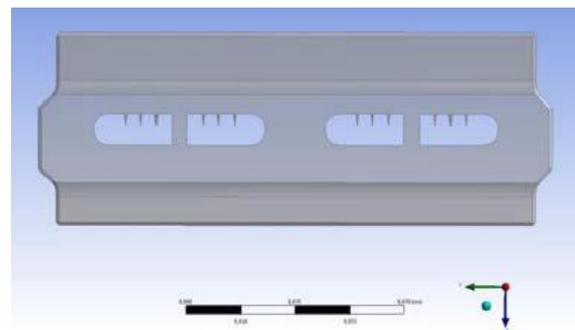
Figure 1: Example of a complex geometry used as solar receiver: SiC multi channels air receiver with riblets and vortex generators: a) shells before assembly, b) tranverse view.....	6
Figure 2: Brazed sample before machining (ϕ 100 mm, h 3,9 mm).....	9
Figure 3: Details of F4P bending setup	11
Figure 4: Apparent Young’s modulus determination	12
Figure 5: location of the failure in the braze (SEM F4P sample CEA 1 100 μ m)	13
Figure 6: Microcracking and progress of microcracking by following cleavage planes	14
Figure 7: Typical signals and FFT associated recorded during F4P test: a: short burst, b: long burst	15
Figure 8: F4P Acoustic emission shape parameters analysis	15
Figure 9: SEM of the different failure type in the braze joint: a: decohesion between phase (particle and matrix), b: microcracking within particles, c: microcracking in the matrix	16
Figure 10: IMPACT test bench: In-situ thermo-Mechanical Probe by aCoustic Tracking. Left: simplified diagram of the installation. Right: test bench in operation	17
Figure 11: IMPACT test bench. Left: top view, without kaleidoscope and with a (broken) sample in the sample holder. Right: top view with kaleidoscope and its coolant system.....	18
Figure 12: IMPACT experiment, realized cycles	18
Figure 13: Temperature difference between the center and the outer edge of the sample at the failure time.....	19
Figure 14: Observation of the “Kaiser effect” and diminution acoustic emission before failure (red line)	20
Figure 15: Burst duration (μ s) vs. Amplitude (dB _{EA}) for two different samples.	21
Figure 16: localised events in a cracked sample.....	22
Figure 17: Failure front, optical microscopy observations	22
Figure 18: Detail of the flexible mounting rig developed for this SiC receiver	25
Figure 19: Location of AE sensors: a-global positioning on SiC receiver, b-detail for specific location.....	26
Figure 20: Attenuation measurement on WD sensors: a) Simulation location versus time, b) Amplitude of events versus time.....	28
Figure 21: Amplitude of events simulation versus time along the overall length of the receiver.....	29
Figure 22: Comparison of simulations.	30

1. Background and objectives

The IMPACT device (**In**-situ thermo-**M**echanical **P**robe by **AC**oustic **T**racking), designed and optimized in the framework of FP7 SFERA-II European Research program (GA 312643, 2014-2017) has demonstrated its efficiency in reliably locating damage occurrence in materials subjected to solar irradiation in laboratory conditions in order to characterise the material behaviour for concentrated solar power applications [1]. Associated to this location, specific statistical treatments of acoustic emission (AE) data, collected during solar irradiation testing, made possible the discrimination of several signal populations (localized events) most likely associated with particular damage mechanisms occurring within the material submitted to severe thermal gradients. The microstructural analysis work to confirm the type of acting mechanisms remains to be done but it is already essential to push forward the investigation at the solar receiver scale in order to better understand the thermomechanical behavior of such real structure and what that entails at the experimental level.



a



b

Figure 1: Example of a complex geometry used as solar receiver:
SiC multi channels air receiver with riblets and vortex generators:
a) shells before assembly,
b) tranverse view.

To make progress, it is necessary to integrate a certain number of additional difficulties such as complex geometry of the receiver (Figure 1.) or more importantly, the problem of the modification of the propagation medium (transfer function) of the

acoustic signals being tested. The goal is here to obtain a more reliable location of damage, and to improve its identification by statistical signal processing. For this purpose, sintered SiC was selected as it is a material of choice for solar receivers. Brazing is a well-suited process to realize such complex and large SiC components. Therefore, the thermomechanical behavior of SiC brazed assemblies was studied in this work thanks to in-situ acoustic emission with the IMPACT device.

To reach the objectives, the work has been carried as follows:

- Design and manufacturing of 54 SiC brazed samples,
- Improvement of the IMPACT setup and protocol for a better assessment of the health of solar receivers,
- Demonstration of the transposition of the IMPACT technology at industrial scale on a prototype of a solar receiver equipped with a new generation of sensors on its actual support frame.

2. Improvement of IMPACT

2.1. Brazed samples

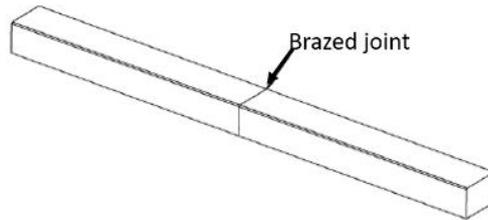
To assess this objective of improvement, it is important to understand what we have to deal with: in one hand the material of a solar receiver (SiC) and in the other hand the process to assemble the different parts of the receiver (brazing). That is why a global set of brazed samples have been defined and designed. As the validation study needed to be conducted through different perspectives, initial microstructure, basic mechanical tests (four-points bending F4P), and further thermo-mechanical experiments (IMPACT bench), two different batches (geometrically speaking) of samples have been elaborated. All samples are made of two parts of SiC, brazed together in the middle by two different nature (material definition) of brazed joint (CEA 0 and CEA 1) and with different thicknesses. For the both sets of sample, a thickness measurement (electronic beam microscopy) control procedure has been applied and then machined.

The brazing process used is the BraSiC[®] process developed by CEA/Liten and associated to brazes based on silicon. These brazing alloys lead to formation of strong interfaces between SiC and the braze with no interfacial reaction product. Therefore, in general, from a mechanical point of view, the interface between SiC and braze is not the weak point of the joints [Reference 5 – Le Minh Nguyen – PhD CEA 2011]. The design of the samples is such that we test the joint not the SiC.

SiC used in this work was produced by pressureless sintering by MERSEN Boostec. The two BraSiC[®] alloys were selected and elaborated by CEA/Liten. They are referenced CEA 0 and CEA 1. They are constituted of silicon and disilicide.

The first set of samples is made for 4 points bending tests (a parallelepiped 3,85 x 2,9 x 50 mm³) with a brazed joint located in the middle of the bar and constituted of alloy CEA 0 or CEA 1. Each sample was prepared according to NF EN 843-1 and ISO 14704:2008 [Reference 5 – PhD Le Minh Nguyen] and machined from two SiC plates brazed by CEA/Liten at 1430°C under vacuum (Table 1). The joint thicknesses (50, 100 and 150 µm) were defined from the results of Nguyen's thesis [5 – PhD Le Minh Nguyen], of Chaumat and al. [6] and considering thicknesses of representative joints in large brazed SiC structures. With these 3 thicknesses and 2 types of alloy, this

results for a total of 36 samples.



Four point bending sample.

Brazed joint type	Thickness measured (μm)	Quantity
CEA 0	50	7
CEA 0	100	6
CEA 0	140	5
CEA 1	50	5
CEA 1	100	6
CEA 1	145	7

Table 1: F4P bending test sample specification

The second set of samples is made for solar tests. It is constituted with circular samples made of two half-disk brazed in the middle, like the other set, with two kinds of brazing alloy . The same three different thicknesses as the first kind of sample were targeted. Thus, 6 different types of circular samples (100 mm diameter, 3,9 mm thickness) were prepared by brazing at 1430°C under vacuum at CEA/Liten and then machining. Joint were measured on the 18 brazed samples and are given in the table 2: notice that two values (129 and 115 μm) are higher than the target (~100 μm).



Figure 2: Brazed sample before machining (ϕ 100 mm, h 3,9 mm).

Brazed joint type	Thickness measured (μm)
CEA 0	52, 54, 53, 99, 100, 129, 142, 146, 146
CEA 1	52, 52, 55, 99, 102, 115, 143, 145, 145

Table 2: Thermo-mechanical test sample specification

2.2. Laboratory tests: mechanical behaviour at room temperature

The main goals of these room temperature tests were in a first step, to characterise the global mechanical response of the two different brazed joints (brazed with CEA 0 and CEA 1), and in a second step, to investigate the damage behaviour in order to try to identify the acoustic signatures of the possible damage mechanisms taking place at or nearby the SiC/BraSiC[®]/SiC interface.

2.2.1. Four-points bending experimental bench

The experimental bench (Figure 3) is constituted with a mechanical press (5 kN), four strain gauges (two in the sample and two for the thermal compensation), a Spyder 8 strain gauges signal acquisition unit, two acoustic emission AE sensors (one *micro-80* on the holder assembly to detect and subtract parasite signals, and one *pico* on the sample with large bandwidth to record events inside the sample), an AE signal acquisition device, and a plain steel machined F4P bending test device (upper and lower steel rollers to ensure the F4P bending configuration).

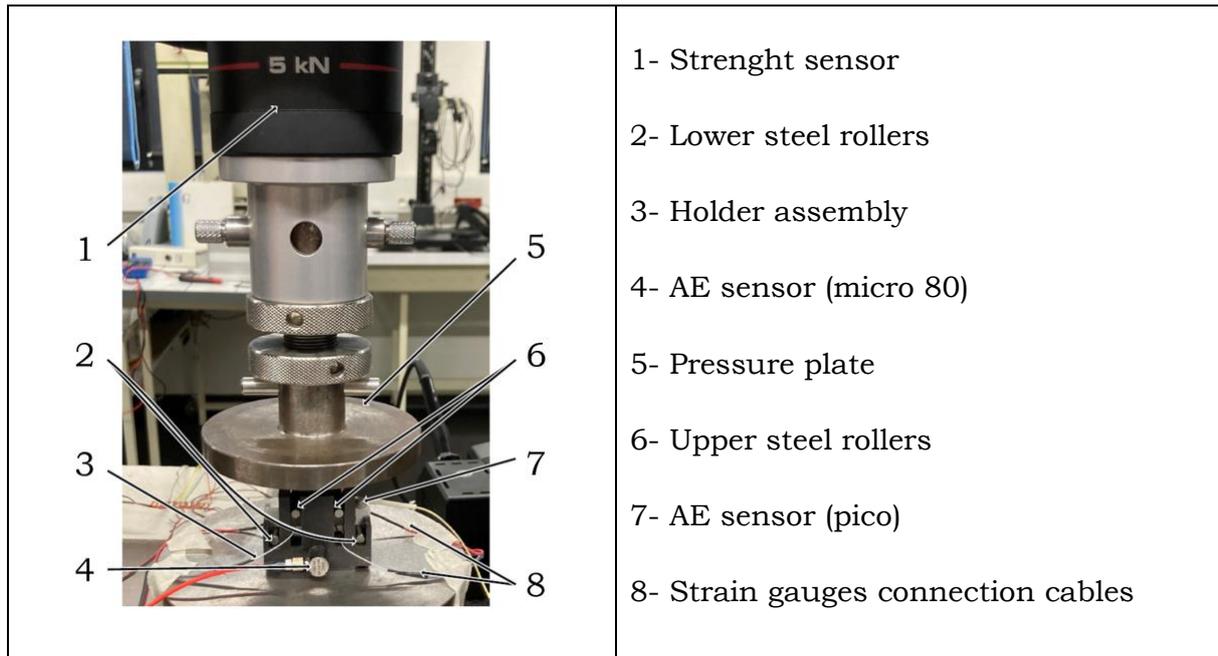


Figure 3: Details of F4P bending setup

2.2.2. Test procedure

Before beginning each F4P bending experiment, the global AE chain measurement (sensors, sensor coupling quality, pre-amplifiers, time windows signal acquisition, etc.) was calibrated and optimised by performing a Hsu-Nielsen test, consisting in a sudden break of a pencil lead. This generates an intense and reproducible acoustic signal, quite similar to a natural AE source, that the sensors detect as a strong burst. The purpose of this test is twofold. First, it ensures that the transducers are in good acoustic contact with the part being monitored. Generally, the lead breaks should register amplitudes of at least 80 dB for a reference voltage of 1 mV and a total system gain of 80 dB. Second, it checks the accuracy of the source location setup. This last purpose involves indirectly determining the actual value of the acoustic wave speed for the object being monitored. This Hsu-Nielsen test also represents a point of comparison between the different experiments (laboratory and solar).

Then, two types of mechanical tests were carried out. First, a single ramp test, which allows to better understand the global mechanical response (elastic and isotropic one is highly expected under these constant loading conditions) of the assembly as well as to determine the possible stress-to-failure value. Secondly, an alternative load-unload test carried out at very low displacement speed ($0.03 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$), in order to investigate the damage behaviour associated to the potential AE signature of the involved mechanisms.

2.2.3. Mechanical behaviour analysis

The mechanical four points bending behaviour of the samples corresponds to a quasi-elastic one. Indeed, a practically linear behavior is observed for the results of the tests in single ramps, and the permanent deformation of the samples tested in load-unload configuration is not significant (less than 2% of the maximum strain value). Globally, one can observe that the lower values (very low or almost zero) of the final permanent strain correspond to the low braze thickness samples which is relevant with the general theory of adhesion (the lower thickness of adhesive, the stronger resistance). The average failure stress values (Tables 3 & 4) for both single ramp and load-unload tests are quite similar.

Braze type	Failure stress σ_r		
	50 μm	100 μm	140 μm
CEA 0	95,5 MPa	83 MPa	71.8 MPa
CEA 1	111,5 MPa	87.9 MPa	81,3 MPa

Table 3: Failure stress values for F4P single ramp tests

Braze type	Failure stress σ_r		
	50 μm	100 μm	140 μm
CEA 0	95,5 MPa	86.7 MPa	66 MPa
CEA 1	111,1 MPa	92.7 MPa	80,7 MPa

Table 4: Failure stress values for F4P Load-unload tests

During load-unload tests, the apparent Young's modulus was measured at different time of the test in order to investigate a possible change during cycles (Figure 4).

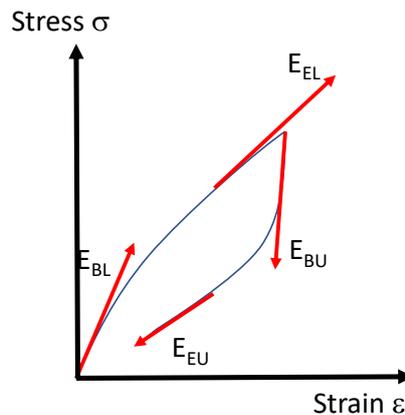


Figure 4: Apparent Young's modulus determination

Some drops of the overall apparent Young's moduli are noticed during cycling which most probably indicates a damage evolution within the samples. This is confirmed by the low acoustic activity before failure.

2.2.4. Damage Analysis (AE coupling)

One can observe that the failure of all tested samples were systematically located within the braze (Fig. 5). This confirms the results of a previous study which showed that SiC/BraSiC®/SiC assemblies with a joint thickness greater than 19 μm broke in the braze [Reference 5 - PHD Le Minh Nguyen]. Microscopy showed us that the failure was cohesive and occasionally crossed the interface without being deflected. This type of braze has been proven to form covalent bonds at the interface [Reference 8 - PhD Gasse, Reference 7 - PhD Lamy]. However, the bond energy of a covalent bond is greater than that of a metallic bond. This could therefore explain a interface resistance greater than the braze inherent resistance. The presence of striation shows that microcracking progression most probably following cleavage planes (Fig. 6).



Figure 5: location of the failure in the braze (SEM F4P sample CEA 1 100 μm)

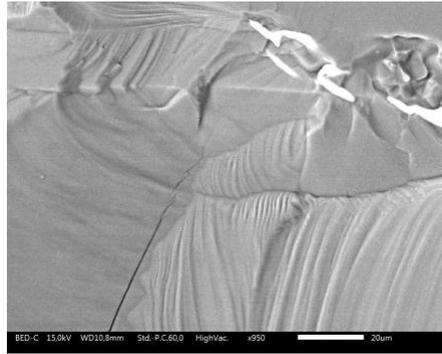


Figure 6: Microcracking and progress of microcracking by following cleavage planes

Considering the acoustic emission, it appears that the tested assemblies are submitted to the “Kaiser effect”. For the record, The “Kaiser effect”, which was first investigated by Joseph Kaiser (1950), describes the phenomenon that a material under load emits acoustic waves only after a primary load level is exceeded. During reloading these materials behave elastically until the previous maximum load level is reached. Moreover, no early warning sign of the failure is noticed.

At this point, two mechanisms can be proposed to explain the occurrence of acoustic emission signals: the onset and propagation of microcracking in the brazed joint, or the plastic deformation of the braze. However, as the exact composition of the phases present in the braze are not known, one cannot consider its plastic deformation. Therefore, the most likely hypothesis remains that the acoustic emission is due to microcracking in the brazed joint.

Focusing on the signals analysis, one can notice that two types of events are present: rather brief events and other rather long (Figure 7). The short bursts in Figure 7a and in the red area in Figure 8 (low raising duration/amplitude -RA- and high average frequency), are likely to correspond to microcracking in mode I (opening), while the rather long bursts in Figure 7b and in the green in Figure 8 (high RA and low medium frequency) could rather correspond to microcracking propagation in mode II (shear).

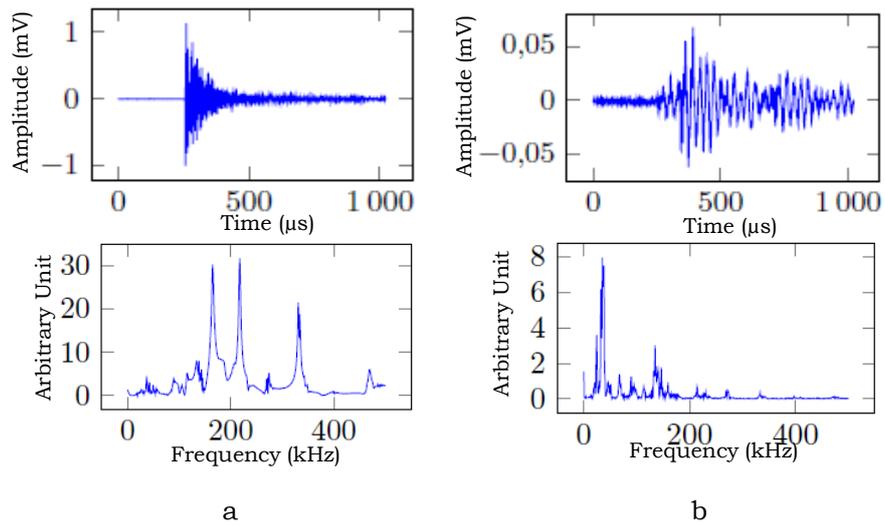


Figure 7: Typical signals and FFT associated recorded during F4P test:
a: short burst, b: long burst

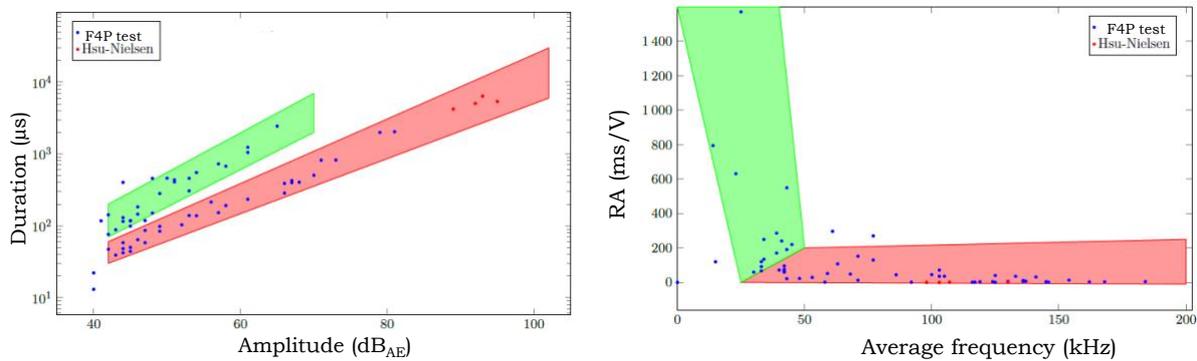


Figure 8: F4P Acoustic emission shape parameters analysis

Here, it is obvious that the shear cracking should cause a more complex response by inducing local friction between the crack fronts. The microscopic observations tend led to the determination of three distinct mechanisms occurring in the braze joint:

- 1- decohesion of the disilicide particles from the silicon matrix, (Figure 9a)
- 2- multiple cracking of the disilicide particle, (Figure 9b)
- 3- microcracking of the matrix (Figure 9c).

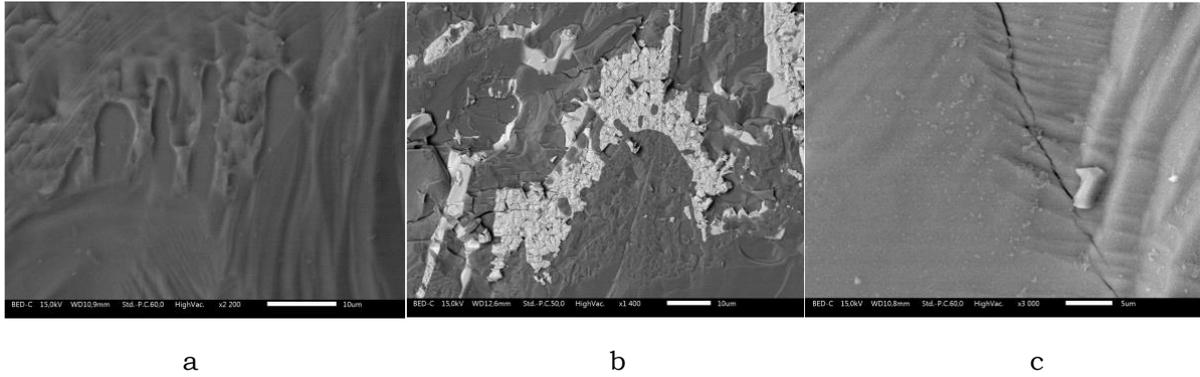


Figure 9: SEM of the different failure type in the braze joint:
a: decohesion between phase (particle and matrix),
b: microcracking within particles,
c: microcracking in the matrix

However, the analysis of the acoustic emission shows only two distinct mechanisms of damage. So, the following assumptions can be made:

- Hypothesis 1: one of the mechanisms is in the minority and does not make it possible to discriminate a population because it is too weakly represented (too few bursts come from this mechanism),
- Hypothesis 2: two mechanisms are simultaneous and lead to a more complex material response.

Of course, these two hypotheses will require further investigations to be confirmed or invalidated.

It can therefore be concluded as already mentioned above that the failure stress decreases with the increase in the brazed joint thickness and that the CEA 1 braze formulation shows systematically higher resistance compared to the CEA 0 braze, and this for all joint thicknesses. This result is in agreement with those previously obtained by Nguyen [Référence 5 - PhD Nguyen].

2.3. Thermomechanical behaviour under concentrated solar energy

2.3.1. IMPACT experimental bench

The IMPACT (**In situ thermo-Mechanical Probe by Acoustic Tracking**) test bench is used to characterise the materials' thermomechanical damage behaviour under concentrated solar flux, using acoustic emission. It is composed of a incident solar power regulation system, a vertical solar furnace (up to 1500 kW.m⁻²), a sample holder and an acquisition system. The figure 11 shows a top view of the experimental support. The kaleidoscope allows to homogenize the solar flux on a surface of 4 cm². The IMPACT test bench has been developed during a previous work (European project GA 312643 SFERA-II), but it has been improved in order to facilitate the setup installation on a solar furnace, as well as providing higher quality data with extended data acquisition and also the use of a high-temperature acoustic coupling medium to adapt the impedance of the contact between the waveguides and the sample.

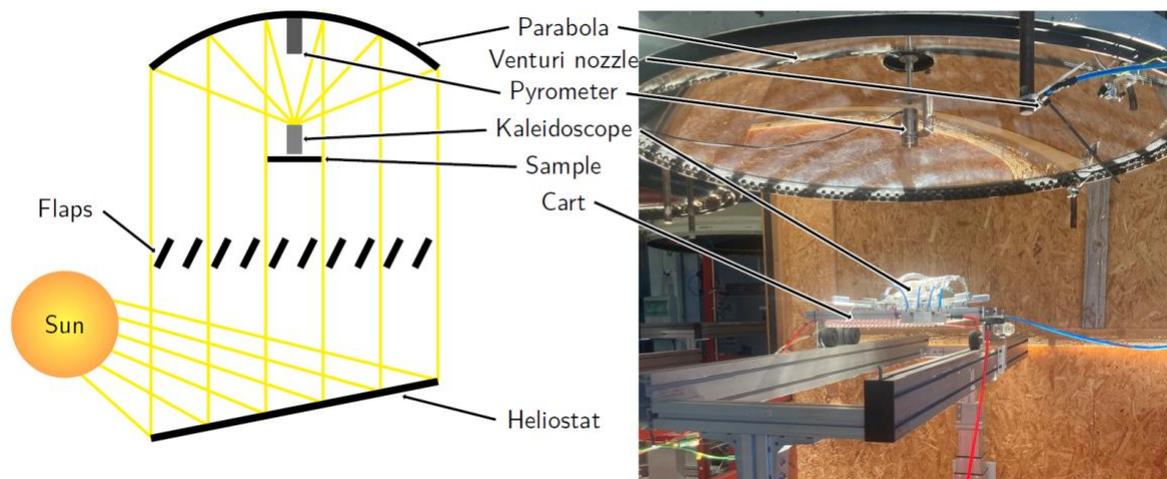


Figure 10: IMPACT test bench: In-situ thermo-Mechanical Probe by aCoustic Tracking. Left: simplified diagram of the installation. Right: test bench in operation

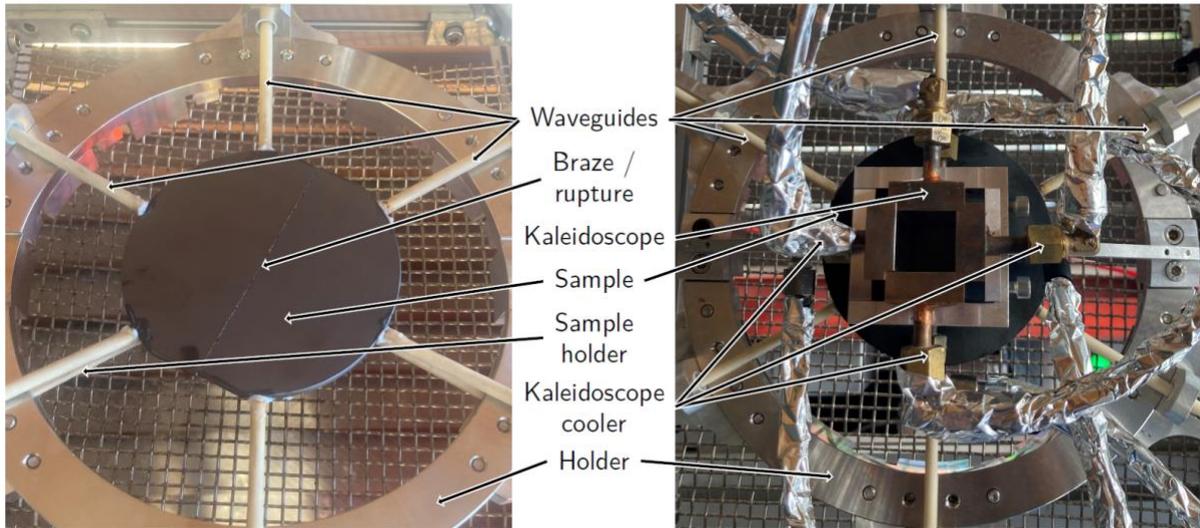
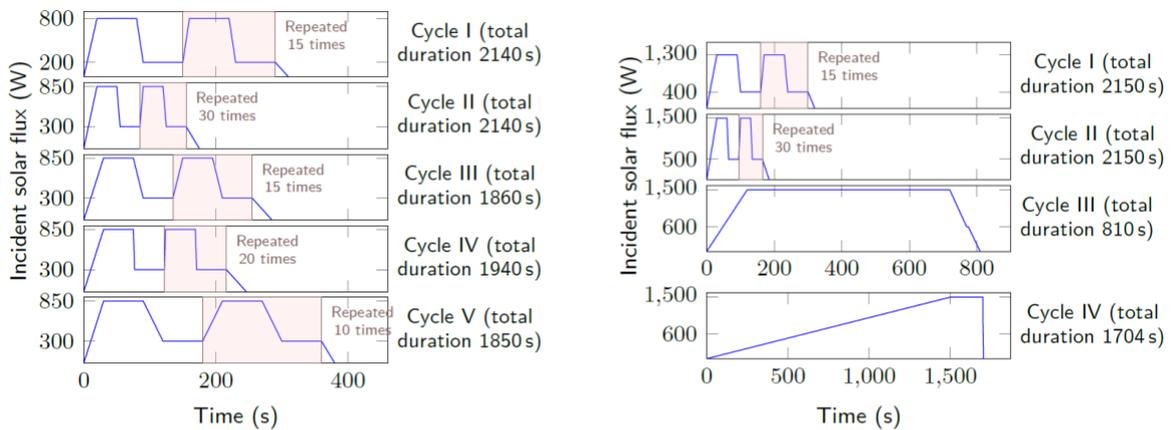


Figure 11: IMPACT test bench. Left: top view, without kaleidoscope and with a (broken) sample in the sample holder. Right: top view with kaleidoscope and its coolant system.

2.3.2. Test procedure

To study the samples' behaviour submitted to different thermal shocks, two experimental campaigns have been carried out: one with a 1.5 m diameter parabola for a maximum useful power of 850 W, and another with a 2 m diameter parabola for a useful power of 1.5 kW.



(a) Cycle realized during the first experimental campaign. The maximum power of 850 W reached in cycle II to V correspond to the maximum power of the parabola used.

(b) Cycle realized during the second experimental campaign. The maximum power of 1500 W reached in cycle II to IV correspond to the maximum power of the parabola used.

Figure 12: IMPACT experiment, realized cycles

The figure 12 shows the different types of realized cycles. Both campaigns include a

reference series (cycle I) with the same time parameters but different powers (note that the start ramp was slightly lengthened by 10 s in the second experimental campaign to minimize thermal shocks on the samples). In both campaigns, cycle II corresponds to faster cycles with shorter time between two levels. In the first campaign, cycle III and V correspond to slower irradiation variation and cycle IV to brutal variation. In the second campaign, different cycles are tested: a step (cycle III) and a long ramp (cycle IV).

2.3.3. Thermal analysis

The samples seem to be sensitive to the maximum temperature difference along the braze. The samples resistance depends on both the thickness and the braze shade. For a joint thickness around 55 μm , the CEA 0 grade withstood temperature differences of 240°C, while the CEA 1 grade withstood up to more than 280 °C. So, the CEA 1 grade is thermally more resistant than CEA 0 one. However, the critical criterion is the temperature difference between the center and the outer edge of the sample. Thus, thermal expansion coefficients of the braze and the SiC are different. Because of thermal gradient, this difference generates stresses. These stresses are higher in CEA 0 grade, and make it break at lower temperature than CEA 1 grade.

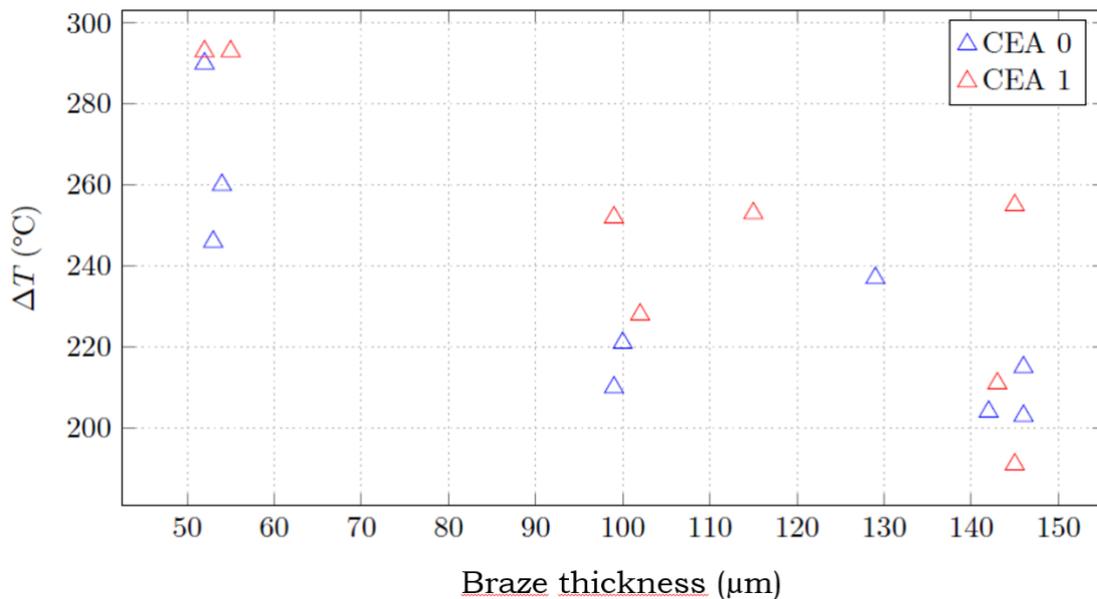


Figure 13: Temperature difference between the center and the outer edge of the sample at the failure time

2.3.4. Acoustic emission analysis: signal and localisation

Bursts amplitude vs time have been plotted for all the tests. Two major observations could be made.

- It is very interesting to see that here again samples seems to be submitted to the “Kaiser effect” : no acoustic activity is recorded until the current stress exceeds the previous stress. This strong correlation between room temperature and thermo-mechanical test at high temperature highlight a major property of the braze material.
- After a temperature maximum is reached, a large acoustic activity diminution can be noted. Moreover, a residual acoustic activity during the cooling is sometimes observed.

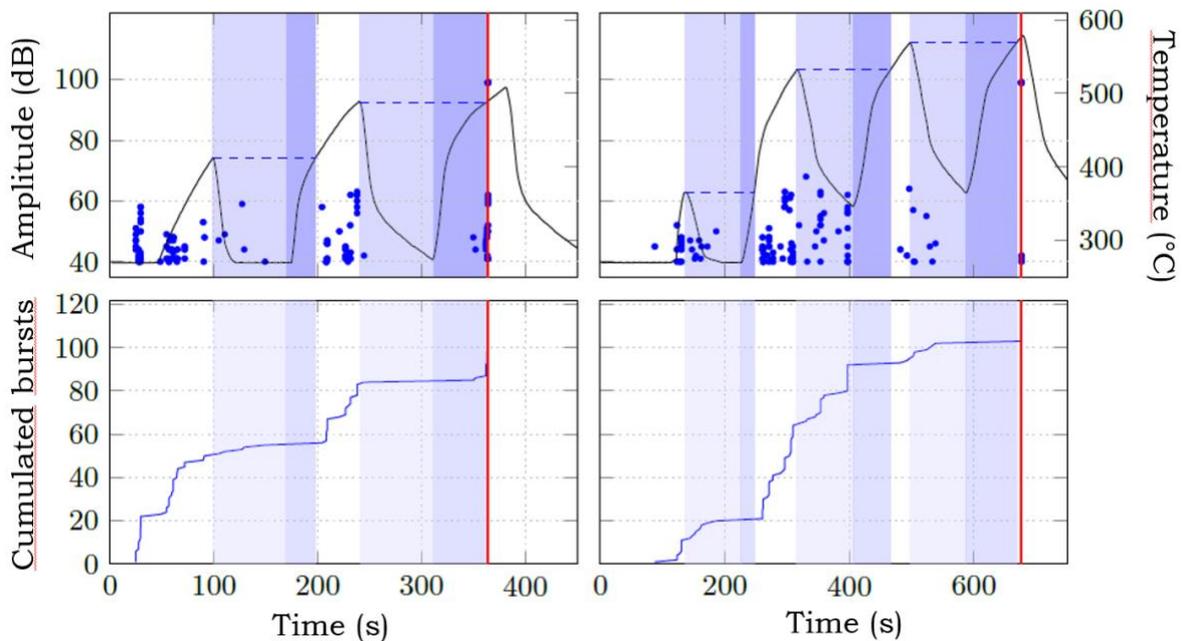


Figure 14: Observation of the “Kaiser effect” and diminution acoustic emission before failure (red line)

It is well-known that temperature variations within the sample produce stresses proportional to thermal gradients. During the phase of reduction or cut-off of the incident flow, the center of the sample cools faster than the peripheral zone by convection. Indeed, the temperature difference between the center of the sample and the surrounding air is greater than the difference between the peripheral zone and

the air. The thermal gradient within the sample therefore tends to decrease and during cooling, therefore the internal stresses therefore tend to decrease.

This time, the acoustic emission signal are recorded from a 6 sensors pattern which allows the signals to be correlated with each others. When this correlation is obtained one can speak of events instead of bursts. In the same way than for signal analysis of the F4P test campaign, two kinds of representation have been plotted : burst duration vs Amplitude, and Raising time/Amplitude Ratio (RA) vs Frequency. We complete this study by plotting Amplitude vs time and Cumulated energy vs time. As shown during the four points bending tests, the two same kinds of signal population appear. The A-population (red area, Figure 15), corresponds to relatively short events, with a low rise time to amplitude (RA) ratio and a high average frequency. The second population, B-population (green area, Figure 15), corresponds to longer duration events with a high RA and a lower average frequency.

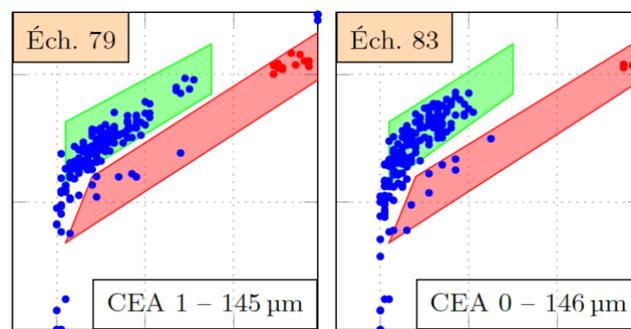


Figure 15: Burst duration (μs) vs. Amplitude (dB_{EA}) for two different samples.

As proposed before, the A-population signal would correspond to microcracking in mode I (opening), whereas the B-population would rather correspond to microcracking propagation in mode II (shear). Moreover, the differential thermal expansion due to various coefficients of thermal expansion of the different phases constituting the braze induce complex stresses. Most of the broken samples have been simply separated in two parts, cracked throughout the braze. The failure bursts has always been located in the braze and where the thermal gradient is maximal, i.e. just under the edge of the kadelioscope.

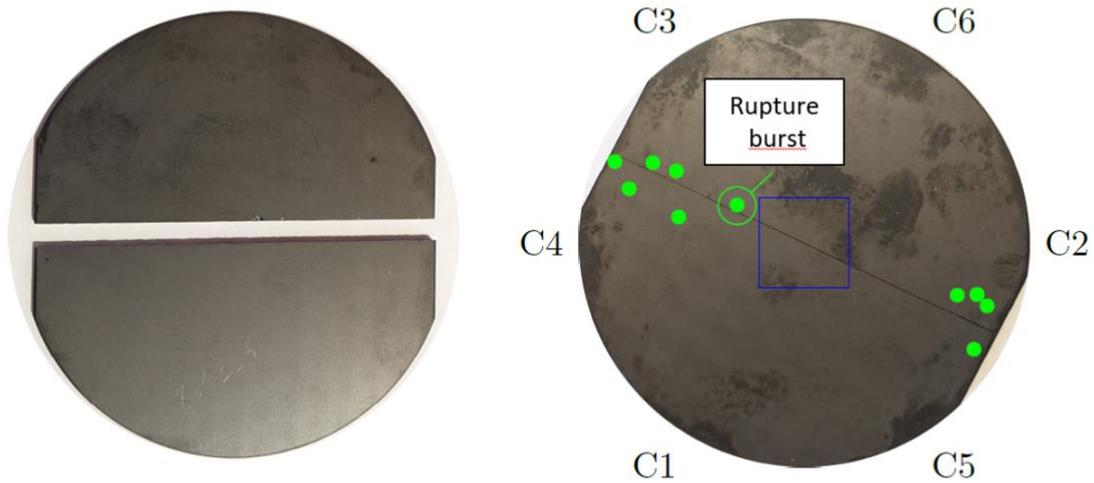
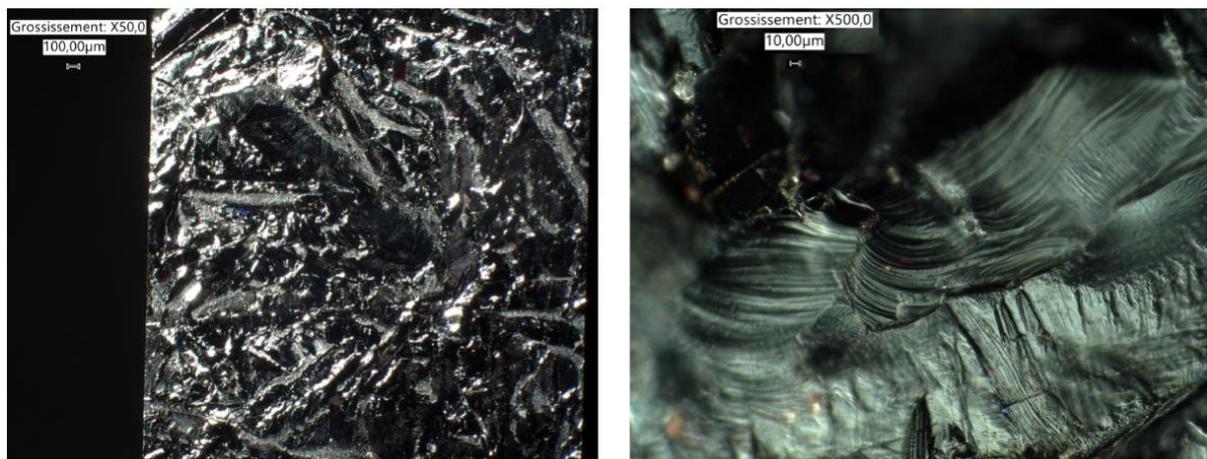


Figure 16: localised events in a cracked sample

2.3.5. Damage analysis

Examining the damage pattern by optical microscopy, the interface between the braze and the SiC can never be observed. The crack always propagates into the braze. So, the failure is always cohesive.



a) *In the braze*

b) *Striation*

Figure 17: Failure front, optical microscopy observations

2.4. Conclusion of IMPACT tests

This part summarizes the observations made during the thermomechanical tests and makes the link with the results of the four-point bending tests.

2.4.1. Failure types

The fracture in the braze is always cohesive for the four-point bending tests and the thermomechanical tests carried out using the IMPACT bench. However, the thermomechanical tests led to the sudden global ruin of several samples. The CEA 0 brazed samples had a greater tendency to crack in the silicon carbide than the CEA 1 brazed samples. The microscopic observations carried out show that the fracture profiles obtained during the thermomechanical tests are very close to those obtained during the four points bending tests. We indeed find fracture cleavage facies within the braze. Thus, the fracture surface due to thermal stresses shows the same characteristics as those obtained during purely mechanical tests. We can therefore propose another hypothesis that the degradation of the samples would be solely due to the strain induced by the temperature gradient between the center and the outer edge of the sample. The fracture surfaces observation of the samples submitted to thermomechanical tests under a scanning electron microscope would have made it possible a better fracture surfaces characterization, in particular to confirm the hypothesis according the thermal expansion differential coefficient of the braze constituent elements would be the origin of at least part of the samples damages.

2.4.2. Failure mechanisms

The acoustic emission analysis shows that at least two distinct phenomena are at the origin of the samples damages. Indeed, we find, bothly in the F4P bending and IMPACT experiments, two different populations of bursts on practically all the tests. A population, which corresponds to relatively short signals, with a low rise time to amplitude (RA) ratio and a high average frequency. B-population, which corresponds to longer duration signals with a high RA and a lower average frequency. The A-population burst could be related to microcracking in mode I (opening), whereas the B-population bursts more likely associated to a microcracking propagation in mode II (shear).

During thermomechanical tests, the difference in thermal expansion coefficients between the different phases (random distribution of the eutectic phase in the silicon

matrix) within the braze is most probably the initial cause inducing the complex stress field in the braze leading to its catastrophic failure.

2.4.3. Braze properties comparison

Mechanically speaking, we have highlighted that the mechanical resistance of the joint depends mainly on its thickness : the thinner the joint, the stronger.

For thermomechanical experiments, The samples center temperature at the fracture time depends mainly on the braze grade. Indeed, for the CEA 0, the braze thickness has no major influence on the rupture temperature. However, for CEA 1, the temperatures reached are higher for thin braze thicknesses, with a rupture temperature around 700°C for a thickness of 50 μm , whereas for 145 μm it is around 500°C. However, it seems that the maximum temperature difference within the samples at the time of failure plays a more significant role than the sample center temperature. Moreover, the CEA 1 braze resists to greater maximum temperature differences than the CEA 0 braze and the finest joints are the most resistant. The larger a brittle material is, the greater the chance of finding a critical defect within this material which would lead to favoring failure by local stresses concentration. Braze is a fragile material, so this phenomenon could explain why the finest joints are the strongest. The Weibull modulus determination of the braze different shades could make it possible to confirm this hypothesis. However, a large number of mechanical tests would have been necessary to determine the Weibull modulus of each braze shade: at least ten tests of each pair shade/thickness.

The acoustic events corresponding to the failure are systematically located close to the zone where the thermal gradient is maximum. A high thermal gradient will lead to significant differential thermal expansion within the material.

3. Transposition of the IMPACT technology at industrial scale on a prototype of a solar receiver

3.1. Experimental configuration

The test receiver is a textured SiC solar receiver module developed during a private CNRS contract. This receiver has been designed to directly feed 1000°C hot air into a turbine for next generation solar towers. The insolated area is 1200x165 mm, for a nominal thermal power between 100 to 150 kW under 5 bars: this scale can be considered industrial prototype or industrial pilot.

For the cold tests conducted here, the module was installed in its experimental support rig in order to reproduce the solar operating mechanical conditions. This test rig has a specific mechanical hence acoustic signature as it was designed to cope with the thermal expansion thanks to 2x2 degrees of freedom: this a complex device which make AE more complex but is similar to commercial setups.

This SiC air receiver was selected as a good test candidate due to the internal complexity of the receiver and of its fixation (cf Figure 18), that seems an extreme case for current solar receiver technology.

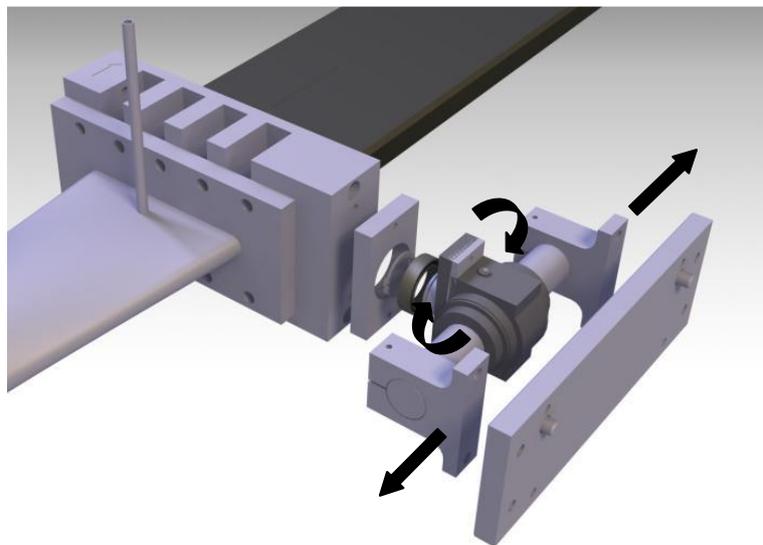
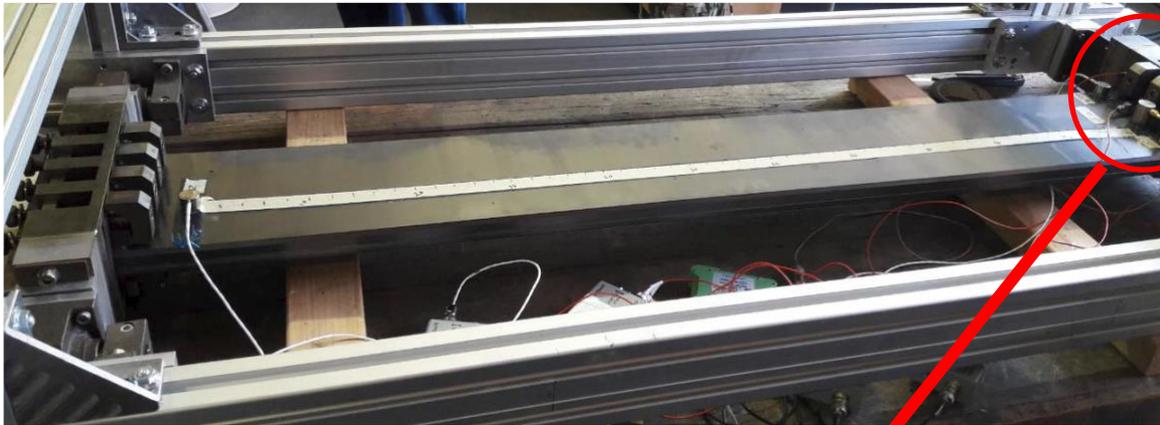
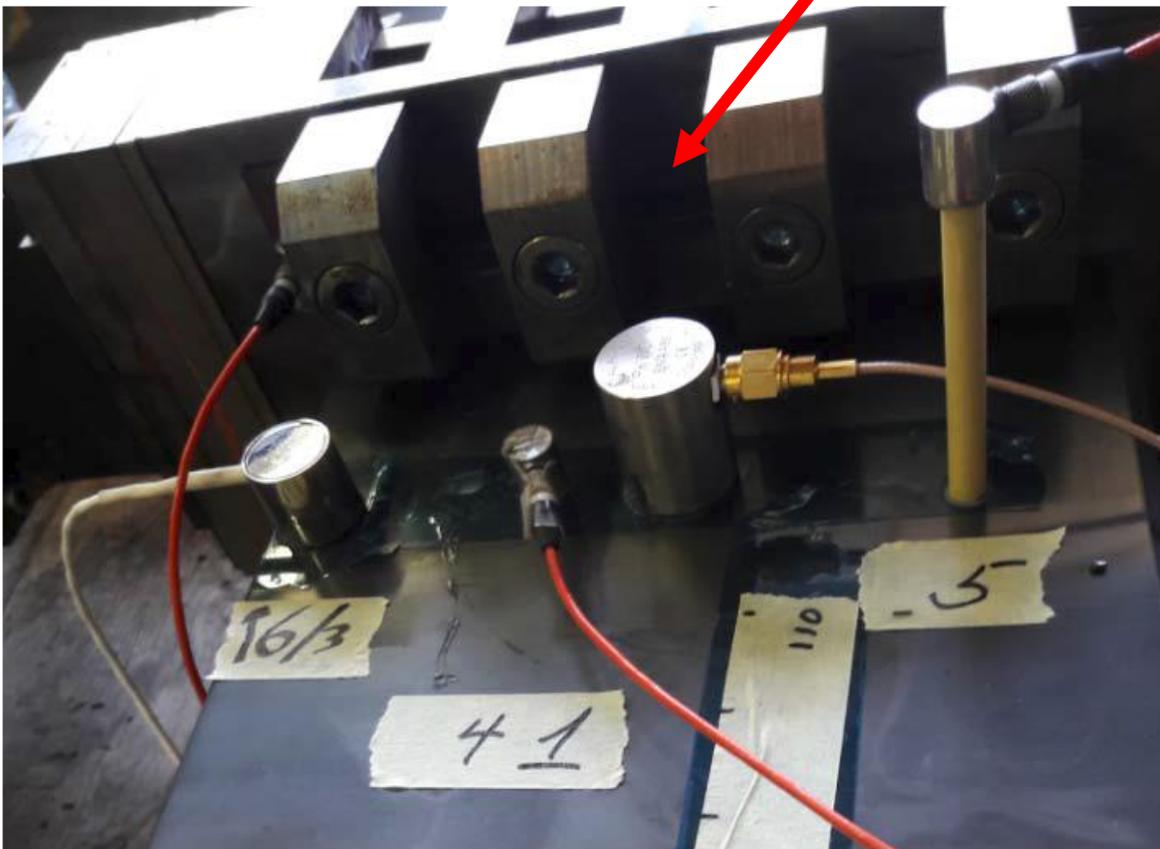


Figure 18: Detail of the flexible mounting rig developed for this SiC receiver

Figure 19 presents the experiment AE measurement configuration and the location of the different sensors.



a



b

Figure 19: Location of AE sensors: a-global positioning on SiC receiver, b-detail for specific location.

Sensor characteristics and system configuration in EA are shown in the following table 5.

Acquisition System	SENSOR Highway
Nb of available Channels	8
Nb of measurement Channels	6

Channel #	1	2	3	4	5
Sensor type	PKWDI	WD	WD	μ80	μ80+WG
Frequency Range (kHz)	200-1000	125-1000	125-1000	200-900	To be qualified
Pre-amplifier (dB)	20/40/60	20/40/60	20/40/60	20/40/60	20/40/60
Pre-amplifier filters (kHz)	20-1200	20-1200	20-1200	20-1200	20-1200
Analogic filters (kHz)	20-1200	20-1200	20-1200	20-1200	20-1200
Acquisition threshold (dB_{EA})	35	35	35	35	35

Table 5: Sensors characteristics and configuration

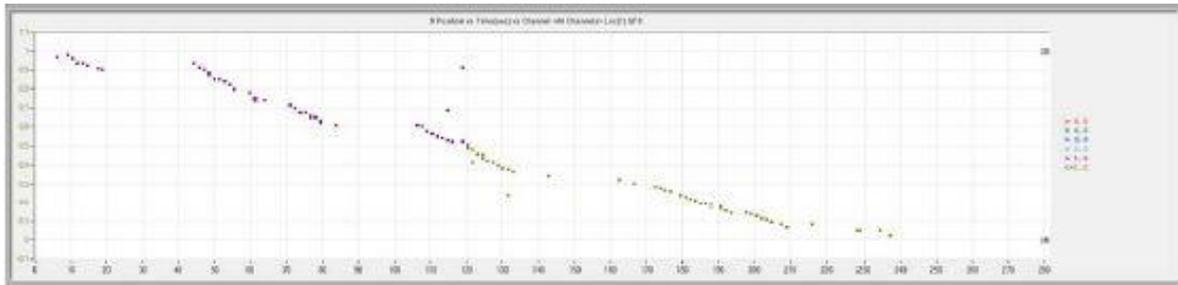
The coupling between all the sensors except #5 and the solar receiver is made using Kapton© adhesive tape (typically used in the space industry) onto which are then glued the sensors with cyanoacrylate glue. The use of Kapton© makes it possible to not pollute the surface of the tested part, such as to avoid optical properties modification.

The sensor of the channel 5 is mounted on an alumina waveguide (WG) with a diameter of 7 mm and a length of approximately 35 mm.

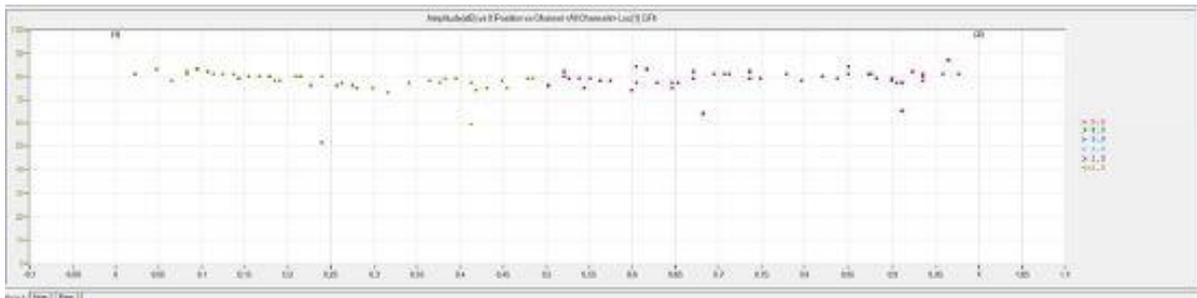
3.2. Testing results

3.2.1. Attenuation measurements

After checking the sensor coupling, we used the Hsu Nielsen source to perform an attenuation measurement. Figure 20a presents the result of the linear localization between 2 WD type sensors (channels 2 & 3) located at both ends of the receiver.



a



b

Figure 20: Attenuation measurement on WD sensors:

- a) Simulation location versus time,
- b) Amplitude of events versus time.

The WD, PKWDI and $\mu 80$ sensors give close results during attenuation measurements. Only the waveguide sensor (channel 5) appears to be less sensitive (around 30 dB), but still allows the Hsu Nielsen source to be detected with a 25 dB threshold to signal ratio. This result must be perfectible (optimisation of the sensor coupling protocole). According to our experience, a loss reduced to 12 dB is achievable.

Figure 20b shows the amplitude of these measurements on all the sensors versus time. The attenuation is around 6 dB over the entire receiver, which allows to consider a complete monitoring from a single sensor, if it is possible to locate the events by signal processing.

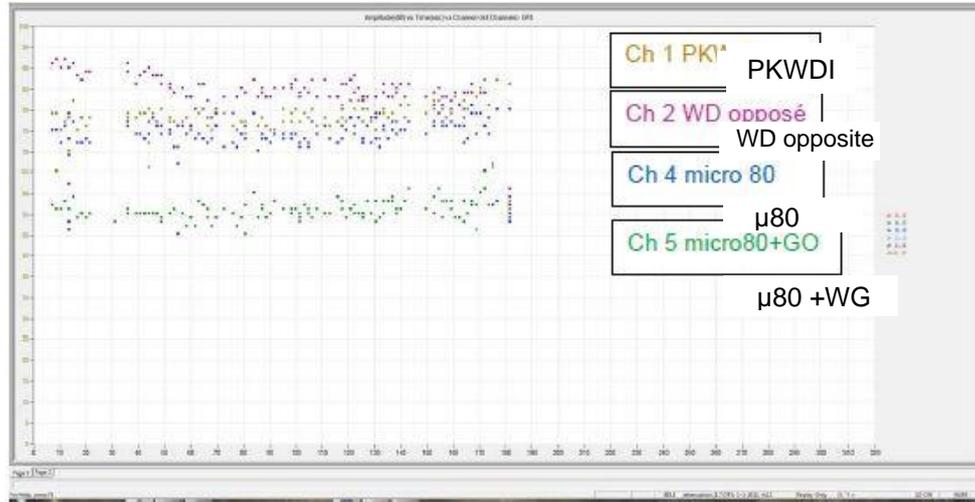


Figure 21: Amplitude of events simulation versus time along the overall length of the receiver.

Figure 21 shows the amplitude of these simulations on all the sensors versus time. The attenuation is around 6 dB over the entire receiver, which allows to consider a complete monitoring from a single sensor, if it is possible to locate the events by developing a suitable signal processing.

3.2.2. Comparison of attenuation measurements

Measurement of simulated events with Hsu Nielsen method on the receiver upper right side (blue dots on next plots) and lower right side (red dots) were also conducted in order to compare them to the tests at the center of the receiver (green dots).

A multiparametric analysis of the shape parameters of the signals has been done and it appears that it is possible to differentiate the different signal populations by their transfer function (Figure 22). For example, the Principal Component Analysis (PCA) clearly emphasises the simulations of the center compared to those performed on the lower and upper edges of each side of the brazing line. The analysis of the discriminating power of the parameters classifies the frequency parameters in first followed by duration and energy.

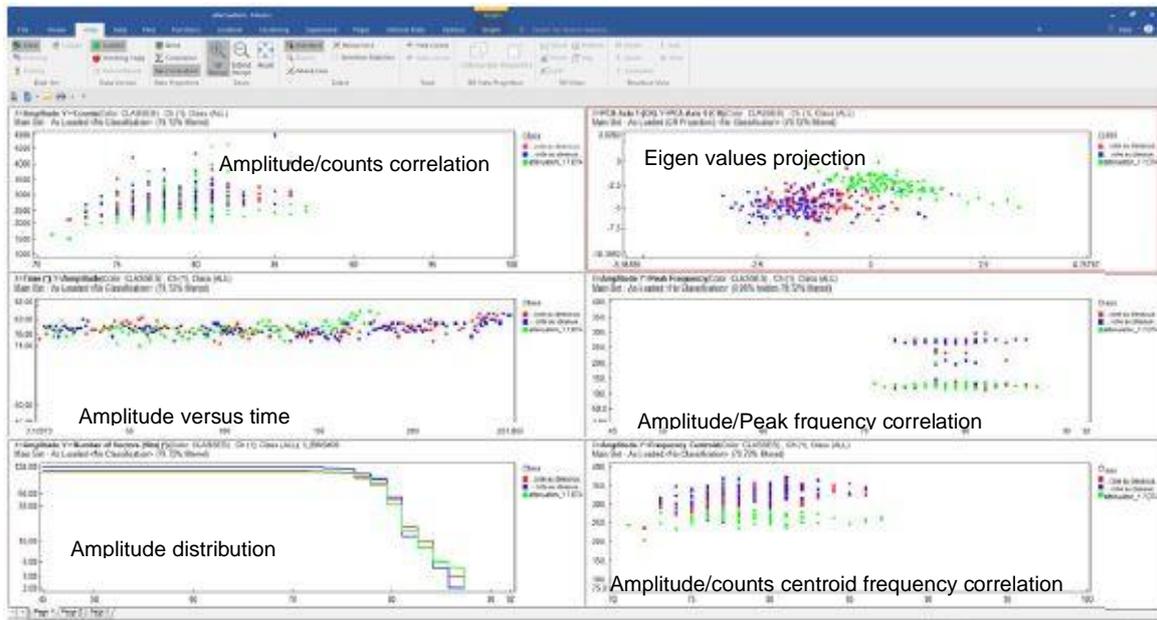


Figure 22: Comparison of simulations.

We have also looked for an alternative to the waveguide configuration which is less resilient for industrial applications and it appears that a sensor positioned on the copper side of the receiver support gives a good sensitivity (about 60 dB) to the Hsu Nielsen source.

3.3. Conclusion

- The waves transfer functions have been characterised and qualified.
- Signal attenuation on the test receiver is very low: below 6 dB.
- It is possible by shape parameters analysis to trace back to source information from single sensor measurements carried out on the receiver.
- An alternative testing configuration has been found to be reliable and with good sensitivity by positioning a sensor on the receiver support in an area where the temperature will not exceed 150°C.

So, it is possible to locate in a reasonable manner damage-like events on a cold solar receiver.

4. General conclusion

During SFERA-III, the IMPACT solar setup, relying on acoustic emission phenomena to assess the mechanical health of components, has been improved: both the instrumentation and the associated methodology to process the data and analyse the components behaviour.

Thanks to specially designed samples, the IMPACT test bench has been used to confirm and to explore the properties of SiC brazed samples, which are promising materials and assembly technology for solar receivers.

In addition, the localisation of acoustic events in an actual full-sized solar receiver has been demonstrated, nearing the target to forecast the health hence the lifetime of this component during operation at commercial scale.

This work has been partially conducted through the PhD thesis by Florian Bonzoms.

References

- [1] Y. LALAU, O. FAUGEROUX, E. GUILLOT, D. ANDRE, M. HUGER, A. PROUST, T. CHOTARD, B. CLAUDET, "IMPACT: A novel device for in-situ thermo-mechanical investigation of materials under concentrated sunlight", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 172, 2017, 59-65.
- [2] Cedric Leray. Etude du comportement thermique et thermomécanique des récepteurs solaires sous haut flux radiatif. Physique [physics]. Université de Perpignan, 2017. Français. NNT: 2017PERP0003. tel-01492950
- [3] A. PROUST, J.C. LENAIN, Utilisation de logiciel de reconnaissance de formes pour l'interprétation des signaux d'émission acoustique lors de suivi d'endommagement. XIe colloque international "Etude de l'endommagement par fissures au moyen des techniques d'Essais non Destructifs" - Cercle d'études des Métaux.
- [4] A. PROUST, T. LORRIOT, H. WARGNIER, J.C. LENAIN, Détermination d'un critère d'amorçage du délaminage au sein d'un matériau composite à l'aide de la technique d'émission acoustique. *Matériaux 2006*, 13-17 novembre, Dijon, 2006.
- [5] PhD Le Minh Nguyen. Caractérisation mécanique de jonctions brasées SiC / BraSiC® / SiC et critère de dimensionnement à la rupture. PhD thesis. Université Pierre et Marie Curie, 2011.
- [6] V. Chaumat, G. Roux. Multi-staged brazing using the BraSiC® process for the fabrication of very large and /or complexe SiC based components. *Proceedings of the International Conference on Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Bonding. Löt 2013*. Aachen, Germany, 2013.
- [7] PhD Magali Lamy. Etude structurale et chimique par microscopie électronique en transmission d'interfaces SiC / siliciures de Co, Fe ou Ni. PhD thesis. Institut National Polytechnique de Grenoble, 2000.
- [8] Adrien Gasse. Rôle des interfaces dans le brasage non réactif du SiC par les siliciures de Co et Cu. PhD thesis. Institut National Polytechnique de Grenoble, 1996.

Annex 1. List of communications

- Caractérisation et localisation de l'endommagement dans les matériaux sous contrainte thermique : application de l'émission acoustique, Bonzoms F. & al, SFT 2022, Valenciennes, France.
- Characterisation and Localisation of Damage in Materials under Thermal Stress using Acoustic Emission, Bonzoms F. & al, SolarPaces 2022, Albuquerque, NM, USA.
- Phd defense: Caractérisation du comportement thermomécanique d'assemblages de carbure de silicium brasés pour les récepteurs des centrales solaires à tour, F. Bonzoms, 16.12.2022, Perpignan, France
- Paper on the AE in SiC samples under concentrated solar flux with the IMPACT experimental setup (in draft as of 28.02.2023)

Annex 2. PhD thesis F. Bonzoms

PhD thesis defended by Florian BONZOMS on December 16th, 2022, at the University Via Domitia in Perpignan, France.

Provided document is the version provided for the PhD defense: comments suggested by the reviewer are being addressed as of writing (February 2023).



École doctorale 305 « Énergie et environnement »

Caractérisation et localisation de l'endommagement de structures solaires par technique acoustique : application aux récepteurs utilisés en CSP

Thèse présentée pour l'obtention du
doctorat de l'Université de Perpignan Via Domitia
spécialité énergétique et génie des procédés

par

Florian Bonzoms

Soutenance le 16 décembre 2022

devant le jury composé de

Benoit Rousseau	Directeur de recherche, Université de Nantes	<i>Rapporteur</i>
Pascal Reynaud	Chargé de recherche, INSA Lyon	<i>Rapporteur</i>
Benjamin Remy	Professeur des universités, Université de Lorraine	<i>Examineur</i>
Yasmine Lalau	Maître assistant, École des Mines d'Albi	<i>Examineur</i>
Bernard Claudet	Professeur des universités, Université de Perpignan Via Domitia	<i>Examineur</i>
Olivier Faugerooux	Maître de conférences HDR, Université de Perpignan Via Domitia	<i>Encadrant</i>
Stéphane Thil	Maître de conférences, Université de Perpignan Via Domitia	<i>Encadrant</i>
Alain Proust	Directeur instrumentation et développement, Mistras group	<i>Invité</i>

Caractérisation et localisation de l'endommagement de structures solaires par technique acoustique : application aux récepteurs utilisés en CSP

Thèse présentée pour l'obtention du
doctorat de l'Université de Perpignan Via Domitia
spécialité énergétique et génie des procédés

par

Florian Bonzoms

Soutenance le 16 décembre 2022

devant le jury composé de

Benoit Rousseau	Directeur de recherche, Université de Nantes	<i>Rapporteur</i>
Pascal Reynaud	Chargé de recherche, INSA Lyon	<i>Rapporteur</i>
Benjamin Remy	Professeur des universités, Université de Lorraine	<i>Examineur</i>
Yasmine Lalau	Maître assistant, École des Mines d'Albi	<i>Examineur</i>
Bernard Claudet	Professeur des universités, Université de Perpignan Via Domitia	<i>Examineur</i>
Olivier Faugeroux	Maître de conférences HDR, Université de Perpignan Via Domitia	<i>Encadrant</i>
Stéphane Thil	Maître de conférences, Université de Perpignan Via Domitia	<i>Encadrant</i>
Alain Proust	Directeur instrumentation et développement, Mistras group	<i>Invité</i>

Pérégrinations

Chanson à boire

À Bacchus, biberon insigne,
Crions : « Masse ! » et chantons en chœur :
« Vive le pur sang de la vigne
Qui sort des grappes qu'on trépine !
Vive ce rubis en liqueur ! »
Nous autres prêtres de la treille,
Du vin nous portons les couleurs ;
Notre fard est dans la bouteille
Qui nous fait la trogne vermeille
Et sur le nez nous met des fleurs.
Honte à qui d'eau clair se mouille
Au lieu de boire du vin frais !
Devant les brocs qu'il s'agenouille
Ou soit mué d'homme en grenouille
Et barbote dans les marais !

Théophile Gautier

Memento mori

Le souffle, marque le début comme la fin,
Froid comme glace, traversant les monts,
Réveille dans chaque homme un démon,
Et dans chaque cœur un séraphin,

Memento mori

Stoïque, avancer dans ce monde,
De marbre face l'absurdité,
Car nul ne peut espérer lutter,
Contre cette hypocrisie nauséabonde,

Memento mori,

Hominem te esse,

A cet enfant, qui enterre son ancêtre,
Agissant dans l'abandon, sans réflexion,
Coulent sur lui ces émotions,
Subissant au dessus de lui ces piètres...

Memento mori,

Hominem te esse,

On a touché ce ciel étoilé,

Dans un monde qu'il ne peut comprendre,
L'intégrité comme seule référence,
Dans son cœur les condoléances,
Heureusement il ne cesse d'apprendre.

Memento mori,

Hominem te esse,

On a touché ce ciel étoilé,

Maintenant, de loin il rit...

Être au dessus du commun,
Génie incompris, l'ingénu il envie,
L'humilité au service de l'hypocrisie,
L'imbécile juge l'importun...

Lafée

L'Albatros

Souvent, pour s'amuser, les hommes d'équipage
Prennent des albatros, vastes oiseaux des mers,
Qui suivent, indolents compagnons de voyage,
Le navire glissant sur les gouffres amers.

A peine les ont-ils déposés sur les planches,
Que ces rois de l'azur, maladroits et honteux,
Laissent piteusement leurs grandes ailes blanches
Comme des avirons traîner à côté d'eux.

Ce voyageur ailé, comme il est gauche et veule !
Lui, naguère si beau, qu'il est comique et laid !
L'un agace son bec avec un brûle-gueule,
L'autre mime en boitant, l'infirme qui volait !

Le Poète est semblable au prince des nuées
Qui hante la tempête et se rit de l'archer ;
Exilé sur le sol au milieu des huées,
Ses ailes de géant l'empêchent de marcher.

Charles Baudelaire

Demain, dès l'aube...

Demain, dès l'aube, à l'heure où blanchit la campagne,
Je partirai. Vois-tu, je sais que tu m'attends.
J'irai par la forêt, j'irai par la montagne.
Je ne puis demeurer loin de toi plus longtemps.

Je marcherai les yeux fixés sur mes pensées,
Sans rien voir au dehors, sans entendre aucun bruit,
Seul, inconnu, le dos courbé, les mains croisées,
Triste, et le jour pour moi sera comme la nuit.

Je ne regarderai ni l'or du soir qui tombe,
Ni les voiles au loin descendant vers Harfleur,
Et quand j'arriverai, je mettrai sur ta tombe
Un bouquet de houx vert et de bruyère en fleur.

Victor Hugo

Douce...

En avançant dans l'ombre de la nuit,
Celle de mes pas me devance,
Projeté par le reflet de la lune,
Sur un lac placide que l'obscurité nuance,
De mille éclats, feu d'artifice sans bruit,

Dans ma tête un visage passe,
Petite fée aussi violente que fragile,
L'image de tes grands yeux comme des prunes,
Me hante et me rassure dans mon asile,
Île d'espoir où les cauchemars sont fugaces,

Labeur d'un homme à la volonté d'offrir,
Rivières d'infinis et montagnes de fer,
Qui suit son rêve comme son ombre,
Elle qui avance toujours à ras de terre,
Ne remarque pas ces miettes d'avenir,
La bête grandit lentement au cours des heures,
Sans sourciller, croissance sûre,
Juxtaposé à son cœur d'ambre,
Il ne veut pas blesser son âme pure,
Cette fée si chère dans son cœur...

Lafée

« Quand tu auras désappris à espérer
je t'apprendrai à vouloir »
Sénèque

« On n'est pas moins fautif en ne faisant
pas ce qu'on doit faire qu'en faisant
ce qu'on ne doit pas faire. »

Marc Aurèle

« Que la force me soit donnée de supporter
ce qui ne peut être changé et le courage
de changer ce qui peut l'être mais aussi
la sagesse de distinguer l'un de l'autre. »

Marc Aurèle

« Ce qui trouble les hommes, ce ne sont pas
les choses, ce sont les jugements qu'ils
portent sur les choses. »

Épictète

« Je cherche un homme. »

Diogène de Sinope

« N'essayez pas de devenir un homme qui a
du succès. Essayez de devenir un homme
qui a de la valeur. »

Albert Einstein

Tu seras un homme, mon fils

Si tu peux voir détruit l'ouvrage de ta vie
Et sans dire un seul mot te mettre à rebâtir,
Ou perdre en un seul coup le gain de cent parties
Sans un geste et sans un soupir ;

Si tu peux être amant sans être fou d'amour,
Si tu peux être fort sans cesser d'être tendre,
Et, te sentant haï, sans haïr à ton tour,
Pourtant lutter et te défendre ;

Si tu peux supporter d'entendre tes paroles
Travesties par des gieux pour exciter des sots,
Et d'entendre mentir sur toi leurs bouches folles
Sans mentir toi-même d'un mot ;

Si tu peux rester digne en étant populaire,
Si tu peux rester peuple en conseillant les rois,
Et si tu peux aimer tous tes amis en frère,
Sans qu'aucun d'eux soit tout pour toi ;

Si tu sais méditer, observer et connaître,
Sans jamais devenir sceptique ou destructeur,
Rêver, mais sans laisser ton rêve être ton maître,
Penser sans n'être qu'un penseur ;

Si tu peux être dur sans jamais être en rage,
Si tu peux être brave et jamais imprudent,
Si tu sais être bon, si tu sais être sage,
Sans être moral ni pédant ;

Si tu peux rencontrer Triomphe après Défaite
Et recevoir ces deux menteurs d'un même front,
Si tu peux conserver ton courage et ta tête
Quand tous les autres les perdront,

Alors les Rois, les Dieux, la Chance et la Victoire
Seront à tous jamais tes esclaves soumis,
Et, ce qui vaut mieux que les Rois et la Gloire
Tu seras un homme, mon fils.

Rudyard Kipling

... And I return to nothingness

From the earth we will return

An inevitable fate
The undeniable truth
The paragon of life
Return to the earth
I shut my eyes and the world drops dead
I lift my head and all is born again

From the moment of destruction
We will create ourselves
From the moment of darkness

We will find a new light
I shut my eyes and the world drops dead
I lift my head and all is born again

Breathe life into the ashes
Cleanse us of our actions
The earth will quake if just for a moment
The rivers will run dry by the mire
Embers left in the wake of the lightning
And new life will be born in fire

Bursting into flames

Burning in disdain

Ash to ash

Dust to dust

Turning in the grave

Returning to reclaim

My hollow hideous soul

Fall to the earth like black snow

Envelope my withered bones

Emerging from the cinders

But I'll be back again

When everything is withered

I'll draw my final breath

And shut my eyes as the world drops dead

Then lift my head and all is born again

Breathe life into the ashes

Cleanse us of our actions

Breathe life into the ashes

The earth will quake if just for a moment

The rivers will run dry by the mire

Embers left in the wake of the lightning

And new life will be born in fire

Bursting into flames

Burning in disdain

Ash to ash

Dust to dust

Turning in the grave

Returning to reclaim

My hollow hideous soul

Fall to the earth like black snow

Envelope my withered bones

Ash to ash

Dust to dust

Fall to the earth like black snow

Bursting into flames

Burning in disdain

Ash to ash

Dust to dust

Turning in the grave

Returning to reclaim

My hollow hideous soul

Fall to the earth like black snow

Envelope my withered bones

I am a hideous soul

Lorna Shore

Le chant du cygne

Ainsi qu'un blanc navire, indolent et gracieux,
Le grand cygne s'ébat d'une aile triomphale ;
Son plumage neigeux fait d'albâtre et d'opale
Ondoe parmi les fleurs et les joncs capricieux.

L'étendue de saphirs du lagon silencieuse,
Teintée d'or et de feu à l'heure vespérale,
Murmure mollement – ondulant en spirale –
Sous les flancs languissants de l'oiseau mystérieux.

Ainsi chante le cygne, infatigable et froid,
Vouant le long du Styx comme un insigne Roi
Harassé par l'ennui et les âpres tourments.

Et les dieux en émoi, et la nature aimante
Contemplant l'animal qui sur l'onde écumante,
Disparaît comme un songe entre deux firmaments.

Rémi Jallageas

Remerciements

J'ai pu réaliser ce doctorat grâce au projet SFERA III au sein du laboratoire PROMES à Perpignan. Je remercie donc l'ancien directeur, Alain Dollet, et la directrice qui lui a succédé, Françoise Bataille.

Je remercie ensuite les membres du jury qui ont accepté d'examiner mon travail. Je remercie particulièrement Benoît Rousseau et Pascal Reynaud pour le temps qu'ils ont consacré à rapporter mes travaux ainsi que pour les commentaires et questions pertinents qu'ils ont pu m'adresser à cet égard. Je remercie également Bernard Claudet pour avoir accepté de présider le jury de thèse.

Je souhaite également remercier ceux qui m'ont encadré pendant cette thèse : Olivier Faugeroux en tant que directeur de thèse, Stéphane Thil et Thierry Chotard en tant que co-encadrants. Olivier a su m'accompagner dans tous les instants de cette aventure, son attachement permanent au « sens de la pensée » dans la construction des phrases que je réalise systématiquement à l'envers et son esprit paternel ont su m'emmener jusqu'à la rédaction de ce manuscrit. Stéphane et son humour à tout épreuve, ont été d'un soutien sans faille pendant la réalisation de ces travaux, maître typographe et allergique aux « cliquodromes ».

Ce travail a été réalisé dans le sillage de celui de Yasmine Lalau que je tiens à remercier une fois de plus pour les conseils qu'elle m'a prodigués avant cette thèse, au début et finalement pour sa présence dans le jury de thèse qui m'honore.

Je me suis lancé dans cette aventure qu'est une thèse un peu par hasard, même si beaucoup de mes enseignants m'ont guidé dans cette voie qui me paraissait surréaliste. En premier lieu Jean-Michel Martinez et Jean-Claude Hænel, qui ont été les premiers à m'affirmer que j'allais continuer les études, j'avais ri à l'époque. Ensuite vint Maxime Perier-Muzet, qui m'a permis de réaliser deux stages au laboratoire PROMES : un sous sa tutelle, un autre sous la tutelle de Driss Stitou que je remercie également au passage. Maxime m'a encouragé à réaliser cette thèse, de plus, il m'a été d'un soutien moral précieux pendant mes études et ma thèse. Pour rester dans la lignée de mes enseignants, je remercierai Régis Olivès pour son côté pragmatique et son rôle de président de l'école d'ingénieur, Françoise Bataille qui a supervisé le projet de cinquième année de l'école d'ingénieur et Sébastien Mey-Cloutier dont les connaissances semblaient infinies.

J'ai eu l'occasion de partager quelques mois de travail à Limoges avec Élise Hugon que je remercie pour sa bonne humeur à toute épreuve. J'ai rencontré à cette occasion Charlène Pellegrini qui s'est retrouvée dans la même résidence que moi et qui venait également du laboratoire PROMES, du site d'Odeillo, pour réaliser des travaux à l'IR-CER. Charlène qui, quelques mois plus tard, m'a hébergé le temps de mes campagnes expérimentales à Odeillo.

Citer ces campagnes expérimentales me porte à remercier Emmanuel Guillot, pour la patience qu'il a eu et les conseils qu'il m'a prodigués. Nicolas Boulet, pour son aide pour la mise au foyer du kaléidoscope, dont l'œil est sans faille. Je tiens à remercier toute

l'équipe du SISIA sans qui les installations solaires ne seraient qu'une photographie dans un musée. Je remercie également Reine Reoyo-Prats pour l'aide qu'elle a pu m'apporter au cours de ma thèse. Je tiens également à remercier Alain Proust, encore une fois, pour l'aide précieuse apportée pour l'interprétation des résultats d'émission acoustique ainsi que pour les conseils avisés qui ont facilité la remise en service du banc IMPACT.

Je tiens à remercier mon voisin de bureau, Romain Mannini, pour m'avoir suivi dans mon délire de citations accrochées au mur. Je remercie également tous les membres du bureau qui fut, jadis, nommé « l'aquarium », disparu au profit d'une salle de pause.

Je tiens à porter une révérence à Pascal, alias « Cawete » ou encore « Panoramix » en raison de sa moustache intrigante. Ses conseils avisés et son expérience dans le domaine de la transmission des ondes m'ont permis de mettre le doigt sur certaines choses. Il a été d'un soutien permanent, même lors d'appels téléphoniques à des heures déraisonnables... Peut-être qu'habiter en Guadeloupe facilite le fait de répondre à quelqu'un qui appelle à deux heures du matin en métropole ?

Je tiens à remercier tout particulièrement mes amis. Antoine, pour avoir cru en moi alors que moi-même n'y croyait plus dans des situations parfois incongrues. Thomas, mon compagnon insomniaque (on est deux au moins) pour mes longues veillées de questions existentielles, drôle de personnage pâle qui prend feu au soleil et ne mange pratiquement que des pâtes, certains pensent que c'est un vampire, mais personne n'en est vraiment sûr.

Mes parents, qui ont su m'épauler, patiemment. Mon père, qui m'a toujours poussé à être plus curieux et à me poser davantage de questions. Ma mère, pour qui les sciences relèvent de la sorcellerie, qui a pris le temps de lire et de relire ce manuscrit.

Mon frère, qui malgré la distance, a su être là quand il le fallait. Un homme pour qui l'aventure prend un autre sens...

Ma compagne, qui m'accompagne, qui m'épaulé, me relève. Sans elle, tout cela ne serait possible, ni un songe, ni même un rêve. Je n'aurai ni la place ni les mots pour lui rendre ici ce qu'elle me donne.

À mon fils, que je remercie d'être simplement à mes côtés.

Table des matières

Remerciements	i
Table des matières	iii
Liste des figures	vii
Liste des tableaux	xi
Nomenclature	xiii
Introduction générale	1
1 Contexte et position de l'étude	3
1.1 Contexte général	3
1.2 Les centrales solaires à concentration	4
1.3 Récepteur pour centrales solaires à concentration	6
1.3.1 Enjeux	6
1.3.2 Comportement thermomécanique	6
1.3.3 Les matériaux utilisés	7
1.3.4 Le carbure de silicium	8
1.3.4.1 Utilisation du carbure de silicium	9
1.3.4.2 Comportement mécanique	9
1.3.4.3 Utilisation pour les récepteurs	10
1.4 Méthodes d'assemblage du carbure de silicium	10
1.4.1 Méthodes existantes	10
1.4.2 Brasure BraSiC®	11
1.4.3 Limites actuelles	13
1.5 Caractérisation mécanique et thermomécanique	13
1.5.1 Technologies existantes de contrôle non destructif	14
1.5.2 Solution retenue	14
2 Émission acoustique	17
2.1 Principe de l'émission acoustique et définitions associées	17
2.1.1 Principe	17
2.1.2 Événements et salves	17
2.1.3 Ondes de Lamb	18
2.1.4 Descripteurs	19
2.1.4.1 Descripteurs temporels	19
2.1.4.2 Descripteurs fréquentiels	21
2.1.5 Test de Hsu-Nielsen	22

2.1.6	Effet Kaiser	22
2.2	Paramètres d'acquisition	23
2.2.1	Impédance acoustique	23
2.2.2	Fenêtres temporelles glissantes	24
2.2.3	Autres paramètres	25
2.3	Étude du carbure de silicium	26
2.4	Conclusion	27
3	Flexion quatre points	29
3.1	Objectif	29
3.2	Principe et banc expérimental	29
3.2.1	Principe	29
3.2.2	Banc expérimental de flexion quatre points	31
3.2.2.1	Description générale	31
3.2.2.2	Détermination du capteur de force à utiliser	31
3.2.2.3	Suivi de la déformation de l'échantillon	32
3.2.2.4	Suivi de l'émission acoustique	34
3.2.3	Méthode d'acquisition	35
3.3	Échantillons de flexion quatre points	35
3.4	Protocole expérimental	35
3.4.1	Essais en rampe simple	37
3.4.2	Essais en charge-décharge	37
3.5	Résultats	38
3.5.1	Isotropie du comportement en traction - compression	38
3.5.2	Résistance à la rupture	40
3.5.3	Linéarité déformation-contrainte	42
3.5.4	Détermination des modules de Young apparents	42
3.5.5	Déformation permanente	45
3.5.6	Émission acoustique	45
3.6	Observation microscopique	51
3.6.1	Microscopie optique	52
3.6.2	Microscopie électronique à balayage	52
3.7	Conclusion	55
3.7.1	Comportement mécanique	55
3.7.2	Mécanisme de rupture	55
4	Banc IMPACT	57
4.1	Objectif	57
4.2	Historique des fours solaires	57
4.3	Les fours solaires du laboratoire PROMES	60
4.4	Principe de fonctionnement du banc IMPACT	62
4.4.1	Description générale du banc expérimental	62
4.4.2	Les volets de régulation du flux incident	63
4.4.3	Le kaléidoscope	64
4.4.4	La centrale d'acquisition	65
4.4.5	Le pyromètre	65
4.4.6	Le support expérimental du banc IMPACT	66
4.4.6.1	Mesure des températures en face arrière	68
4.4.6.2	Suivi de l'émission acoustique	68

4.5	Techniques de localisation	70
4.5.1	Principe	70
4.5.2	Technique de localisation utilisée	72
4.6	Mise en œuvre du banc IMPACT	73
4.6.1	Mise en place sur un four solaire	73
4.6.2	Paramétrage	75
4.6.2.1	Module de régulation	75
4.6.2.2	Logiciel AEWIn	75
4.6.3	Réalisation d'un essai	78
4.7	Conclusion	79
5	Comportement thermomécanique	81
5.1	Matériel et méthode	81
5.1.1	Échantillons	81
5.1.1.1	Échantillons homogènes	81
5.1.1.2	Échantillons brasés	81
5.1.2	Protocole expérimental	83
5.1.2.1	Série de référence	83
5.1.2.2	Séries complémentaires	83
5.2	Modélisation du champ de température	85
5.2.1	Objectif	85
5.2.2	Modèle numérique	85
5.2.2.1	Maillage utilisé	85
5.2.2.2	Choix du pas de temps	85
5.2.2.3	Matériaux	86
5.2.2.4	Conditions initiales	87
5.2.2.5	Conditions aux limites	87
5.2.2.6	Flux de chaleur entrant	87
5.2.2.7	Pertes par flux radiatif	88
5.2.2.8	Pertes par flux convectif	88
5.2.3	Validation du modèle numérique	88
5.2.3.1	Température au centre de l'échantillon	89
5.2.3.2	Température au niveau des thermocouples en face arrière	91
5.2.3.3	Bilan	92
5.3	Résultats expérimentaux	93
5.3.1	Conditions expérimentales	93
5.3.2	Paramètres d'acquisition	93
5.3.3	Analyse thermique	94
5.3.4	Émission acoustique	96
5.3.4.1	Bilan général	96
5.3.4.2	Effet Kaiser	97
5.3.4.3	Types d'événements	102
5.3.4.4	Comportement avant rupture	105
5.3.5	Localisation des événements acoustiques et observations	106
5.4	Bilan du comportement thermomécanique	109
5.4.1	Type de rupture	109
5.4.2	Mécanismes mis en jeu	111
5.4.3	Condition de rupture	111
5.5	Conclusion	112

6 Conclusion générale	115
6.1 Bilan général	115
6.2 Perspectives	117
6.2.1 Piste d'élaboration d'un modèle de prévision de la rupture . . .	117
6.2.2 Raffinement de la caractérisation	118
6.2.3 Pistes d'amélioration du banc IMPACT	120
Bibliographie	I
Annexes	IX
A Caractéristiques du carbure de silicium Boostec	X
B Glossaire de résistance des matériaux	XI
C Mesures éprouvettes flexion quatre points	XIII
Index	XV

Liste des figures

1.1	Évolution de la température moyenne de la terre.	4
1.2	Évolution des sources de production électrique.	5
1.3	Centrales solaires à concentration.	5
1.4	Spectre d'émission solaire et d'un corps noir à 1000 °C.	8
1.5	Exemples d'utilisation du SiC Boostec®.	9
1.6	Exemples d'assemblage de SiC Boostec®.	11
1.7	Contrainte à la rupture des assemblages SiC/BraSiC®/SiC.	12
1.8	Faciès de rupture en clivage CEA 1 – 100 µm.	13
2.1	Familles de modes de propagation des ondes de Lamb dans une plaque.	18
2.2	Vitesses des ondes de Lamb, plaque de SiC.	19
2.3	Vitesses des ondes de Lamb, plaque de SiC de 4 mm d'épaisseur.	20
2.4	Schéma d'une salve d'émission acoustique	20
2.5	Schéma et réponse du test de Hsu-Nielsen.	22
2.6	Illustration schématique de l'effet Kaiser. La courbe rouge représente la contrainte, la courbe bleue représente l'apparition des salves lors de l'essai. On remarque que l'activité acoustique est nulle (pas d'augmentation de la courbe bleue) lors des phases de décharge.	23
2.7	Schéma de propagation des ondes entre deux milieux.	24
2.8	Schéma d'une salve d'émission acoustique	24
3.1	Comparaison entre la flexion trois points et la flexion quatre points.	30
3.2	Schéma de la flexion quatre points.	30
3.3	Déformation d'un échantillon de flexion quatre points.	31
3.4	Banc de flexion quatre points	32
3.5	Schéma du pont de Wheatstone.	33
3.6	Schéma de principe de la méthode d'acquisition.	35
3.7	Schéma d'un échantillon de flexion quatre points.	36
3.8	flexion quatre points : rampe simple, CEA 1 – 100 µm.	37
3.9	Illustration des cycles des essais en charge-décharge.	38
3.10	Schéma explicatif des essais en aller retour.	39
3.11	Récapitulatif des résultats.	41
3.12	Essais en rampe simple, module apparent.	43
3.13	Essais en charge-décharge, modules apparents.	44
3.14	Essais en charge-décharge, déformation-contrainte	46
3.15	Émission acoustique pour un échantillon brasé CEA 1 – 100 µm.	47
3.16	Essais en charge-décharge, émission acoustique, amplitude-durée.	48
3.17	Essais en charge-décharge, fréquence moyenne-RA.	49
3.18	Flexion quatre point : formes d'ondes.	50

3.19	Contrainte et salves cumulée au cours d'un essai.	51
3.20	Illustration des différents types de ruptures.	51
3.21	Microscopie optique, échantillon 13.	52
3.22	Microscopie optique, échantillon 23.	52
3.23	Microscopie électronique, échantillon 22.	53
3.24	Microscopie électronique, divers.	54
4.1	Foyer d'un four solaire vertical.	58
4.2	Concentrateur solaire de Lavoisier.	58
4.3	Reproduction du four solaire du Padre Himalaya.	59
4.4	Four solaire de Mont-Louis (photographie de 2006).	59
4.5	Grand four solaire à Odeillo.	60
4.6	Schéma de principe simplifié des différents fours solaires.	61
4.7	Héliostats des fours de 850 W, 1500 W et 6000 W.	62
4.8	Vue d'ensemble et schéma de principe du banc IMPACT.	62
4.9	Schéma fonctionnel du module de régulation du flux incident.	63
4.10	Schéma d'une série de cycles de chauffe sur IMPACT.	64
4.11	Kaléidoscope et résultats de calorimétrie.	65
4.12	Carte d'acquisition d'émission acoustique de la centrale d'acquisition.	66
4.13	Support expérimental du banc IMPACT en cours d'utilisation.	67
4.14	Support d'échantillon du banc IMPACT.	67
4.15	Forme d'onde avec et sans guide d'ondes.	69
4.16	Exemple de localisation par triangulation.	71
4.17	Schéma de localisation par triangulation.	72
4.18	Comparatif des méthodes de localisation.	73
4.19	Servante du banc IMPACT.	74
4.20	Photographies de la mise en place du banc IMPACT.	76
4.21	Photographies de la mise en place d'un essai.	79
5.1	Échantillon pour les essais thermomécaniques.	82
5.2	Série de référence pour les deux campagnes expérimentales.	83
5.3	Séries complémentaires pour la première campagne expérimentale.	84
5.4	Séries complémentaires pour la deuxième campagne expérimentale.	84
5.5	Maillage utilisé pour les modélisations numériques.	86
5.6	Champs de température simulé.	89
5.7	Comparaison modèle - expérience, température au centre.	90
5.8	Comparaison modèle - expérience, température au centre.	90
5.9	Comparaison modèle - expérience, température des thermocouples.	91
5.10	Comparaison modèle - expérience, température des thermocouples.	92
5.11	Température à la rupture en fonction de l'épaisseur.	95
5.12	Différence de température à la rupture en fonction de l'épaisseur.	96
5.13	Émission acoustique, série de référence de la première campagne.	97
5.14	Émission acoustique, série de référence de la première campagne.	98
5.15	Émission acoustique, séries complémentaires de la première campagne.	98
5.16	Émission acoustique, séries complémentaires de la première campagne.	99
5.17	Émission acoustique, série de référence de la deuxième campagne.	99
5.18	Émission acoustique, séries complémentaires de la deuxième campagne.	100
5.19	Émission acoustique, série complémentaire de la deuxième campagne.	100
5.20	Effet Kaiser	101

5.21	Signature acoustique de la rupture d'un échantillon.	102
5.22	Essais thermomécaniques : émission acoustique, amplitude-durée. . .	103
5.23	Essais thermomécaniques : émission acoustique, $f_m - RA$	104
5.24	Activité acoustique avant rupture.	105
5.25	Activité acoustique avant rupture.	106
5.26	Échantillon 79 après rupture.	107
5.27	Échantillon 83 après rupture.	107
5.28	Localisation des événements acoustiques, échantillons brisés.	108
5.29	Microscopie optique : front de fissure.	109
5.30	Distribution des salves avant rupture.	112
6.1	Essais de classification non-supervisée.	119
6.2	Essais de détermination plus fine des groupes.	119
B.1	Différents modes de rupture.	XII

Liste des tableaux

1.1	Valeurs typiques des caractéristiques des centrales solaires.	6
1.2	Propriétés des céramiques réfractaires.	9
1.3	Coefficient de dilatation thermique des brasures CEA 0 et CEA 1. . . .	12
2.1	Valeurs usuelles des fenêtres temporelles.	25
3.1	Échantillons de flexion quatre points.	36
3.2	Récapitulatif des cycles utilisés pour les essais en charge-décharge. . .	39
3.3	Contrainte à la rupture obtenue lors des essais en rampe simple. . . .	40
3.4	Contrainte à la rupture des essais en charge-décharge.	41
3.5	Contraintes à la rupture moyennes.	56
4.1	Variables du programme du module de régulation des volets.	77
5.1	Caractéristiques des échantillons pour les essais thermomécaniques. . .	82
5.2	Essais thermomécaniques : écart relatif température modèle - mesures.	93
5.3	Paramètre d'acquisition IMPACT.	94
5.4	Récapitulatif des essais réalisés et de la rupture ou non de l'échantillon.	95
5.5	Récapitulatif des observations.	110

Nomenclature

Sigles

Sigle	Signification
CEA	Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
DNI	<i>Direct normal irradiation</i>
EA	Émission acoustique
F4P	Flexion quatre points
HDT	<i>Hit definition time</i>
HLT	<i>Hit lockout time</i>
IMPACT	<i>In situ thermo-mechanical probe by acoustic tracking</i>
LITEN	Laboratoire d'innovation pour les technologies des énergies nouvelles et les nanomatériaux
MEB	Microscope électronique à balayage
PDT	<i>Peak definition time</i>
PROMES	Procédés, matériaux et énergie solaire
SFERA	<i>Solar facilities for the european research area</i>
SiC	Carbure de Silicium

Caractères Grecs

Symbole	Description	Unité
α	Coefficient de dilatation thermique	K^{-1}
χ^2	Variable d'ajustement	s^2
δ	Variation de résistance	V
η	Rendement	–
λ^o	Longueur d'onde	m
ν	Fréquence	Hz
Ψ_{abs}	Taux de comptage de l'énergie absolue	$aJ s^{-1}$

ρ	Masse volumique	kg m^{-3}
σ	Contrainte	Pa
τ	Coefficient de transmission acoustique en amplitude	–
ε	Déformation ou émissivité	–

Caractères Latins

Symbole	Description	Unité
A	Amplitude	dB_{EA}
A_V	Amplitude	V
AM	Angle de montée	$\text{dB}_{\text{EA}}/\mu\text{s}$
b	Base	m
c	Célérité	m s^{-1}
<i>coups</i>	Nombre de coups	–
D	Distance	m
d	Durée	μs
E	Module de Young	Pa
E_{abs}	Énergie absolue	aJ
f	Force	N
f_c	Fréquence centroïde	kHz
f_m	Fréquence moyenne	kHz
f_p	Fréquence au pic	kHz
G	Gain	dB_{EA}
H	Hauteur	m
h	Coefficient d'échange convectif	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$
I_g	Moment quadratique	m^4
J	Résistance de la jauge de déformation	Ω
L	Longueur	m
M_z	Moment fléchissant	N m
n_c	Nombre de cycle	–
P	Puissance	W
PP_n	Puissance partielle	%
q	Flux de chaleur surfacique	W m^{-2}
R	Résistance ou coefficient de réflexion des ondes	Ω

RA	Temps de montée sur l'amplitude	$\mu\text{s V}^{-1}$
S_g	Facteur de jauge	–
S_R	Déviatiion standard	–
s_r	Écart-type	–
T	Température	K
t	Temps	s
tdm	Temps de montée	μs
U	Tension	V
v	Vitesse	m s^{-1}
Z	Impédance acoustique	$\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$

Indices

Symbole	Description
ac	Acier
amb	Ambiante
C	Charge
c	Chaude
Car	Carnot
D	Décharge
d	Descente
d	Début
E	Module de Young
f	Fin
fr	Froide
ft	Fibre tendue
fu	Fusion
m	Montée
max	Maximal(e)
p	Permanente
pb	Palier bas
ph	Palier haut
r	Rupture
rd	Rampe de début

<i>rf</i>	Rampe de fin
<i>SiC</i>	Carbure de silicium
<i>ss</i>	Siliciure
<i>T</i>	Température

Exposants

Symbole	Description
<i>m</i>	Mécanique
<i>onde</i>	Onde
<i>T</i>	Thermique

Introduction générale

Dans un contexte de transition énergétique, une démarche d'optimisation des systèmes de production d'énergie renouvelable est nécessaire. L'énergie solaire est une des ressources renouvelables les plus abondantes sur Terre. Les centrales solaires à concentration représentent une solution prometteuse de conversion de l'énergie solaire en électricité. Aujourd'hui, de nombreuses études visent à augmenter les rendements de ces centrales par l'optimisation des cycles thermodynamiques utilisés, la conception de solutions de stockage ou encore l'augmentation de la température des récepteurs.

Cette thèse est financée par le projet européen SFERA III (*Solar Facilities for the European Research Area*) qui rassemble 15 partenaires dans 9 pays :

- le centre national de la recherche scientifique (CNRS), le commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) et la société euronovia en France,
- le centre pour la recherche énergétique, environnementale et technologique (CIEMAT), l'institut d'études avancées de Madrid (IMDEA) et l'université d'Alemria (UAL) en Espagne,
- l'agence nationale pour les nouvelles technologies et l'énergie et le développement économique durable (ENEA) en Italie,
- le centre allemand pour l'aéronautique et l'astronautique (DLR) et l'institut Fraunhofer (FRAUNHOFER) en Allemagne,
- l'université d'Évora (UEVORA) et le laboratoire national d'énergie et de géologie (LNEG) au Portugal,
- l'école polytechnique fédérale de Zurich en Suisse,
- l'institut chypriote de Chypre,
- l'université technique du Moyen-Orient (METU) en Turquie,
- l'association européenne de l'électricité solaire thermique (ESTELA) en Belgique.

Le projet SFERA III a pour but de pérenniser les infrastructures européennes de recherche sur l'énergie solaire à concentration. Cette thèse s'inscrit dans le *workpackage 9*, dont l'objectif est le suivi des propriétés physiques des matériaux des récepteurs au foyer des installations solaires à concentration.

Ce travail s'articule autour de deux objectifs principaux : l'amélioration d'un outil de diagnostic et de caractérisation des matériaux sous flux solaire concentré (le banc IMPACT) ; puis la caractérisation thermomécanique des assemblages de carbure de silicium brasés à l'aide de deux nuances de brasures BraSiC[®] (CEA 0 et CEA 1).

Le banc IMPACT a été développé lors d'une série de thèses [1, 2]. C'est un outil de diagnostic et de caractérisation en temps réel, grâce à l'émission acoustique, des matériaux sous flux solaire concentré. Cette technique permet de discriminer et de localiser les mécanismes d'endommagement au sein du matériau. Ce dispositif prometteur

appelle à être davantage développé, afin d'en faciliter la mise en œuvre et l'analyse des résultats des essais.

Le carbure de silicium (SiC) est un matériau aux caractéristiques intéressantes pour la fabrication des récepteurs solaires. Les pièces de grande taille, comme un récepteur solaire, ne peuvent pas être réalisées d'un seul morceau : il est nécessaire de recourir à des assemblages pour les réaliser. Les brasures BraSiC® ont été développées pour résister à haute température (de l'ordre de 1000 °C) et présentent des propriétés mécaniques satisfaisantes. Le comportement thermomécanique de tels assemblages est cependant mal connu. La caractérisation du comportement thermomécanique de deux nuances de brasure BraSiC® (CEA 0 et CEA 1) sera réalisée sur le banc IMPACT.

Ce document est articulé en cinq chapitres. Le chapitre 1 expose le contexte de ce travail et donne les éléments de compréhension de l'étude des assemblages de carbure de silicium (SiC) de type SiC/BraSiC®/SiC. Le chapitre 2 s'intéresse à la technique de l'émission acoustique. Il apporte les éléments nécessaires à la compréhension des essais et des résultats présentés dans les chapitres 3 et 5. De plus, il permet d'appréhender le fonctionnement et l'intérêt du banc IMPACT présenté au chapitre 4. Le chapitre 3 se focalise sur une étude des assemblages SiC/BraSiC®/SiC en flexion quatre points, avec le suivi de l'émission acoustique au cours des essais. Ce chapitre permet de comprendre le comportement des assemblages SiC/BraSiC®/SiC lors de sollicitations simples et connues. Le chapitre 4 décrit le fonctionnement du banc IMPACT, afin de mieux appréhender les résultats qui en proviennent. De plus, il propose un protocole de mise en œuvre du banc. Le chapitre 5 est dédié à la compréhension du comportement thermomécanique et des mécanismes de rupture des assemblages SiC/BraSiC®/SiC. Cela passe par des essais réalisés sur le banc IMPACT et la modélisation du champ de température au sein des échantillons à l'aide du logiciel Comsol®.

Chapitre 1

Contexte et position de l'étude

1.1 Contexte général

Dans un contexte de réchauffement climatique, un indicateur de l'état de la planète est la température moyenne de la surface de la planète. On peut voir sur la [figure 1.1](#) que cette température a augmenté de près de 1 °C depuis 1960. Ce réchauffement est principalement dû aux émissions de gaz à effet de serre tels que le dioxyde de carbone ou le méthane. La production d'électricité est un point clé vis-à-vis des émissions de gaz à effet de serre avec une consommation qui ne cesse d'augmenter. La [figure 1.2](#) montre les différentes sources de production d'électricité entre 1990 et 2019. On remarque que les quatre sources les plus importantes sont le charbon, le gaz naturel, le nucléaire et l'hydraulique. La consommation mondiale d'énergie a atteint près de 600 EJ en 2020, dont 12 % a été produite à l'aide de ressources renouvelables [3]. Afin de respecter le scénario « zéro émissions » à l'horizon 2050 de l'agence internationale de l'énergie, toutes les technologies exploitant les énergies renouvelables doivent connaître une croissance importante.

Compte tenu de la consommation énergétique mondiale et des ressources disponibles, la récupération et l'utilisation de l'énergie solaire est une piste prometteuse pour la transition énergétique. Les principaux avantages du solaire à concentration sont l'intégration du stockage thermique, pour un lissage de la production, et l'élévation en température, pour accroître les rendements selon le rendement du cycle de Carnot :

$$\eta_{Car} = 1 - \frac{T_c}{T_{fr}} \quad (1.1)$$

avec :

- T_c la température de la source chaude du cycle (K),
- T_{fr} la température de la source froide (K).

Le principe général de fonctionnement d'une centrale solaire à concentration est de capter l'énergie solaire pour la transmettre à un fluide caloporteur qui alimente un cycle thermodynamique ou un système de stockage. Les centrales solaires à concentration comptent aujourd'hui 6,2 GW installés dans le monde entier, 1,4 GW en construction et 1,5 GW en projet [4]. Elles ont produit 14 TWh d'électricité en 2020 et devraient produire 240 TWh en 2030 dans le cadre du scénario « zéro émissions » [5]. Parmi les technologies des centrales solaires à concentration, les centrales cylindro-paraboliques sont les plus répandues. Néanmoins, les centrales à tour permettent d'obtenir des

facteurs de concentration plus élevés, ce qui représente un avantage non négligeable. Ainsi, les niveaux de température atteints par le fluide caloporteur sont plus importants (600 à 1000 °C).

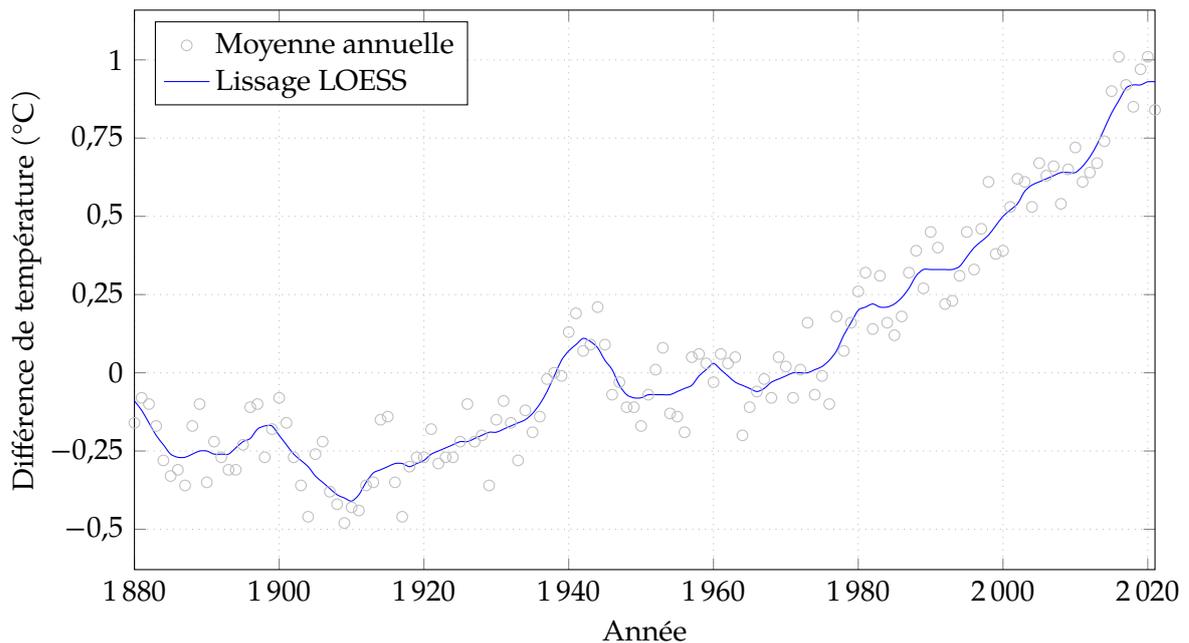


FIGURE 1.1 – Différence entre la température moyenne de la surface de la terre de 1880 à 2020 et la température moyenne de la surface de la terre entre 1951 et 1980 (source : <https://climate.nasa.gov/vital-signs/global-temperature>).

1.2 Les centrales solaires à concentration

Aujourd'hui, quatre types de technologies sont majoritaires [6] :

- les centrales à tour [7] : un champ d'héliostats (constitué de miroirs plans ou légèrement concaves) concentre le rayonnement solaire au sommet d'une tour qui contient le récepteur,
- les centrales linéaires, dites de Fresnel [8] : des miroirs plans ou légèrement concaves sont disposés proches du sol et concentrent le rayonnement solaire sur un tube absorbeur (avec ou sans double réflexion),
- les centrales paraboliques [9] : un récepteur est placé au point focal d'un miroir parabolique qui concentre le rayonnement solaire, l'élément de production est généralement un moteur Stirling [10] directement placé au point focal de la parabole,
- les centrales cylindro-paraboliques [11] : des miroirs cylindro-paraboliques permettent de concentrer le rayonnement solaire sur un tube absorbeur.

La figure 1.3 donne une vue d'ensemble de ces technologies.

Ces différentes technologies peuvent être regroupées en deux catégories : les centrales à concentration linéaire (cylindro-parabolique et Fresnel) et les centrales à concentration ponctuelle (centrales paraboliques et centrales à tour). Les centrales à concentration linéaire doivent avoir un système de suivi solaire sur un axe, tandis que deux axes

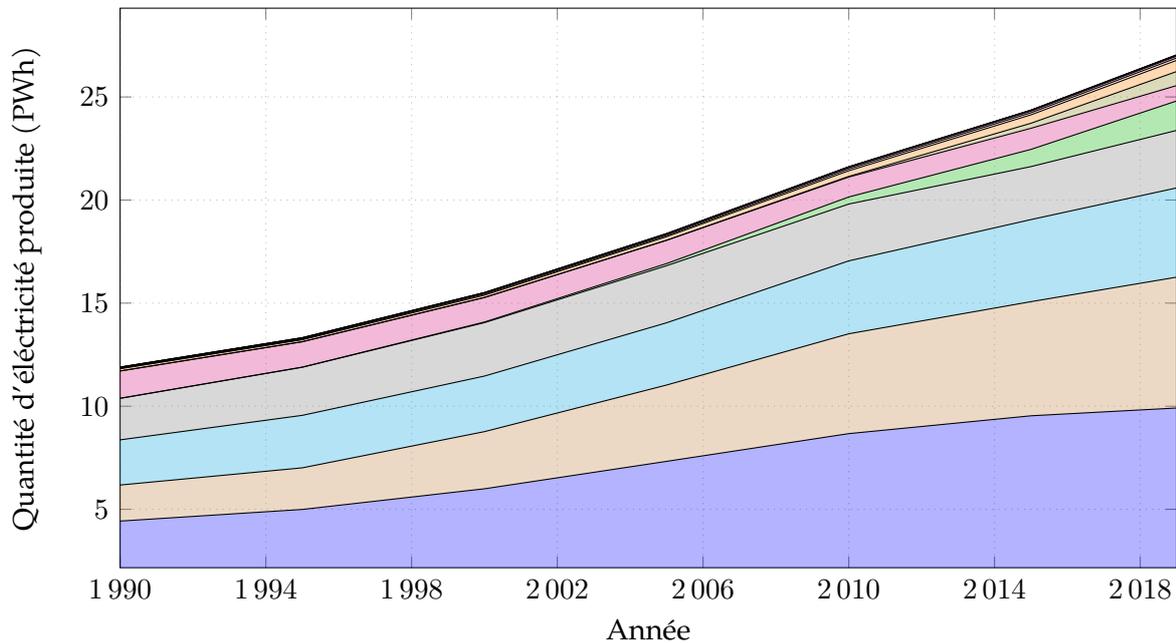
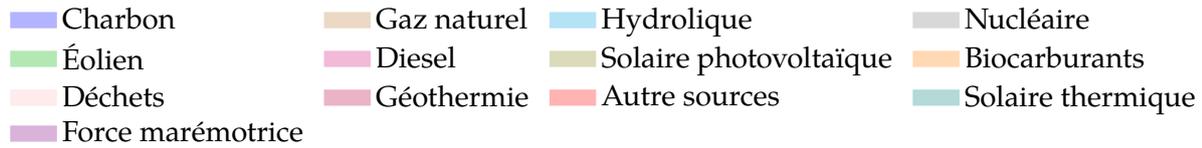


FIGURE 1.2 – Évolution des différentes sources de production d'électricité dans le monde (source : <https://www.iea.org/fuels-and-technologies/electricity>).

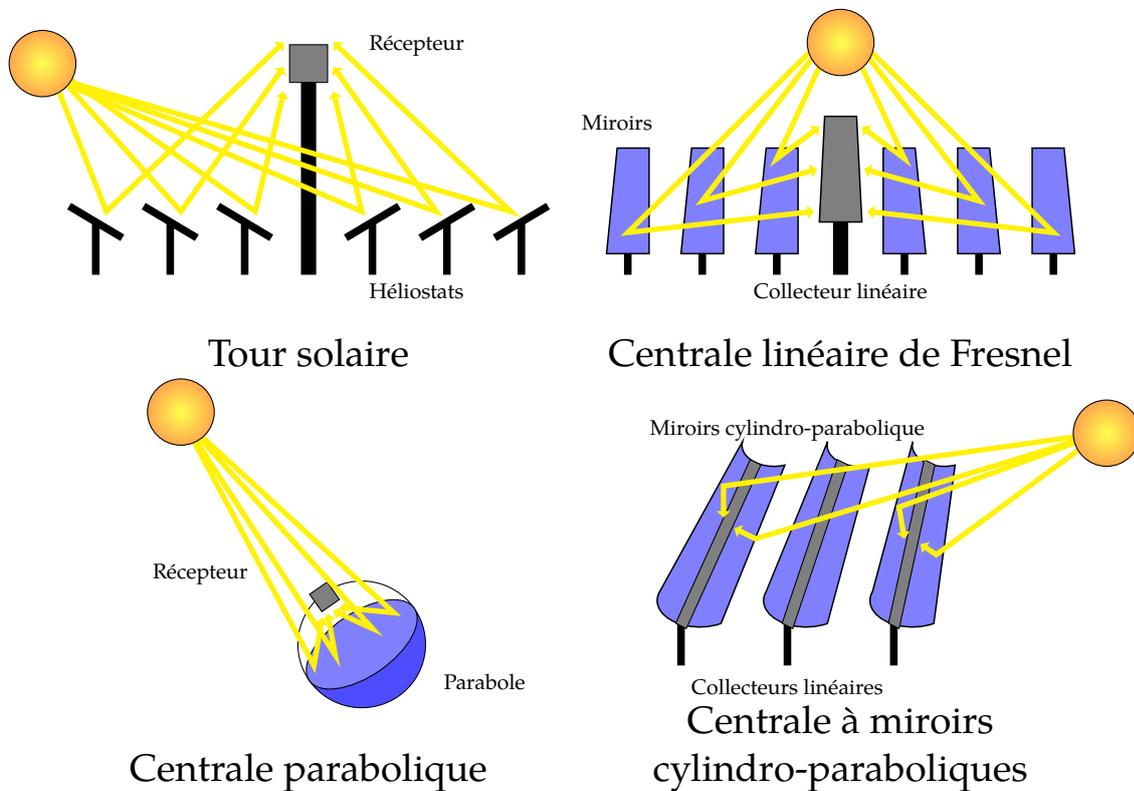


FIGURE 1.3 – Vue d'ensemble des différentes technologies de centrales solaires à concentration.

sont nécessaires pour les centrales à concentration ponctuelle. Selon le rendement d'un cycle de Carnot (équation (1.1)), nous avons vu que le rendement global d'une centrale solaire dépend de la température du fluide caloporteur. Les effets d'échelle permettent de réduire les coûts de production avec l'augmentation du volume d'énergie produite [12]. L'idée globale est donc d'augmenter la puissance des installations, ainsi que la température du récepteur. Les valeurs typiques du facteur de concentration, de la température de fonctionnement, ainsi que de la puissance des installations sont données dans le tableau 1.1. Les deux technologies qui ressortent au niveau des températures d'utilisation sont les paraboles et les centrales à tour. L'avantage principal des centrales à tour par rapport aux centrales paraboliques est la facilité de mise en œuvre d'une installation de grande taille. Les centrales solaires à tour représentent donc une solution prometteuse pour la transition énergétique. Le principal verrou technologique de ces installations est la tenue du récepteur en température et à l'oxydation.

Technologie	Facteur de concentration	Température (°C)	Puissance (MW)
Cylindro-parabolique	30 à 100	< 600	10 à 320
Linéaire de Fresnel	10 à 40	< 400	10 à 200
Parabolique	600 à 7500	< 1500	0,01 à 0,025
Tour solaire	> 1000	< 1000	10 à 200

TABLEAU 1.1 – Valeurs typiques du facteur de concentration, de la température de fonctionnement, ainsi que de la puissance des installations [8, 9, 13].

1.3 Récepteur pour centrales solaires à concentration

1.3.1 Enjeux

L'élément clé d'une centrale solaire à concentration est le récepteur. Son rôle est d'absorber l'énergie solaire concentrée par un champ d'héliostats pour ensuite la transférer à un fluide caloporteur. Un récepteur est donc un convertisseur d'énergie radiative en énergie thermique. Afin d'optimiser son fonctionnement, il faut veiller à ce qu'il :

- absorbe un maximum d'énergie radiative,
- transfère un maximum d'énergie thermique au fluide caloporteur,
- perde un minimum d'énergie thermique.

Il faut donc s'assurer que le matériau dont il est constitué ait :

- une absorptivité proche de 1 dans le spectre solaire,
- une conductivité et une diffusivité thermique maximales,
- une émissivité faible dans l'infrarouge.

1.3.2 Comportement thermomécanique

L'étude du comportement thermomécanique d'une structure consiste à comprendre le lien entre les sollicitations thermiques et les contraintes mécaniques qu'elles engendrent. Les sollicitations thermiques auxquelles est soumis le matériau vont non

seulement engendrer des contraintes mécaniques, mais aussi des changements dans les propriétés du matériau (changement de coefficient de dilatation thermique, de conductivité thermique, de chaleur spécifique, voir l'exemple du carbure de silicium Boostec®, [annexe A](#)). L'étude du comportement thermomécanique va donc nécessiter d'étudier la réponse du matériau à des sollicitations thermiques diverses. Cette étude est importante pour la compréhension du comportement des matériaux constitutifs des récepteurs des centrales solaires. En effet, ces récepteurs sont soumis à des conditions d'utilisation sévères :

- des hautes températures, de l'ordre de 1000 °C en face avant,
- de hauts flux, de l'ordre de 300 kW m⁻²,
- de fortes variations de flux, avec des cycles longs (jour/nuit) et des cycles courts (passage nuageux),
- de forts gradients thermiques, de l'ordre de 7 K mm⁻¹ [14].

De plus, les contraintes thermiques peuvent être intrinsèques à la composition du matériau : par exemple, l'hétérogénéité des coefficients de dilatation thermique des deux phases d'un matériau biphasé va induire un différentiel de dilatation au sein du matériau lors d'une sollicitation thermique.

1.3.3 Les matériaux utilisés

La plupart des centrales solaires utilisent des sels fondus ou de la vapeur surchauffée comme fluide caloporteur. Dans les deux cas, les récepteurs sont soumis à des températures élevées dans un environnement corrosif. Ainsi, le matériau constitutif d'un récepteur doit pouvoir résister aux agressions chimiques dans toute la gamme de température d'utilisation du récepteur.

Conformément à ce qui a été vu à la [section 1.3.1](#), le matériau utilisé doit posséder une absorptivité maximale dans la plage de longueur d'onde du spectre solaire et minimale ailleurs, particulièrement dans les infrarouges. Cela s'appelle un matériau sélectif. Le spectre solaire et le spectre d'émission d'un corps noir à 1000 °C sont tracés sur la [figure 1.4](#). La courbe en pointillés présente l'absorbance ainsi que l'émittance d'un matériau idéal pour récepteur solaire. En effet, la loi de Kirchhoff indique que l'absorbance est égale à l'émittance, pour chaque longueur d'onde et chaque direction [15]. Cela permet d'absorber au maximum le rayonnement solaire et de limiter les pertes par rayonnement. La sélectivité du matériau est souvent obtenue à l'aide de revêtements de surface [16]. Concrètement, un matériau sélectif idéal possède une absorptivité valant 1 pour les longueurs d'onde de 0 à 1400 nm et 0 pour les longueurs d'ondes supérieures à 1400 nm [17].

Le but principal d'un récepteur étant de transférer le plus possible de chaleur à un fluide caloporteur, le matériau doit également posséder la plus grande conductivité et la plus grande diffusivité thermique possible. La conductivité thermique représente la capacité du matériau à transférer la chaleur en régime permanent. La diffusivité représente sa capacité à transférer la chaleur sans la stocker, ce qui est important pour les régimes dynamiques.

Les récepteurs des centrales doivent enfin supporter des températures élevées. Leur matériaux doivent donc conserver leur résistance mécanique et chimique, leurs propriétés thermiques et leur sélectivité dans la gamme de températures d'utilisation du récepteur.

Les solutions retenues et les plus utilisées dans les centrales commerciales sont les alliages à base de nickel et de chrome (exemples : Inconel[®], Hastelloy[®]). Ils permettent des températures maximales d'utilisation de l'ordre de 900 °C.

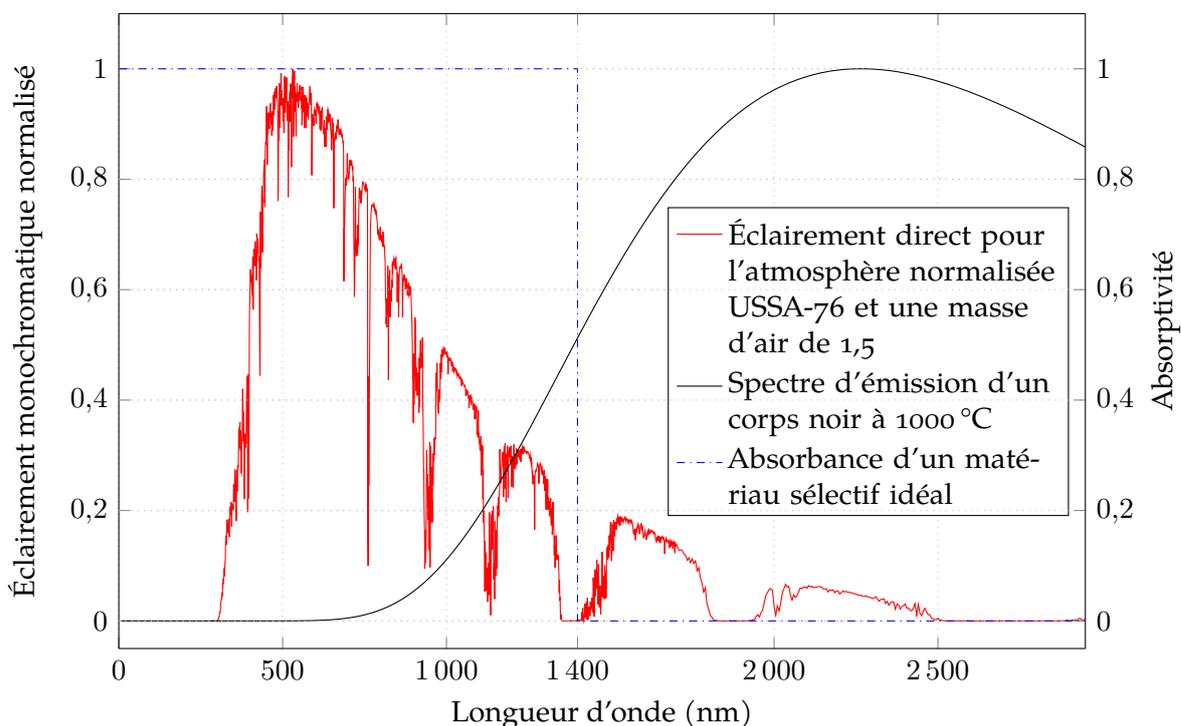


FIGURE 1.4 – Distribution spectrale de l'éclairement pour une atmosphère normalisée USSA-76 et une masse d'air de 1,5 (données NREL, <https://www.nrel.gov/grid/solar-resource/spectra-am1.5.html>) et spectre d'émission d'un corps noir à 1000 °C.

Pour augmenter les températures d'utilisation des récepteurs, il est nécessaire de se diriger vers des matériaux céramiques comme l'alumine ou le carbure de silicium (SiC). Ces matériaux possèdent un éventail de propriétés intéressantes pour la fabrication de récepteurs solaires, notamment des températures de fusion très élevées. Le [tableau 1.2](#) donne les propriétés de quelques céramiques réfractaires : par comparaison, la température de fusion de l'Inconel 625[®] est de 1350 °C. Le verrou technologique principal de ces matériaux est leur comportement fragile, c'est-à-dire leur tendance à casser brutalement quand la contrainte subie dépasse la contrainte admissible par le matériau. On remarque dans le [tableau 1.2](#) que le carbure de silicium possède de meilleures propriétés que l'alumine pour réaliser un récepteur solaire. Le carbure de silicium semble donc être un bon candidat pour les récepteurs des centrales solaires à tour en raison de sa meilleure tenue en température que les alliages métalliques et de ses bonnes propriétés thermiques à haute température. Cependant, il est difficile de produire de gros composants d'une seule pièce en carbure de silicium. On les réalise alors à partir d'assemblages [18]. Néanmoins, le comportement thermomécanique à la rupture de tels assemblages est encore mal connu aujourd'hui.

1.3.4 Le carbure de silicium

Le carbure de silicium utilisé pour cette thèse est synthétisé par Mersen[®] sous l'appellation SiC Boostec[®]. Les propriétés de ce matériau sont données en [annexe A](#).

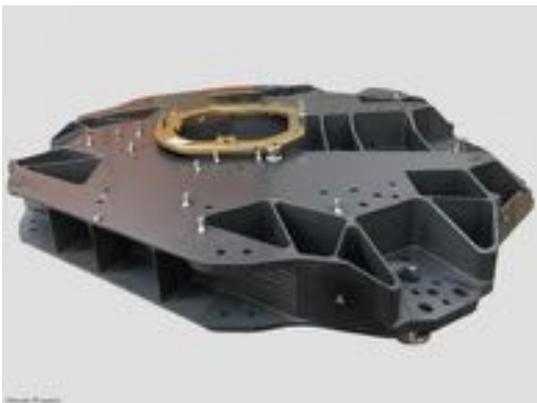
Céramique	Température de fusion (°C)	Conductivité thermique à 1000 °C ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	Résistance en traction (MPa)	Émissivité
Alumine ([19, 20])	2050	6,2	220	0,25
SiC (Boostec® [21])	2700	39	210	0,7

TABLEAU 1.2 – Propriétés de quelques céramiques réfractaires.

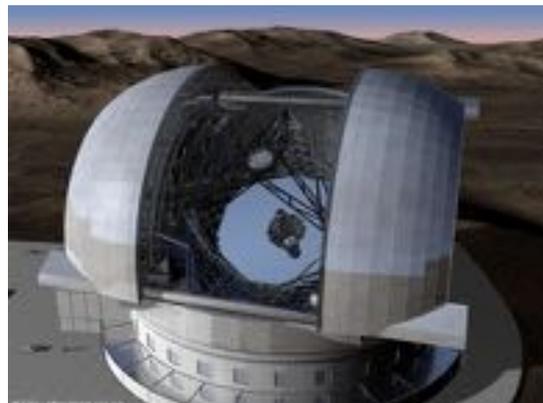
C'est un carbure de silicium obtenu par frittage. Les pièces mesurant plus de $1,7 \times 1,2 \times 0,4 \text{ m}^3$ sont réalisées en plusieurs parties, puis assemblées.

1.3.4.1 Utilisation du carbure de silicium

Le SiC Boostec® est utilisé dans l'industrie des semi-conducteurs [22], où il permet de réaliser, par exemple, des semi-conducteurs acceptant des températures de travail élevées (de l'ordre de 300 °C). On le retrouve également dans les échangeurs de chaleur pour sa grande résistance aux agressions chimiques et sa bonne conductivité thermique [21]. Dans l'aérospatiale, le SiC Boostec® est utilisé, par exemple, pour la fabrication de structures légères et stables pour les instruments en orbite [23]. La figure 1.5a illustre une structure utilisée dans l'industrie de l'opto-mécanique. On peut voir sur la figure 1.5b un miroir parabolique de télescope en carbure de silicium [18, 24, 25].



(a) Structure ultrastable.



(b) Miroir de télescope en SiC.

FIGURE 1.5 – Exemple d'utilisations du SiC Boostec®.

1.3.4.2 Comportement mécanique

Le carbure de silicium est une céramique et possède un comportement fragile. En effet, si on dépasse la limite de déformation élastique du matériau, il casse de manière brutale. De plus, la limite d'élasticité théorique seule ne représente pas la résistance réelle d'un matériau céramique. Pour avoir une meilleure estimation de la probabilité de rupture à une contrainte donnée, il serait préférable de prendre en compte le modèle de Weibull [26, 27]. Un module de Weibull élevé représente une dispersion faible des résultats d'essais et par conséquent une répartition plus homogène des défauts dans le matériau, induisant un comportement plus prévisible. En effet, la rupture dans une céramique intervient lorsqu'une contrainte locale dépasse la contrainte à la rupture

du matériau. Cependant, les défauts présents au sein du matériau produisent des concentrations locales de contraintes pouvant donner lieu à la rupture du matériau alors que la contrainte globale est nettement en deçà de la contrainte à la rupture du matériau.

Le carbure de silicium Boostec® est un matériau parfaitement isotrope [28]. Des essais ont été conduits sur IMPACT (voir chapitre 4) sur des échantillons en carbure de silicium homogène et ont mené à la rupture d'un échantillon. Cependant, les causes exactes de la rupture ne sont pas connues, l'hypothèse principale est qu'une mine de crayon, utilisée pour le test de Hsu-Nielsen (voir section 2.1.5) a créé un point froid, conduisant à la rupture de l'échantillon. Les autres échantillons en carbure de silicium ont cependant résisté aux expériences et ont généré une activité acoustique faible, ce qui indique un très faible endommagement du matériau [2].

1.3.4.3 Utilisation pour les récepteurs

Les avantages principaux d'un récepteur en carbure de silicium sont sa stabilité chimique et sa tenue en température (jusqu'à 1400 °C). En effet, la face avant d'un tel récepteur peut atteindre des températures supérieures à 1000 °C. À ces températures, les alliages métalliques tels que l'Inconel ont tendance à se dégrader et à devenir ductile. Par rapport à d'autres céramiques telles que la zircone ou l'alumine, le carbure de silicium a pour avantage d'avoir une meilleure conductivité thermique : à 1000 °C, environ 26 W m⁻¹ K⁻¹ pour la zircone, 6,2 W m⁻¹ K⁻¹ pour l'alumine et 39 W m⁻¹ K⁻¹ pour le SiC [29, 20, 21].

Les limites majeures du carbure de silicium sont son comportement fragile et la nécessité de recourir à des assemblages pour les grandes pièces. Un essai de récepteur en SiC a été réalisé, mais a conduit à la ruine de ce dernier [30].

1.4 Méthodes d'assemblage du carbure de silicium

1.4.1 Méthodes existantes

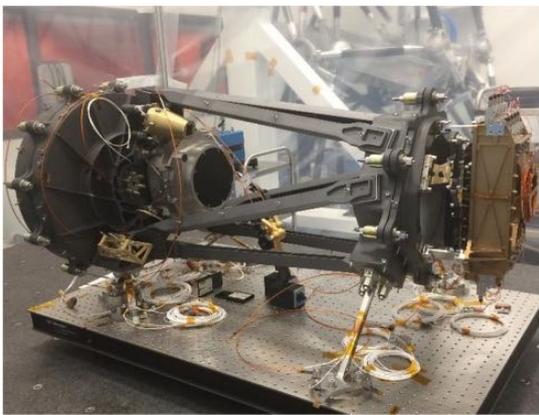
Les méthodes d'assemblage d'éléments en SiC sont diverses [18, 23, 24, 25, 31] : le collage (époxy), le boulonnage ou le brasage. La figure 1.6 montre des exemples d'assemblage. L'assemblage boulonné (figure 1.6a) est utilisé pour une structure supportant une instrumentation. L'assemblage brasé (figure 1.6b) est une partie d'une éprouvette de flexion. Le brasage est un procédé thermique d'assemblage permanent. Il permet l'assemblage de deux pièces de matériaux identiques ou non. C'est une technique d'assemblage largement utilisée dans un grand nombre de domaines, allant de l'industrie chimique à la fabrication d'instruments de musique (surtout les instruments à vent), en passant par l'aérospatiale et les industries de production énergétique. Il existe deux procédés de brasage différents.

- Le brasage classique, qui nécessite un matériau d'apport ayant une température de fusion inférieure à la température de fusion des matériaux à assembler. Le matériau d'apport doit être également mouillant, c'est-à-dire qu'une fois à l'état liquide, il doit avoir une bonne capacité à s'étaler sur les matériaux à assembler. Deux types de matériaux d'apport peuvent être utilisés : les brasures réactives, qui forment des composés secondaires en interagissant avec le matériau brasé

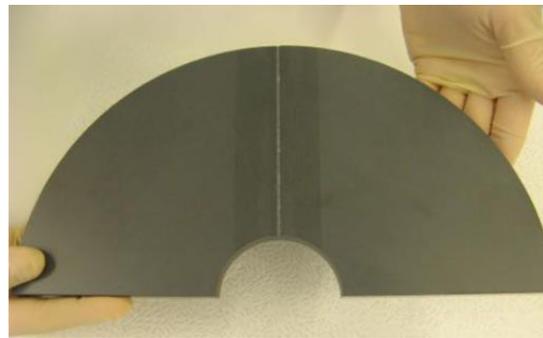
[32], ou les brasures non-réactives, qui ne forment pas de composés secondaires [33, 32, 34].

- Le brasage diffusion, sans matériau d'apport. La chauffe active des mécanismes de diffusion atomique au niveau de l'interface des deux matériaux. Les deux faces à assembler doivent être parfaitement ajustées. De plus les conditions de mise en œuvre sont nettement plus contraignantes que pour le brasage classique (température et pression plus élevées) [35].

Dans le cas d'assemblages pour des récepteurs solaires, il faut que la méthode utilisée garantisse à la fois l'étanchéité de l'assemblage et sa tenue en température [36, 30]. La solution retenue a été le brasage classique non-réactif, qui permet d'éviter les problèmes d'étanchéité à haute température (pas de joint), d'obtenir une bonne tenue mécanique des pièces, ainsi que de tolérer de légers défauts de surface au niveau des parties brasées, contrairement au brasage diffusion qui demande un ajustement parfait des surfaces.



(a) Structure boulonnée.



(b) Assemblage brasé.

FIGURE 1.6 – Exemple d'assemblages de SiC Boostec® [37].

1.4.2 Brasure BraSiC®

Les brasures de type BraSiC® sont des brasures non-réactives. Elles sont étudiées depuis plusieurs années [33, 38]. De nombreux métaux réagissent avec le SiC : l'or, l'aluminium, le cuivre, le platine, le fer, le nickel, le cobalt, le zirconium [32, 39]... Cependant, il a été montré que l'ajout d'une certaine proportion de silicium ajoutée au métal permettait d'obtenir un alliage non réactif [32, 34, 33]. La brasure BraSiC® est composée d'un disiliciure métallique (MSi_2 , avec M un métal) et de silicium. Après refroidissement, ces brasures sont composées de deux phases : l'eutectique du disiliciure dans une matrice de silicium. L'avantage de ces brasures est la formation de liaisons covalentes à l'interface [32], tout en évitant la formation de produits secondaires, tels que du graphite, qui nuiraient à la résistance de l'interface. Cela permet de garantir la résistance mécanique de l'interface : l'interface SiC/BraSiC® n'est pas sensée être le point faible de l'assemblage [37].

Deux nuances de brasures BraSiC® sont étudiées dans cette thèse : CEA 0 et CEA 1. La brasure CEA 0 est composée d'un disiliciure de cobalt dans une matrice de silicium. C'est une brasure déjà commercialisée et utilisée de manière industrielle. La brasure CEA 1 est quant à elle composée d'un disiliciure de zirconium dans une matrice de

silicium. La composition exacte de ces brasures est confidentielle. La résistance mécanique des assemblages SiC/BraSiC®/SiC brasés CEA 0 et CEA 1 a été déterminée lors d'une étude précédente [38]; les résultats sont résumés dans la figure 1.7.

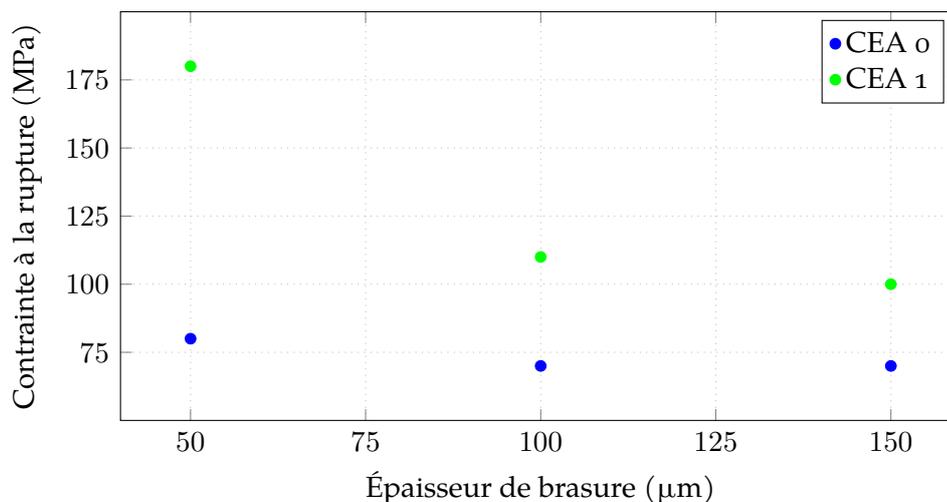


FIGURE 1.7 – Contrainte à la rupture des assemblages SiC/BraSiC®/SiC lors d'essais de flexion quatre points [38].

Les coefficients de dilatation thermique des brasures et de leurs composés sont donnés dans le tableau 1.3. On remarque que ces coefficients de dilatation thermique des brasures sont proches de ceux du SiC Boostec® à haute température : $2,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 20 °C, $4,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 500 °C et $6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 1000 °C (voir annexe A). Cependant, le différentiel de coefficient de dilatation thermique entre le SiC et la brasure à basse température risque de générer des contraintes résiduelles dans le matériau lors de son refroidissement. En effet, il a été observé de la fissuration au sein de la phase eutectique lors du refroidissement de la brasure CEA 1 avec des épaisseurs de brasure de l'ordre de 190 µm [38]. De plus, il existe un différentiel de coefficient de dilatation thermique entre les phases eutectiques et le silicium. Ce différentiel étant plus grand pour la brasure CEA 0, il est attendu qu'elle soit moins résistante face aux contraintes thermiques que la brasure CEA 1.

Brasure	Coefficient de dilatation thermique α ($10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)			Température de fusion (°C)
	Brasure	Silicium	Eutectique	
CEA 0	4,83	2,9	10,14	1200
CEA 1	4,53	2,9	8,30	1390

TABLEAU 1.3 – Coefficients de dilatation thermique des brasures CEA0 et CEA1 et de leurs composés (calculés par la loi des mélanges), ainsi que leur température de fusion. Ces coefficients sont considérés constants de 20 à 727 °C [38, 37, 40].

Les assemblages SiC/BraSiC®/SiC à l'aide des brasures CEA 0 et CEA 1 ont été caractérisés mécaniquement à température ambiante et à haute température (1000 °C) [38]. Cette étude montre que le point faible des assemblages SiC/BraSiC®/SiC est la brasure, dès lors que la brasure a une épaisseur de plus de 19 µm. La figure 1.8 montre le faciès de rupture, on peut observer des zones de clivage ainsi que du déchaussement de la phase de disiliciure dans la matrice Si de la brasure. Ce faciès de rupture se

retrouve à basse comme à haute température. La résistance mécanique des assemblages semble cependant plus importante à haute température [38].

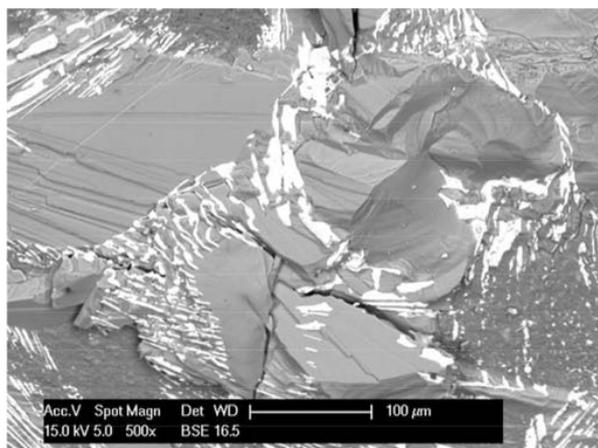


FIGURE 1.8 – Faciès de rupture en clivage CEA 1 – 100 μm [38]. On remarque la phase eutectique (en blanc) et la matrice de silicium (en gris).

1.4.3 Limites actuelles

L'étude du comportement de récepteurs assemblés en SiC a donné lieu à la rupture du récepteur due à une fatigue supposée de la brasure [30]. La limite des techniques et connaissances actuelles ne nous permettent pas de valider cette hypothèse, ni de comprendre les mécanismes impliqués dans la rupture. Une autre étude a visé à mettre au point une méthode de caractérisation thermomécanique des matériaux sous flux solaire concentré [2] via l'émission acoustique (création du banc IMPACT, voir chapitre 4). Des essais n'ont cependant jamais été réalisés sur des assemblages SiC, il est donc nécessaire de caractériser le comportement thermomécanique de tels assemblages dans des conditions similaires aux conditions d'utilisation des récepteurs solaires.

1.5 Caractérisation mécanique et thermomécanique

La caractérisation mécanique des matériaux se fait généralement par des essais normalisés effectués en laboratoire, tels que des essais de flexion quatre points, de traction, de cisaillement... Ces méthodes ont pour limites :

- d'aboutir systématiquement à la ruine du matériau,
- de ne pas reproduire les conditions réelles d'utilisation du matériau,
- de ne pas permettre d'évaluer la « santé » du matériau pendant son cycle de vie.

Le suivi du vieillissement et de l'endommagement d'un récepteur solaire *in situ* ne peut être réalisé que par une technique de contrôle non destructif. Les méthodes de contrôle non destructif permettent d'analyser de manière non intrusive un matériau. L'objectif est de pouvoir analyser des composants constitutifs d'un procédé complet sans en influencer le fonctionnement.

1.5.1 Technologies existantes de contrôle non destructif

Diverses méthodes de contrôle non destructif existent ; quelques-unes sont décrites ci-dessous.

- Les courants de Foucault : c'est une méthode applicable à tout matériau conducteur. Le principe est de faire circuler un courant induit dans un matériau. Toute anomalie dans le matériau va provoquer une variation dans le flux électromagnétique, qui conduira à la détection du défaut [41].
- La magnétoscopie : elle consiste à aimanter une pièce et à y appliquer simultanément une poudre très fine d'oxyde de fer. Les défauts superficiels engendrent des déviations dans les lignes de champs magnétiques, ce qui modifie la distribution des particules d'oxyde de fer et permet la détection des défauts superficiels. Cette méthode n'est applicable qu'aux matériaux ferromagnétiques [42].
- Le ressuage : c'est une technique qui permet la détection de tous les défauts débouchants sur les matériaux non-poreux. Elle consiste à appliquer un produit pénétrant, puis de le nettoyer pour ensuite appliquer un révélateur. Tous les défauts débouchants sont ensuite détectables.
- La radiographie et la tomographie : ces deux méthodes reposent sur l'absorption différentielle des rayons X d'un milieu en fonction du numéro atomique des atomes qui le composent et de la masse volumique. On obtient ainsi une image des variations structurelles internes du matériau. La radiographie donne des images en deux dimensions, tandis que la tomographie donne des images en trois dimensions [43].
- La thermographie : elle consiste à obtenir l'image thermique d'un matériau dans le domaine de l'infrarouge. Toute discontinuité (à cause d'une fissure par exemple) non-attendue conduit à la détection d'une anomalie dans le matériau.
- Les ultrasons (échographie) : cette méthode est basée sur la réflexion des ondes ultrasonores dans un matériau. La présence d'un défaut induit une réflexion prématurée (onde réémise par le défaut) et permet de reconstituer une image du défaut et de le localiser [44].
- L'émission acoustique : cette technique consiste à placer des capteurs piézoélectriques sur un matériau en cours d'utilisation, afin d'enregistrer les signaux acoustiques émis par les phénomènes d'endommagement de ce matériau (voir [chapitre 2](#)). C'est une technique passive, c'est-à-dire qu'aucun signal n'est enregistré s'il n'y a pas de sollicitation du matériau.

1.5.2 Solution retenue

Un des avantages de certaines techniques de contrôle non destructif (ultrasons, thermographie, émission acoustique par exemple) est de pouvoir opérer directement sur le matériau en cours d'utilisation. Dans le cas d'un récepteur de centrale solaire à tour, certaines techniques conviennent mieux que d'autres. La thermographie, par exemple, demande seulement d'installer une ou plusieurs caméras infrarouges. Cependant, pour détecter des défauts de l'ordre de 10^{-6} m, la thermographie nécessite une très grande résolution de la caméra infrarouge. Cette résolution est atteignable, mais la mise en œuvre sur la totalité de la surface d'un récepteur est complexe et coûteuse. De plus, l'analyse des champs de température avec un maillage très fin sur une grande

surface demanderait une puissance de calcul conséquente. Cette solution n'est donc pas adaptée. Des méthodes de contrôle par radiographie ne seraient pas possibles en fonctionnement car il faut avoir accès aux deux faces du récepteur. Le contrôle par magnétoscopie ou courant de Foucault n'est pas envisageable sur les matériaux céramiques. Les candidats potentiels qui restent sont l'émission acoustique et l'échographie. La technique d'émission acoustique a finalement été retenue, compte tenu de la plus grande plage dimensionnelle de détection des défauts ($>10^{-9}$ m pour l'émission acoustique, contre $<10^{-5}$ m pour l'échographie).

Chapitre 2

Émission acoustique

Le terme *émission acoustique* désigne à la fois le phénomène physique et la méthode de contrôle non destructif.

2.1 Principe de l'émission acoustique et définitions associées

2.1.1 Principe

En tant que méthode de contrôle non destructif, l'émission acoustique correspond à la détection des ondes élastiques transitoires, appelées salves, générées par la libération rapide d'énergie provenant de sources localisées dans un matériau [45]. Ces sources correspondent généralement à l'endommagement du matériau quand il est soumis à une contrainte mécanique ou thermique. Il est admis qu'un même type d'événement (microfissuration, corrosion, délamination...) dans un milieu dont la fonction de transfert de propagation est identique produira un même type de salve.

Certains phénomènes d'émission acoustique sont connus depuis le Moyen-Âge : par exemple, une barre d'étain que l'on tord émet un crissement audible, appelé le « cri de l'étain » [46]. Une certaine forme d'émission acoustique était utilisée dans les mines de charbon : les essences de bois, qui constituaient les soutènements, étaient choisies dans le but d'entendre le bois craquer avant de rompre, avertissant d'un danger imminent [47].

Aujourd'hui, l'enregistrement de ces signaux se fait via une chaîne d'acquisition. De la source à l'enregistrement, elle est composée d'au moins un capteur, d'un préamplificateur et d'une centrale d'acquisition. La centrale d'acquisition permet souvent l'enregistrement de signaux provenant de plusieurs capteurs acoustiques, ainsi que d'autres appareils de mesures, appelés entrées paramétriques (par exemple, la température mesurée à l'aide d'un thermocouple).

2.1.2 Événements et salves

On appelle *événement acoustique* un mécanisme qui donne lieu à la libération d'énergie dans le matériau sous forme d'une salve d'ondes. Les types d'événements acoustiques sont nombreux :

- la déformation plastique du matériau et les phénomènes qui y sont associés comme les mouvements de dislocation ou le glissement aux joints de grains,
- les phénomènes de fissuration,
- les agressions chimiques (corrosion) et autres changements à l'échelle atomique (cristallisation et changement de phase par exemple),
- les phénomènes de surface comme les chocs, la friction ou les fuites de gaz,
- l'ébullition, la cavitation...

Les salves sont enregistrées à l'aide de capteurs généralement constitués d'une céramique piézoélectrique résonnante. La gamme de fréquences couramment utilisée est de 50 à 500 kHz. Le signal est ensuite amplifié, puis chaque salve est ensuite caractérisée par une série de paramètres de forme, appelés descripteurs, que l'on sépare en deux catégories : les descripteurs temporels et les descripteurs fréquentiels [48]. Les descripteurs seront détaillés dans la [section 2.1.4](#).

2.1.3 Ondes de Lamb

On appelle *ondes de Lamb* les ondes qui se propagent dans une plaque [49]. Selon l'axe normal à la plaque, ces ondes ressemblent à des ondes stationnaires. Elles déforment la plaque selon deux familles de modes de propagation : les modes symétriques (S) et les modes asymétriques (A), illustrés sur la [figure 2.1](#). Un mode d'onde correspond à une manière dont le milieu se déforme. Les déformations de la plaque, en fonction de la famille d'ondes de Lamb, sont représentées par des flèches noires. Dans les deux cas, on remarque que la totalité de la plaque est déformée par la propagation de l'onde. De plus, le mode asymétrique provoque une ondulation de la totalité de la plaque tandis que le mode symétrique correspond lui à une succession de contractions et de relâchements, et s'apparente à une onde compressive.

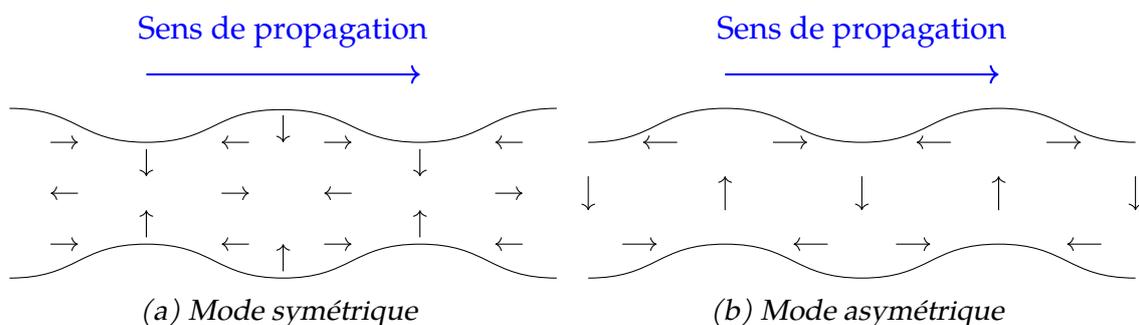


FIGURE 2.1 – Illustration des deux familles de modes de propagation des ondes de Lamb dans une plaque. Les flèches noires représentent les déformations subies par la plaque.

Le logiciel *PACshare Dispersion Curves*, fourni avec le logiciel d'acquisition d'émission acoustique de Mistras, permet de prédire les vitesses de propagation des différents modes dans une plaque infinie. On peut voir sur la [figure 2.2](#) que la propagation des ondes de Lamb dépend directement de la fréquence des ondes et de l'épaisseur de la plaque. On remarque que les modes de propagation des ondes de Lamb comportent un mode d'ordre fondamental, S_0 et A_0 , qui existe pour tous les produits fréquences \times épaisseurs, et des modes d'ordres supérieurs qui existent pour des produits fréquences \times épaisseurs plus élevés. Par exemple, dans une plaque de carbure de silicium, le mode

A1 commence à apparaître à partir de 4 mm MHz et le mode S1 à partir de 5,8 mm MHz. Le mode A1 sera donc présent à partir d'une fréquence de 0,4 MHz pour une plaque de 10 mm d'épaisseur ou à partir de 4 MHz pour une plaque de 1 mm d'épaisseur. Ainsi, pour une épaisseur de plaque donnée, la célérité des ondes de Lamb dépend de deux paramètres : le mode de propagation et la fréquence de l'événement acoustique. Ces paramètres sont importants pour pouvoir calculer la vitesse de propagation des ondes dans un milieu, ce qui est indispensable pour la localisation des événements acoustiques.

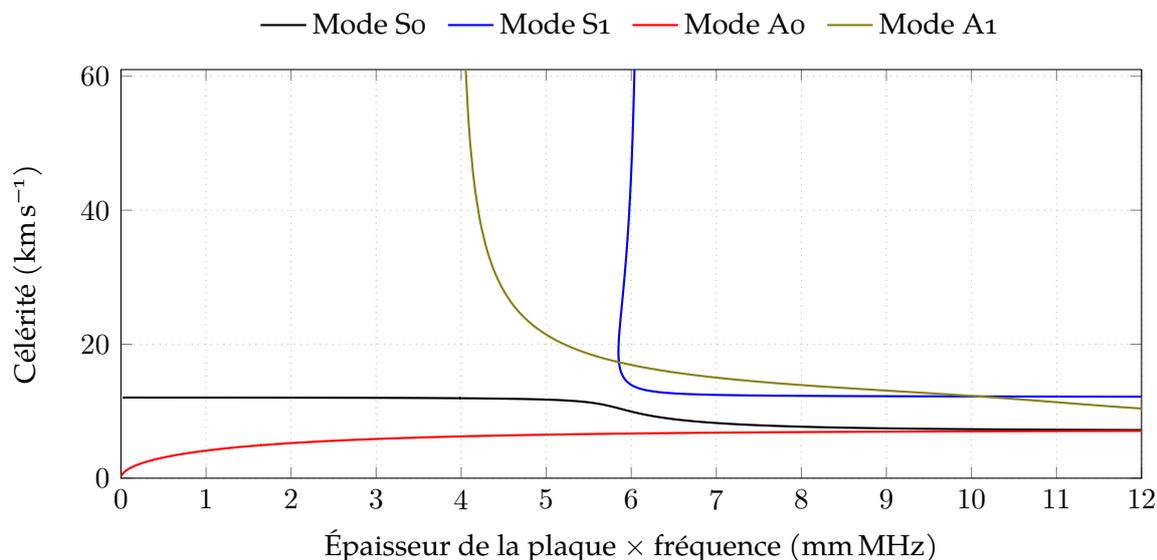


FIGURE 2.2 – Vitesses des ondes de Lamb selon le mode de propagation dans une plaque en carbure de silicium.

Dans notre cas, les échantillons utilisés sont des pseudo-disques découpés dans des plaques de carbure de silicium d'une épaisseur de 4 mm (voir [section 5.1.1](#)). La [figure 2.3](#) montre les résultats pour une telle configuration. On remarque que dans la bande de fréquence utilisée en émission acoustique, de 50 à 500 kHz, les modes de propagation seront Ao et So. La vitesse de propagation retenue est celle du mode d'onde qui atteindra en premier le capteur. C'est donc la vitesse du mode de propagation So (environ 12 km s⁻¹) qui est utilisée.

2.1.4 Descripteurs

Nous avons vu dans la [section 2.1.2](#) que les salves pouvaient être décrites par des descripteurs. La valeur de ces descripteurs est calculée au moment de l'acquisition. On peut citer par exemple l'amplitude, qui est un descripteur temporel, et la fréquence centroïde, qui est un descripteur fréquentiel. Le schéma donné [figure 2.4](#) montre un exemple de salve ainsi que certains des principaux descripteurs temporels : le nombre de coups, le temps de montée, l'amplitude et la durée de la salve.

2.1.4.1 Descripteurs temporels

Les descripteurs temporels sont calculés ou mesurés entre le premier et le dernier dépassement du seuil d'acquisition. La valeur ce seuil, illustrée en rouge dans

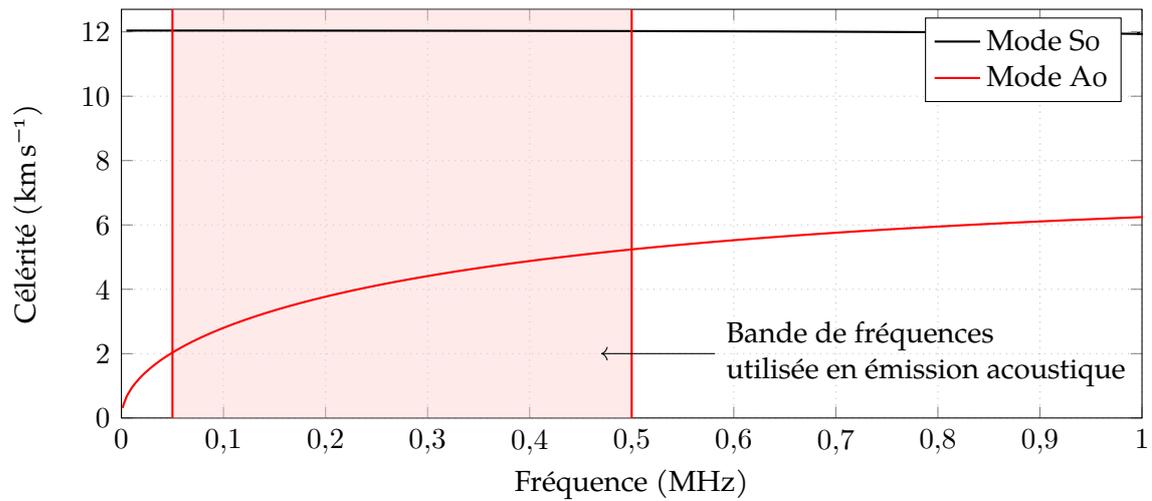


FIGURE 2.3 – Vitesses des ondes de Lamb selon le mode de propagation dans une plaque en carbure de silicium de 4 mm d'épaisseur.

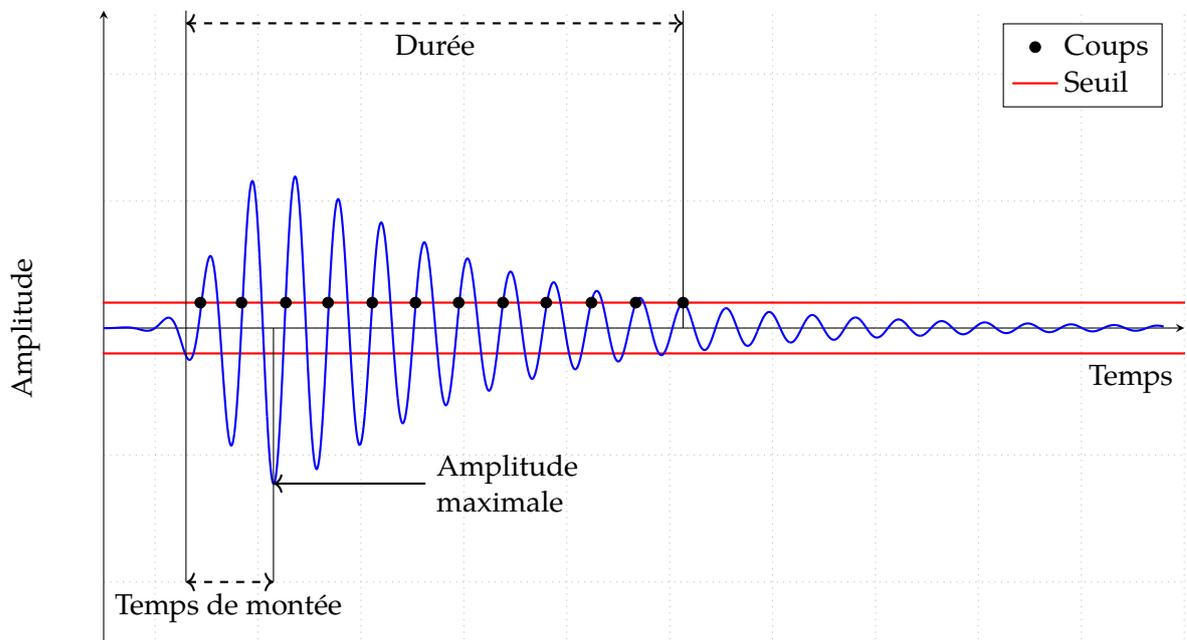


FIGURE 2.4 – Schéma d'une salve d'émission acoustique avec l'illustration de quelques descripteurs.

la **figure 2.4**, est généralement définie par l'utilisateur. Les principaux descripteurs temporels sont décrits ci-dessous.

- L'*amplitude*, notée A et exprimée en dB_{EA} , est donnée par :

$$A = 20 \log \left(\frac{|A_V|}{10^{-6}} \right) - G \quad (2.1)$$

où A_V est la valeur maximale du signal en volts et G est le gain du préamplificateur. La valeur de 10^{-6} correspond à la référence utilisée en émission écoustique : le μV .

- La *durée*, notée d et exprimée en μs , correspond à la durée entre le premier et le dernier dépassement de seuil, illustrée sur la **figure 2.4**.
- Le *temps de montée*, noté tdm et exprimé en μs , est la durée entre le premier dépassement de seuil et le pic d'amplitude maximale du signal, illustré sur la **figure 2.4**.
- Le *nombre de coups*, noté *coups*, correspond au nombre de franchissements de seuils positif en front montant pendant la durée de la salve. Ce descripteur correspond aussi au nombre d'alternances du signal. Il est également illustré sur la **figure 2.4**.
- La *fréquence moyenne*, notée f_m et exprimée en kHz , est donnée par :

$$f_m = \frac{\text{coups}}{d} \quad (2.2)$$

- L'*énergie absolue*, notée E_{abs} exprimée en aJ , est donnée par :

$$E_{abs} = \int_0^d U^2(t) dt \quad (2.3)$$

où $U(t)$ est la tension du signal au cours du temps.

- L'*angle de montée*, noté AM et exprimé en $\text{dB}_{\text{EA}}/\mu\text{s}$, est donné par :

$$AM = \frac{A}{tdm} \quad (2.4)$$

- Le *temps de montée sur l'amplitude*, habituellement appelé RA et exprimé en $\mu\text{s V}^{-1}$, est donné par :

$$RA = \frac{tdm}{A} \quad (2.5)$$

Pour le calcul du RA on prendra l'amplitude en volts et non en décibels [50].

2.1.4.2 Descripteurs fréquentiels

Les descripteurs fréquentiels sont définis à partir de la transformée de Fourier rapide (FFT) de la salve. Le calcul de la FFT permet également de tracer le spectre en amplitude des différents signaux. Les principaux descripteurs fréquentiels sont définis ci-dessous.

- La *fréquence centroïde*, noté f_c et exprimée en kHz , correspond au barycentre du spectre du signal. Elle est calculée comme la moyenne pondérée des fréquences présentes dans le signal :

$$f_c = \frac{\sum f(n)x(n)}{\sum x(n)} \quad (2.6)$$

où $f(n)$ représente la fréquence centrale de la classe n et $x(n)$ la valeur de l'amplitude de cette classe.

- La *fréquence au pic*, notée f_p et exprimée en kHz, est la fréquence du pic, dans le domaine temporel, de plus haute amplitude de la salve.
- Les *puissances partielles*, notées PP_n et exprimées en %, correspondent à la proportion de la puissance du signal contenue dans une certaine gamme de fréquences. On peut définir, par exemple, un intervalle de 100 à 200 kHz et calculer la puissance du signal sur cet intervalle de fréquences, puis déterminer la proportion de cette puissance par rapport à la puissance totale du signal.

2.1.5 Test de Hsu-Nielsen

Afin de pouvoir comparer les expériences entre elles, un test de référence a été établi : le test de Hsu-Nielsen ou cassé de mine [45, 51]. Il consiste à réaliser le cassé d'une mine de crayon 2H de 0,5 mm de diamètre et 3 mm de long avec un angle de 45° sur la surface de l'échantillon [52]. Il permet de simuler un événement acoustique avec un temps de montée de l'ordre de $0,7 \mu\text{s}$ et une amplitude d'environ $100 \text{ dB}_{\text{EA}}$. Il permet également de vérifier le couplage acoustique des capteurs avec l'échantillon (pour être valide, le test doit dépasser $80 \text{ dB}_{\text{EA}}$). Les avantages de ce test sont sa reproductibilité et la facilité de sa mise en œuvre [53]. La figure 2.5 illustre le test du cassé de mine (figure 2.5a), et fournit exemple de réponse (figure 2.5b).

Pour comparer les expériences entre elles, il conviendra donc de confronter également les salves produites par un test de Hsu-Nielsen. Par exemple, deux échantillons composés du même matériau mais avec des formes différentes, comme un barreau et un disque, posséderont des fonctions de transfert différentes. La réponse à une même sollicitation peut donc être dissemblable. Cependant, la comparaison des salves émises par les tests Hsu-Nielsen des deux expériences permet de comparer les salves des différentes expériences entre elles.

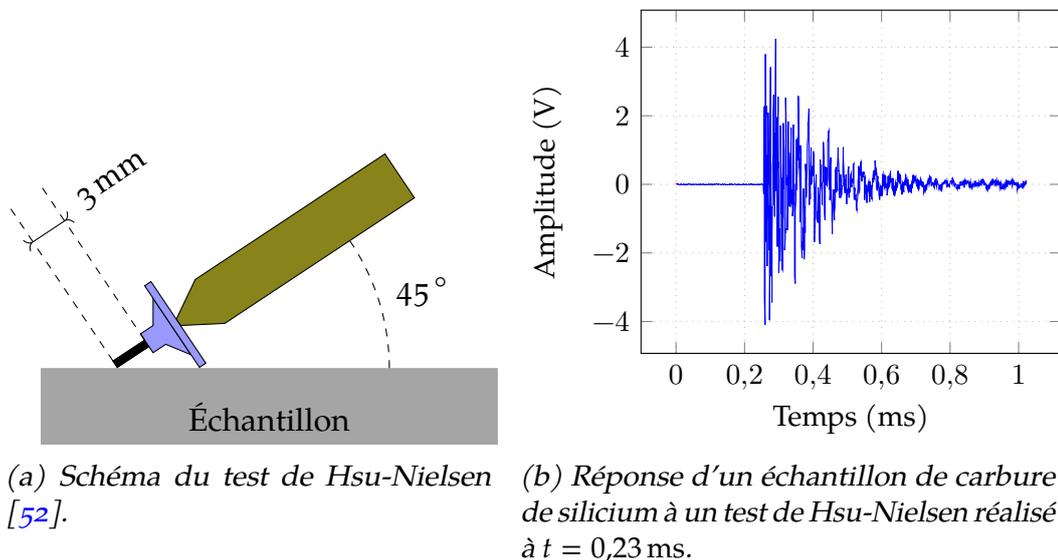


FIGURE 2.5 – Schéma du test de Hsu-Nielsen et exemple de réponse.

2.1.6 Effet Kaiser

L'émission acoustique provient souvent de phénomènes irréversibles comme la fissuration ou l'oxydation. Lors de sollicitations cycliques, en traction ou en flexion

par exemple, il peut arriver que l'activité acoustique soit faible ou nulle tant que le niveau de contrainte du cycle en cours n'a pas dépassé le niveau de contrainte du cycle précédent. Ce phénomène est appelé effet Kaiser [54]. La figure 2.6 illustre cet effet : on remarque que tant que la contrainte ne dépasse pas un niveau précédemment atteint, il n'y a pas d'augmentation de l'activité acoustique.

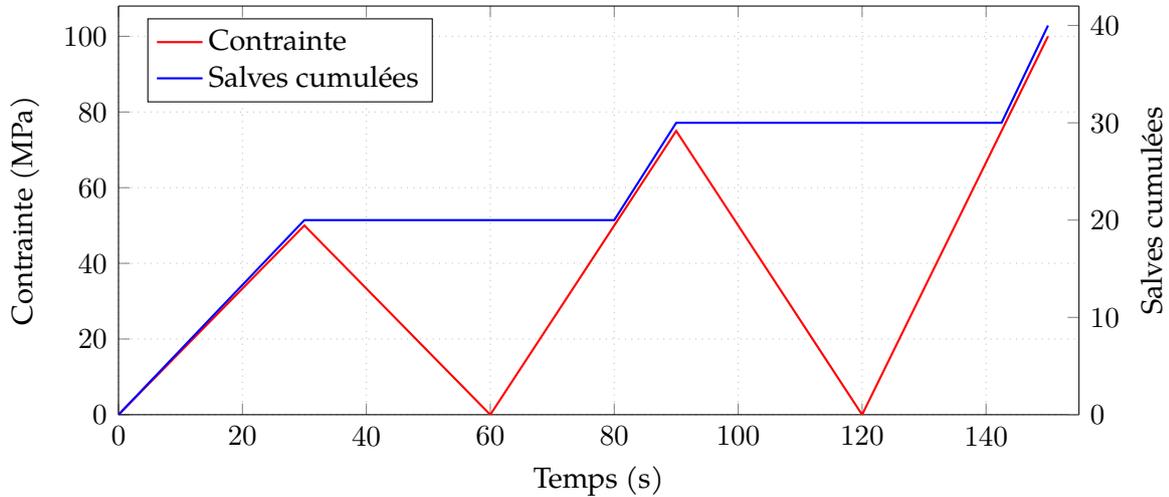


FIGURE 2.6 – Illustration schématique de l'effet Kaiser. La courbe rouge représente la contrainte, la courbe bleue représente l'apparition des salves lors de l'essai. On remarque que l'activité acoustique est nulle (pas d'augmentation de la courbe bleue) lors des phases de décharge.

2.2 Paramètres d'acquisition

2.2.1 Impédance acoustique

L'impédance acoustique est définie comme [55] :

$$Z = \rho \cdot c \quad (2.7)$$

où ρ est la masse volumique du milieu considéré et c la célérité des ondes acoustiques dans ce milieu. La transmission des ondes acoustiques d'un milieu à un autre dépend de la différence d'impédance entre ces deux milieux. La figure 2.7 illustre le cas de propagation en incidence normale d'une onde entre deux milieux d'impédances acoustiques différentes.

On peut également montrer que les coefficients de transmission τ_{12} et de réflexion R_{12} en énergie des ondes acoustiques entre un milieu 1 et un milieu 2 valent [55] :

$$\tau_{12} = \frac{4Z_1Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (2.8)$$

$$R_{12} = \left(\frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \right)^2 \quad (2.9)$$

Ces expressions sont valables dans le cas où l'on considère que l'énergie acoustique se

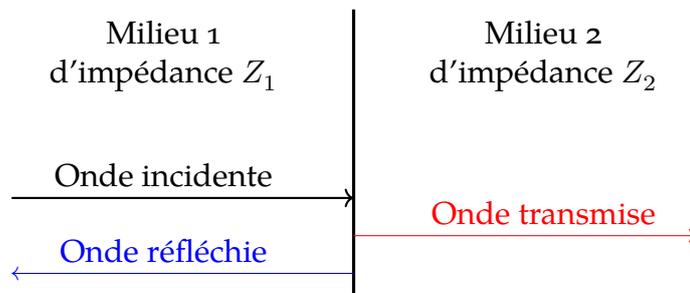


FIGURE 2.7 – Schéma de propagation des ondes entre deux milieux.

conserve à l'interface :

$$\tau_{12} + R_{12} = \frac{4Z_1Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} + \left(\frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \right)^2 = \frac{Z_1^2 + 2Z_1Z_2 + Z_2^2}{(Z_1 + Z_2)^2} = 1 \quad (2.10)$$

Cette notion d'impédance acoustique est particulièrement importante pour le couplage acoustique entre les différents capteurs, les guides d'ondes éventuels et les échantillons.

2.2.2 Fenêtres temporelles glissantes

Trois fenêtres temporelles, illustrées dans la figure 2.8, permettent de discriminer les salves dans le signal enregistré.

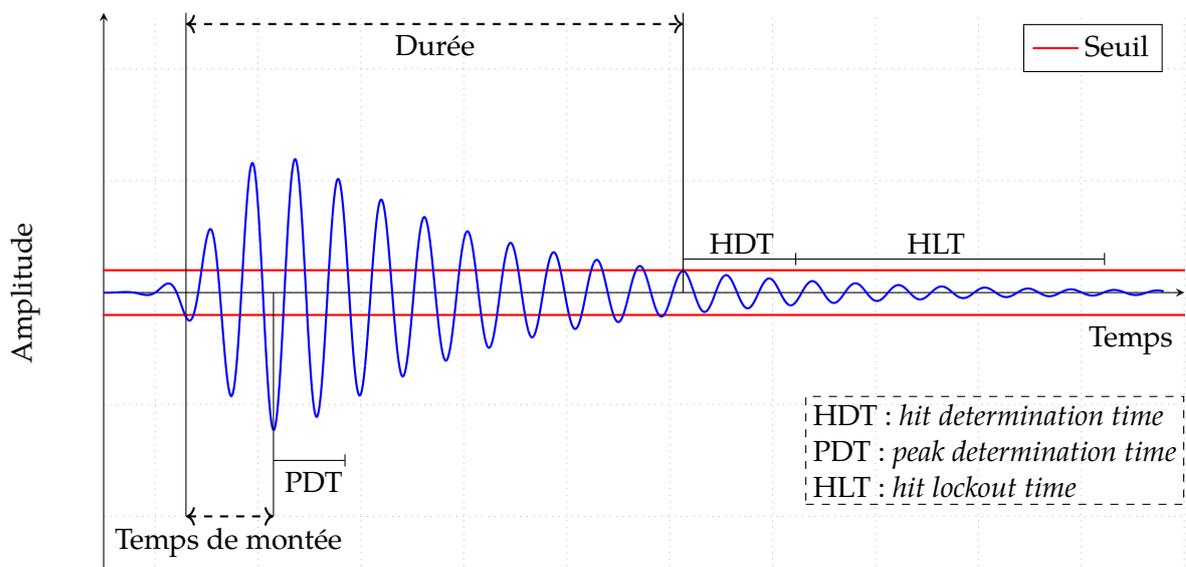


FIGURE 2.8 – Schéma d'une salve d'émission acoustique avec l'illustration des fenêtres temporelles glissantes.

- *Peak definition time* (PDT) permet de déterminer l'amplitude maximale de la salve ainsi que son instant d'apparition. Cette fenêtre temporelle est active au premier dépassement de seuil et se remet à zéro à chaque fois qu'un pic de plus grande amplitude est détecté. Si aucune amplitude supérieure n'est détectée pendant la durée de la fenêtre temporelle, l'amplitude de la salve est alors définie comme l'amplitude du dernier pic ayant réinitialisé la fenêtre temporelle. Le temps de montée est également défini (durée entre le premier dépassement de seuil et le pic de plus forte amplitude).

- *Hit definition time* (HDT) permet de déterminer la durée de la salve. De la même manière que le PDT, le HDT se réinitialise à chaque nouveau dépassement de seuil. La durée de la salve est définie quand la fenêtre arrive à son terme sans nouveau dépassement de seuil.
- *Hit lockout time* (HLT) rend le capteur aveugle pendant un certain laps de temps afin d'éliminer les réflexions parasites au sein de l'échantillon. Cette fenêtre se déclenche quand le HDT s'achève.

Ces fenêtres temporelles dépendent du matériau, des capteurs, de la méthode de couplage des capteurs sur le matériau, de la préamplification... Elles doivent être adaptées à chaque nouvelle situation rencontrée afin d'enregistrer un signal le plus représentatif possible des événements détectés.

Les valeurs de ces fenêtres temporelles sont initialisées via des paramètres de référence en fonction du type de matériau testé, puis affinées à l'aide de tests de Hsu-Nielsen. Les valeurs usuelles sont disponibles dans le [tableau 2.1](#).

Matériau	PDT (μs)	HDT (μs)	HLT (μs)
Composites, non-métalliques	20 à 50	100 à 200	300
Structures métalliques (forte atténuation)	300	600	1000
Structures métalliques (faible atténuation)	1000	2000	20 000

TABLEAU 2.1 – Valeurs usuelles des fenêtres temporelles.

2.2.3 Autres paramètres

D'autres paramètres d'acquisition doivent être initialisés afin de correspondre au banc expérimental ainsi qu'aux essais réalisés.

- Le *seuil d'acquisition* doit être réglé afin d'éviter d'enregistrer le bruit de fond tout en détectant les événements de faible amplitude. Une valeur courante est de $40 \text{ dB}_{\text{EA}}$ pour l'industrie, cependant, dans un environnement de laboratoire, il est possible de descendre en-dessous de $35 \text{ dB}_{\text{EA}}$. Des essais doivent être réalisés afin d'ajuster au mieux ce paramètre. Il est possible de faire tomber de petits morceaux de mine de crayon sur l'échantillon afin de simuler des événements de faible amplitude.
- La *valeur de préamplification* doit être renseignée dans le logiciel d'acquisition pour correspondre aux préamplificateurs installés.
- Les *filtres analogiques* : les cartes d'acquisition possèdent des filtres analogiques intégrés. Les filtres passe-bas disponibles ont pour fréquence de coupure 1 kHz, 5 kHz, 20 kHz et 100 kHz. Les filtres passe-haut disponibles ont pour fréquence de coupure 200 kHz, 300 kHz, 400 kHz et 500 kHz et 1 MHz. Habituellement, le filtre passe-haut est réglé à 1 MHz ; la valeur du filtre passe-bas dépend cependant beaucoup plus des conditions expérimentales.
- Le *taux d'échantillonnage* : le théorème de Nyquist-Shannon énonce que la fréquence d'échantillonnage doit être au moins deux fois supérieure à la fréquence maximale présente dans le signal que l'on veut mesurer. Les fréquences d'échantillonnage disponibles sont 250 kHz, 500 kHz, 1 MHz, 2,5 MHz, 5 MHz et 10 MHz.

Avec un filtre passe haut à 1 MHz, une fréquence d'échantillonnage d'au moins 2,5 MHz est conseillée.

- La *longueur d'échantillonnage* : définit le nombre de points total enregistré pour la salve. Cette valeur est réglée à 8000 points (la valeur maximale). Cependant, les descripteurs de la salve sont calculés sur la durée totale de la salve, même si celle-ci dépasse les 8000 points.
- Le *pré-enregistrement* : définit le nombre de points enregistrés avant le début de la salve ; cela correspond habituellement à moins de 5 % de la longueur d'échantillonnage.
- La *durée maximale* de la salve : permet d'éviter d'enregistrer trop de réflexions au sein de l'échantillon lors d'événements de très forte amplitude et de très longue durée.
- Les *descripteurs* et *entrées paramétriques* qui doivent être calculés ou enregistrés. Il est possible de ne pas calculer tous les descripteurs lors de l'acquisition. Il faut également définir les entrées paramétriques à enregistrer.
- La *vitesse des ondes* : correspond à la célérité des ondes acoustiques dans le matériau. Un logiciel gratuit développé par Physical Acoustic, *PACShare Dispersion Curves* permet de déterminer la vitesse des ondes de Lamb dans une plaque plane d'un matériau donné. Cependant, une meilleure estimation de la vitesse de propagation peut être réalisée sur un échantillon à l'aide de deux capteurs que l'on positionne à une distance connue et de quelques tests de Hsu-Nielsen.
- La *valeur de définition de l'événement* : correspond à la distance maximale entre deux capteurs afin d'éviter de localiser des événements en dehors de l'aire délimitée par les différents capteurs. Usuellement, une valeur légèrement plus grande est retenue afin de pouvoir localiser les événements aux limites de l'aire délimitée par les capteurs.
- Le *nombre de salves par événement* : définit un nombre minimal et maximal de salves utilisées pour localiser un même événement. Ce paramètre dépend entièrement de la boucle de localisation, de la position et du nombre de capteurs.

2.3 Étude du carbure de silicium

Le carbure de silicium homogène a peu été étudié à l'aide de l'émission acoustique. Cependant, c'est un matériau largement utilisé dans les composites céramiques à matrice céramique. Les mécanismes de rupture de ces composites ont été étudiés à l'aide de l'émission acoustique. GODIN et al. montrent que plusieurs populations de salves peuvent être discriminées et que dans ces matériaux trois mécanismes d'endommagement distincts sont présents : la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice et la rupture de fibre. Ils font également état d'un phénomène de saturation de la fissuration matricielle qui représente une diminution de l'activité acoustique due à la fissuration matricielle [48]. DENGHONG et al. montrent l'importance du suivi de l'énergie cumulée au cours des essais pour visualiser les instants qui correspondent à des endommagements majeurs du matériau [56]. MOMON et al. montrent que le RA est un paramètre de discrimination efficace pour différencier différentes populations de salves. Les autres avancées de ces études concernent plus particulièrement les matériaux composites à matrice céramiques. D'autres études montrent la présence d'un phénomène

de saturation qui conduit à la diminution de l'activité acoustique du matériau avant la rupture. On peut citer par exemple BERBAOUI et al. qui ont étudié un béton polymère en flexion trois points [58], PULLIN et al. qui ont étudié de l'acier de qualité aérospatial en flexion quatre points [59] ou encore ZHANG et al. qui ont étudié de l'acier en traction [60]. On retrouve ce phénomène de saturation dans l'essai sur du carbure de silicium qui conduit à la rupture de l'échantillon de carbure de silicium dans les travaux précédents sur le banc IMPACT [2], le comportement de ces différents matériaux est donc intéressant, cependant ces études ne traitent pas d'assemblages de matériaux céramique.

2.4 Conclusion

L'émission acoustique est une technique de contrôle non destructif *in situ* des matériaux. Elle se base sur l'analyse des ondes élastiques transitoires libérées par les différents phénomènes physiques qui se produisent au sein des matériaux sous contrainte. Ces ondes, appelées salves, sont décrites à l'aide de paramètres de forme : les descripteurs. Le test de Hsu-Nielsen est une source d'émission acoustique reproductible qui permet la comparaison d'expériences différentes entre elles. L'émission acoustique témoigne de l'endommagement d'un matériau. Aussi, sous chargement cyclique, certains matériaux montrent que l'endommagement apparaît seulement quand la charge d'un cycle devient plus importante que celle du cycle précédent : on dit que le matériau respecte l'effet Kaiser. Afin de pouvoir enregistrer convenablement les salves, des paramètres d'acquisition doivent être ajustés pour correspondre au mieux à la situation rencontrée. Les essais de flexion quatre points et thermomécaniques se basent sur l'analyse de l'émission acoustique. La compréhension du phénomène physique qu'est l'émission acoustique ainsi que sa méthode d'acquisition sont donc primordiales pour les chapitres suivants.

Chapitre 3

Flexion quatre points

3.1 Objectif

L'objectif principal de cette campagne expérimentale est de retrouver le comportement mécanique des brasures CEA 0 et CEA 1 mis en avant dans des travaux antérieurs [38, 37, 32], puis de déterminer les signatures acoustiques des mécanismes d'endommagement des assemblages SiC/BraSiC®/SiC. À la différence des études déjà réalisées, la déformation de l'échantillon sera suivie à l'aide de jauges de déformation.

L'annexe B donne quelques définitions de termes utilisés en résistance des matériaux.

3.2 Principe et banc expérimental

3.2.1 Principe

La flexion quatre points est un essai mécanique permettant la caractérisation des poutres en flexion. L'avantage principal de la flexion quatre points par rapport à la flexion trois points est que la zone centrale de l'échantillon se retrouve en flexion pure, sans efforts tranchants (voir figure 3.1). Ainsi, on peut trouver de manière relativement simple la contrainte sur la fibre tendue.

On cherche à déterminer la contrainte sur la fibre tendue. On fait l'hypothèse d'un matériau isotrope. L'origine de l'axe des y est au niveau de la fibre neutre, au centre de la section de l'échantillon (voir figure 3.2), tandis que la fibre tendue se situe au niveau de la face inférieure (en traction). On détermine dans un premier temps la contrainte σ en fonction de y :

$$\sigma(y) = -\frac{M_z}{I_{gz}}y \quad (3.1)$$

où M_z est le moment fléchissant et I_{gz} le moment quadratique. Le moment fléchissant, constant dans la zone 2 (voir figure 3.2), s'écrit :

$$M_z = \frac{fL}{8} \quad (3.2)$$

puis le moment quadratique :

$$I_{gz} = \frac{bH^3}{12} \quad (3.3)$$

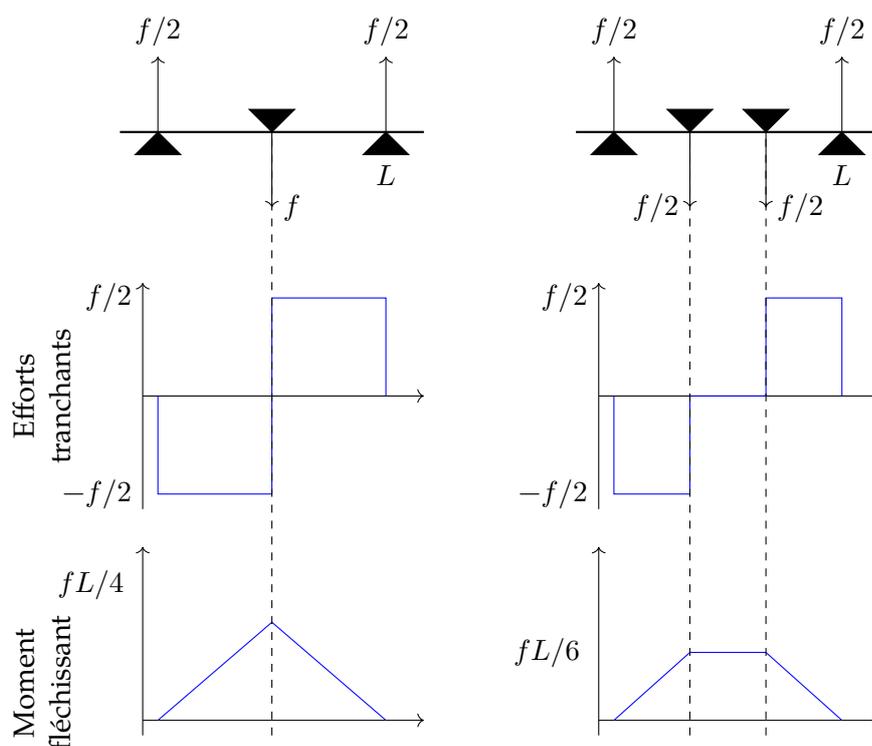


FIGURE 3.1 – Comparaison entre la flexion trois points et la flexion quatre points où f est l'intensité de la force exercée par la presse et L la distance entre les deux points d'appui du bas.

À partir des équations (3.1) à (3.3), il vient :

$$\sigma(y) = -\frac{3}{2} \frac{fL}{bH^3} y \quad (3.4)$$

Ainsi, si on observe la fibre tendue ($y = -H/2$), il vient :

$$\sigma_{ft} = \frac{3}{4} \frac{fL}{bH^2} \quad (3.5)$$

La figure 3.3 montre la déformation d'un échantillon lors d'un essai de flexion.

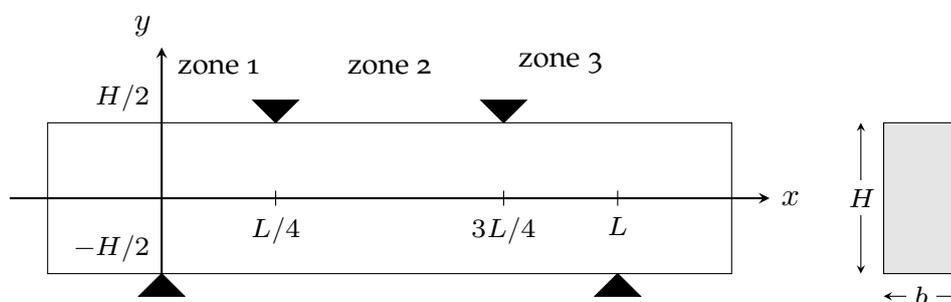


FIGURE 3.2 – Schéma de la flexion quatre points, où f est l'intensité de la force exercée par la presse et L la distance entre les deux points d'appui du bas. Le rectangle à droite représente la section de l'éprouvette, de hauteur H et de largeur b .

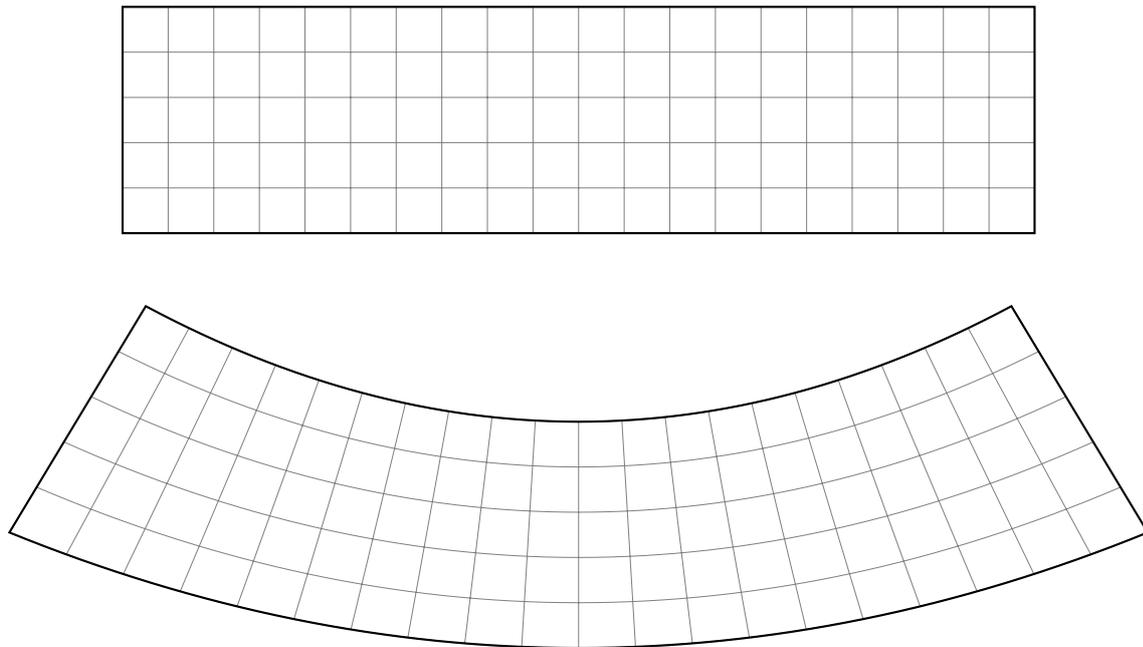


FIGURE 3.3 – Déformation d'un échantillon lors d'un essai de flexion quatre points (les appuis ne sont pas représentés), en haut : échantillon non fléchi ; en bas : échantillon fléchi. On remarque que la face supérieure est en compression et la face inférieure en traction. La déformation a été volontairement exagérée dans un souci de clarté.

3.2.2 Banc expérimental de flexion quatre points

3.2.2.1 Description générale

Une photographie annotée de la presse et du montage expérimental juste avant une expérience est donnée à la [figure 3.4](#). Le banc expérimental est composé de :

- une presse mécanique Instron pouvant exercer une force d'une intensité de 50 kN,
- quatre jauges de déformation (deux sur l'échantillon testé, deux pour la compensation en température),
- une centrale d'acquisition *Spyder 8* pour les jauges de déformation,
- deux capteurs d'émission acoustique (micro-80 sur le support et pico-80 sur l'échantillon),
- une centrale d'acquisition *Express 8* pour l'émission acoustique,
- quatre rouleaux en acier qui constituent les points d'appui sur l'échantillon,
- un montage expérimental qui maintient les rouleaux.

Le montage expérimental est un bloc d'acier usiné permettant de guider des rouleaux qui servent de points d'appui pour la flexion quatre points. L'écart entre les deux rouleaux du bas est fixé à 40 mm, et 20 mm entre les rouleaux du haut. On se retrouve donc avec les proportions du schéma en [figure 3.2](#).

3.2.2.2 Détermination du capteur de force à utiliser

La machine de flexion quatre points utilisée est une presse mécanique Instron pouvant exercer une force d'une intensité de 50 kN. La [figure 3.4](#) montre le capteur

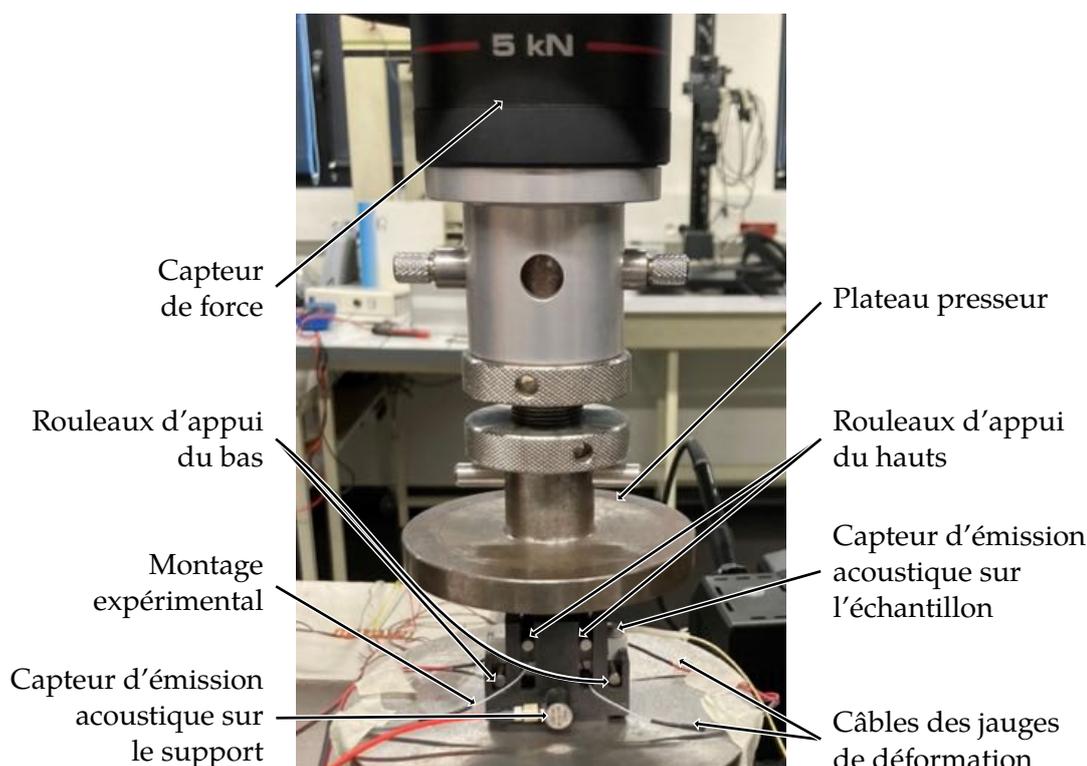


FIGURE 3.4 – Banc expérimental de flexion quatre points.

de force qui est fixé en dessous de la traverse. Sa vitesse de déplacement est pilotée. Il faut cependant que l'intensité de la force exercée par la presse soit inférieure à la capacité maximale du capteur installé. Les capteurs de force disponibles sont 50, 500, 5000 et 50 000 N. L'idéal serait d'avoir l'intensité de la force nécessaire à la rupture de l'échantillon entre 20 et 80 % de la capacité maximale du capteur.

En se servant de l'équation (3.5), des mesures des échantillons (annexe C) et de la contrainte à la rupture du carbure de silicium Boostec® en traction (résistance mécanique à la traction dans l'annexe A), on peut déterminer la force conduisant à la rupture d'un échantillon, si ce dernier était totalement en carbure de silicium Boostec®. On obtient :

$$f_{max} = \frac{4}{3} \frac{\sigma_r b H^2}{L} = 2,7 \times 10^2 \text{ N} \quad (3.6)$$

avec les valeurs suivantes :

$$\begin{aligned} \sigma_r &= 2,10 \times 10^8 \text{ Pa} & b &= 3,0 \times 10^{-3} \text{ m} \\ H &= 4,0 \times 10^{-3} \text{ m} & L &= 4,0 \times 10^{-2} \text{ m} \end{aligned}$$

Dans l'équation (3.6), f_{max} représente l'intensité de la force nécessaire à appliquer pour provoquer la rupture de l'échantillon et σ_r la contrainte à la rupture du carbure de silicium. Cette intensité de force correspond idéalement au capteur de 500 N.

3.2.2.3 Suivi de la déformation de l'échantillon

Le suivi de la déformation est réalisé via des jauges de déformation. Une jauge de déformation est une grille dont la résistance électrique varie de manière linéaire avec l'allongement [61]. De manière pratique, une jauge de déformation est caractérisée

par deux grandeurs : sa résistance nominale R et son facteur de jauge S_g . Le facteur de jauge représente la sensibilité longitudinale par rapport à la sensibilité transversale de la jauge.

Les déformations mesurées étant extrêmement faibles (de l'ordre de 0,01 %), les variations de résistance sont donc également faibles. Pour réduire le bruit et accroître la précision des mesures, il est courant de faire appel à un montage en pont de Wheatstone, dont le schéma est donné [figure 3.5](#).

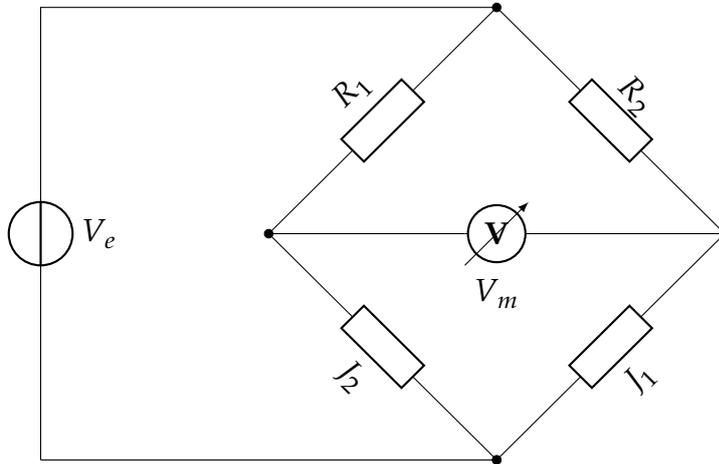


FIGURE 3.5 – Schéma du pont de Wheatstone avec V_e la tension d'entrée, V_m la tension mesurée, J_1 et J_2 des jauges de déformation et R_1 et R_2 des résistances dont la valeur est égale à la résistance nominale des jauges.

La variation de tension mesurée vaut :

$$\Delta V_m = V_{m,0} - V_{m,1} \quad (3.7)$$

où $V_{m,0}$ représente la tension mesurée avant l'essai et $V_{m,1}$ la tension mesurée au cours de l'essai. On a :

$$\Delta V_m = \frac{V_e}{4} \cdot (\delta_1 - \delta_2) \quad (3.8)$$

où δ_1 et δ_2 sont les variations de résistance électrique des jauges de déformation. La jauge J_1 est collée sur l'échantillon qui subit un essai de flexion et J_2 sur un échantillon du même type, appelé échantillon témoin de température, situé à proximité de l'échantillon testé mais qui ne subit pas d'essai de flexion. On a :

$$\delta_i = \delta_i^m + \delta_i^T \quad (3.9)$$

où δ_i^m est la variation de résistance de la i -ième jauge de déformation due à une sollicitation mécanique de l'échantillon et δ_i^T est la variation de résistance due à une sollicitation thermique de l'échantillon. Les deux échantillons subissent les mêmes variations de température, cependant, l'échantillon témoin de température n'est pas mécaniquement sollicité. On obtient :

$$\delta_1^T = \delta_2^T = \delta^T \quad (3.10)$$

et

$$\delta_2^m = 0 \quad (3.11)$$

donc

$$\delta_1 = \delta_1^m + \delta^T \quad (3.12)$$

$$\delta_2 = 0 + \delta^T \quad (3.13)$$

avec l'équation (3.8), il vient :

$$\Delta V_m = \frac{V_e}{4} \cdot (\delta_1^m + \delta^T - \delta^T) = \frac{V_e}{4} \cdot \delta_1^m \quad (3.14)$$

On remarque que, dans l'équation (3.14) les effets des variations de température sur la mesure sont compensées. Deux jauges sont placées sur chaque échantillon testé : une sur la face en traction et une sur la face en compression. Cela a pour avantage de permettre de vérifier que le matériau se comporte de manière isotrope. Un autre échantillon, placé à côté du premier (mais pas dans la presse) est préparé avec deux jauges de déformation afin de réaliser la compensation en température.

Les jauges ont été collées à l'aide de colle cyanoacrylate avec une durée de séchage de deux heures au minimum. Elles ont été centrées sur la brasure (une description des échantillons est donnée section 3.3).

3.2.2.4 Suivi de l'émission acoustique

Un capteur d'émission acoustique est collé à la colle cyanoacrylate sur l'une des extrémités de la face en compression de l'échantillon (visible sur la figure 3.4), et un deuxième capteur sur le montage expérimental. Le deuxième capteur est présent afin de pouvoir éliminer les signaux parasites qui seraient générés dans le support expérimental.

Nous considérerons que la célérité des ondes dans le carbure de silicium et l'acier est de l'ordre de 12 000 et 6000 m s⁻¹, respectivement. Le coefficient de transmission en énergie (équation (2.8)) peut donc être calculé :

$$\tau_{SiC \rightarrow ac} = \frac{4 \cdot \rho_{SiC} \cdot c_{SiC}^{onde} \cdot \rho_{ac} \cdot c_{ac}^{onde}}{(\rho_{SiC} \cdot c_{SiC}^{onde} + \rho_{ac} \cdot c_{ac}^{onde})^2} = 0,99 \quad (3.15)$$

avec les valeurs suivantes :

$$\begin{aligned} \rho_{SiC} &= 3,21 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3} & c_{SiC}^{onde} &= 1,2 \times 10^4 \text{ m s}^{-1} \\ \rho_{ac} &= 7,85 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3} & c_{ac}^{onde} &= 6,0 \times 10^3 \text{ m s}^{-1} \end{aligned}$$

La vitesse de propagation des ondes dans le carbure de silicium étant beaucoup plus importante que dans le montage expérimental en acier, un signal émis par le support sera donc généralement détecté en premier par le capteur situé sur l'échantillon. Il sera donc nécessaire de supprimer les salves détectées presque simultanément par les deux capteurs.

Le réglage des fenêtres temporelles dépend fortement du matériau, ainsi que des conditions expérimentales (voir section 2.2). Les paramètres utilisés sont ceux qui avaient été déterminés dans des travaux antérieurs [2] :

- PDT = 60 μ s,
- HLT = 600 μ s,
- HDT = 200 μ s.

Avant de débiter chaque expérience de flexion quatre points, l'émission acoustique a été testée par l'enregistrement de salves générées par des tests de Hsu-Nielsen, ainsi que par l'enregistrement du bruit de fond. Le test de Hsu-Nielsen représente un point de comparaison entre les différentes expériences (voir [section 2.1.5](#)). Cela permet aussi de vérifier la qualité du couplage capteur-échantillon [62].

3.2.3 Méthode d'acquisition

Deux centrales d'acquisitions différentes permettent de récupérer les signaux d'émission acoustique et de déformation. La mesure de l'intensité de la force via la presse est également récupérée sur les deux centrales d'acquisition et permet de synchroniser les données. On peut voir sur la [figure 3.6](#) un schéma de principe de la méthode d'acquisition.

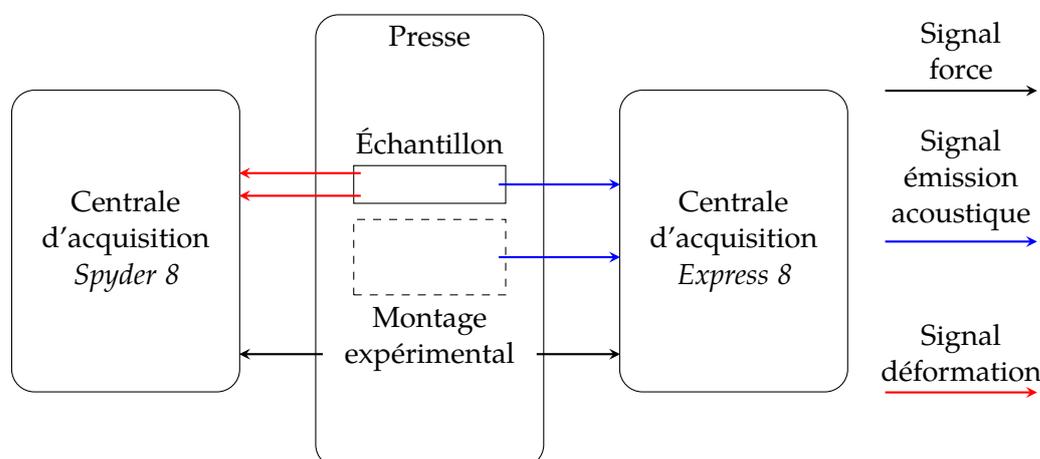


FIGURE 3.6 – Schéma de principe de la méthode d'acquisition.

L'acquisition de l'émission acoustique est toujours lancée au moins 3 min avant le début de l'expérience afin de vérifier la présence de bruit de fond.

3.3 Échantillons de flexion quatre points

Les échantillons sont constitués de deux barreaux de carbure de silicium de $3 \times 4 \times 25 \text{ mm}^3$ brasés entre eux bout à bout. Les échantillons de flexion quatre points, schématisés [figure 3.7](#), mesurent donc environ $3 \times 4 \times 50 \text{ mm}^3$ (les mesures exactes de ces échantillons sont récapitulées en [annexe C](#)). Les couples nuance de brasure/épaisseur de brasure ainsi que le nombre d'échantillons pour chaque couple sont donnés dans le [tableau 3.1](#).

3.4 Protocole expérimental

Deux types d'essais ont été réalisés. Des essais en rampe simple, qui ont permis de déterminer la contrainte à la rupture sous chargement monotone des échantillons, ainsi

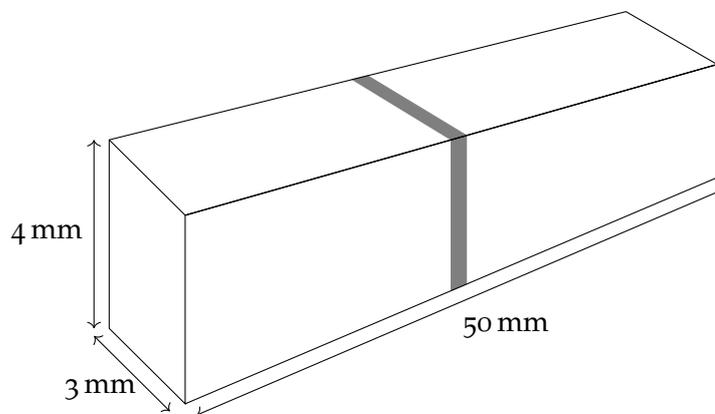


FIGURE 3.7 – Schéma d'un échantillon de flexion quatre points, avec la brasure en gris.

Brasure	Épaisseur (μm)	Nombre d'échantillons
CEA 0	50	7
CEA 0	100	6
CEA 0	140	5
CEA 1	50	5
CEA 1	100	6
CEA 1	145	7

TABLEAU 3.1 – Nombre d'échantillons de flexion quatre points testés et leurs caractéristiques.

que de vérifier si le matériau se comporte bien de manière élastique et isotrope dans ces conditions. Des essais en charge-décharge ont ensuite été réalisés, afin de caractériser plus finement le comportement mécanique du matériau [63].

3.4.1 Essais en rampe simple

Chaque couple nuance/épaisseur a été testé en duplicat afin d'avoir une estimation la plus correcte possible de la contrainte à la rupture σ_r , compte tenu du nombre d'échantillons à disposition. Les essais ont été conduits avec une vitesse de déplacement de la traverse de $0,03 \text{ mm min}^{-1}$. L'intensité de la force maximale atteignable a été fixée à 350 N afin de garder une bonne marge de sécurité pour la machine. Cette force a une intensité supérieure de 80 N à celle nécessaire pour casser un échantillon de carbure de silicium pur, qui est de 270 N (voir équation (3.6)).

La rupture est détectée par l'augmentation soudaine de la déformation sur la jauge collée sur la face en traction : on peut voir sur la figure 3.8 un petit plateau horizontal à l'extrémité de la courbe de traction.

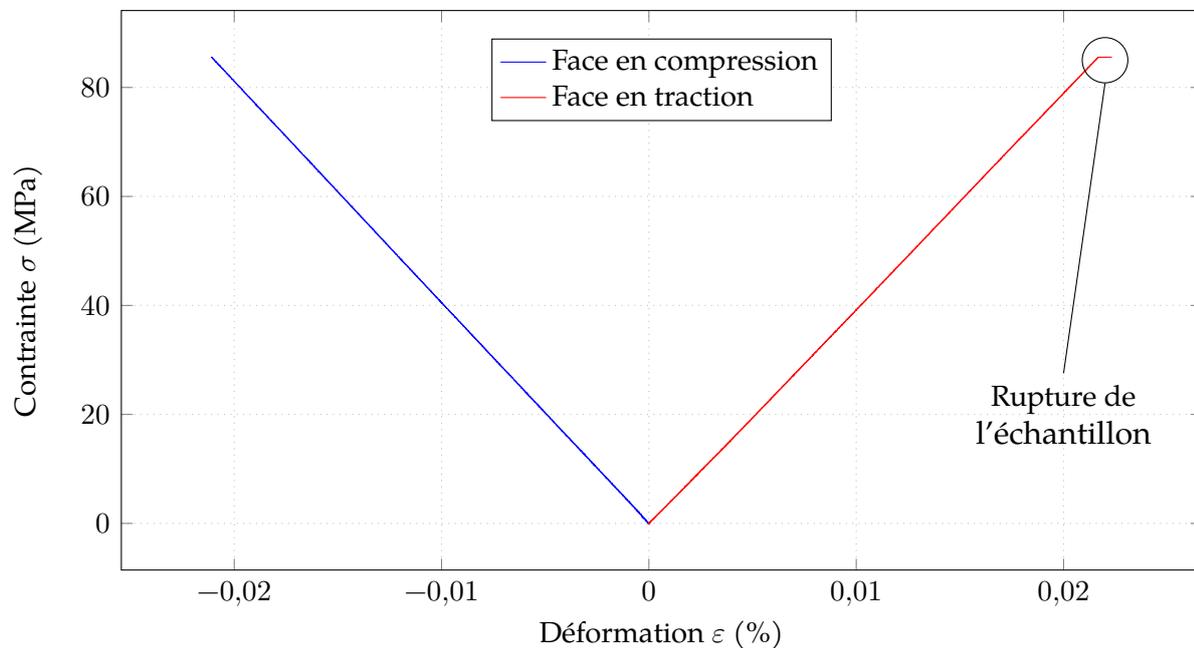


FIGURE 3.8 – Exemple de résultat pour la flexion quatre points en rampe simple.

3.4.2 Essais en charge-décharge

Tous les couples nuance/épaisseur ont été testés deux fois en charge-décharge. L'idée générale de ce genre d'essais est d'augmenter la contrainte de l'échantillon par paliers successifs, tout en revenant à un niveau de contrainte plus faible entre deux paliers. Afin d'éviter toute perte de contact entre le bâti et le montage expérimental, il a été choisi de ne pas revenir à une contrainte nulle entre les paliers. La figure 3.9 illustre l'évolution de l'intensité de la force exercée par la traverse au cours d'un essai : la traverse se déplace vers le bas jusqu'à ce que l'intensité de la force du premier palier soit atteinte, puis commence à remonter tant que l'intensité n'a pas atteint le palier bas de 20 N, puis redescend pour le palier suivant. La vitesse de déplacement de la traverse est de $0,03 \text{ mm min}^{-1}$.

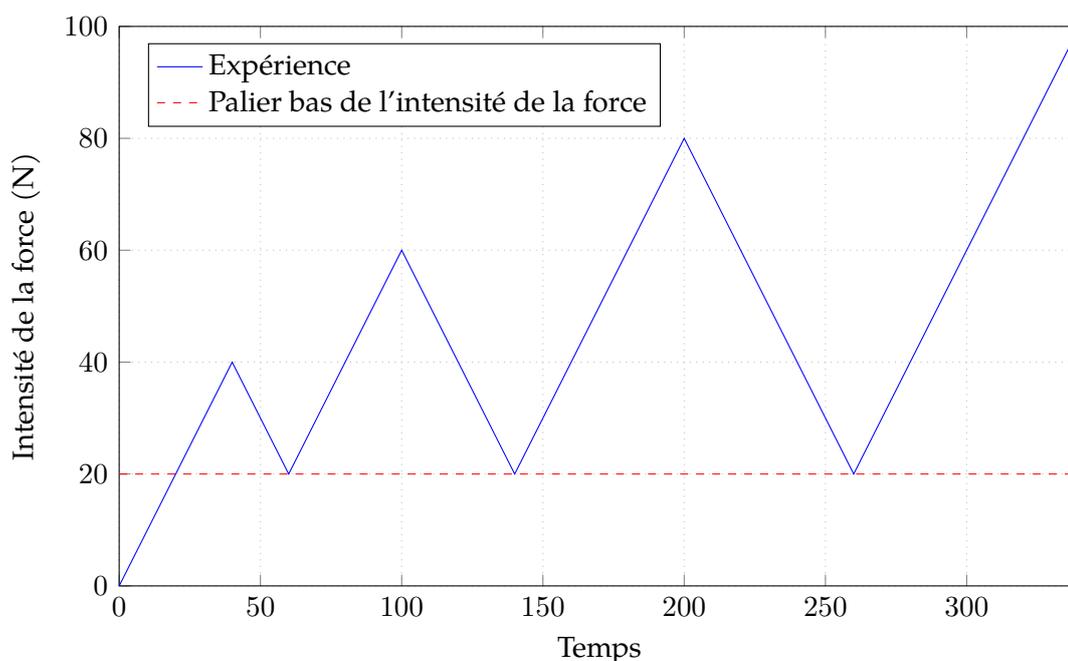


FIGURE 3.9 – Illustration des cycles des essais en charge-décharge.

À chaque extrémité de palier, deux modules de Young apparents¹ peuvent-être calculés. Ces modules de Young apparents sont déterminés comme la dérivée de la tangente au niveau d'un extremum. La figure 3.10a illustre les modules déterminés. Il y en a donc quatre par cycle :

- un en début de charge E_{dC} ,
- un en fin de charge E_{fC} ,
- un en début de décharge E_{dD} (retour au palier bas),
- un dernier en fin de décharge E_{fD} .

La déformation permanente correspond à la déformation plastique de l'échantillon au cours de l'expérience. Elle correspond à l'écart de déformation au niveau du palier bas entre le dernier et le premier cycle. La flèche rouge sur le schéma de la figure 3.10b illustre cette déformation.

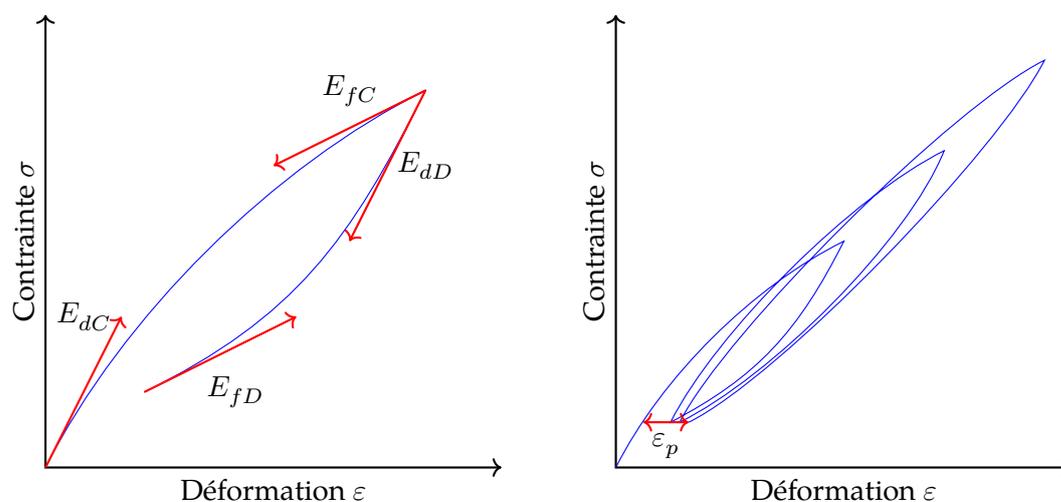
Différents cycles ont été définis et décrits dans le tableau 3.2 afin d'adapter la contrainte à l'échantillon testé, selon la résistance à la rupture obtenue lors des essais en rampe simple (résultats des essais en rampe simple donnés dans le tableau 3.3). La rupture de l'échantillon a été détectée de la même manière que pour les essais en rampe simple.

3.5 Résultats

3.5.1 Isotropie du comportement en traction - compression

Que ce soit pour les essais en rampe simple (comme on peut le voir figure 3.8) ou pour les essais en charge-décharge (voir figure 3.14), la courbe déformation-contrainte

1. On appelle module de Young apparent un module de Young qui n'est pas calculé au début de la courbe déformation - contrainte.



(a) Schéma représentatif des modules de Young apparents sur un essai en charge-décharge : en bleu la courbe contrainte/déformation, en rouge les modules apparents.

(b) Schéma représentatif de la déformation permanente sur un essai en charge-décharge : en bleu la courbe contrainte/déformation, en rouge la déformation permanente.

FIGURE 3.10 – Schéma explicatif des essais en aller retour. La déformation a été volontairement exagérée par souci de clarté.

Couple nuance/épaisseur	Palier bas (N)	Augmentation par palier (N)	Palier final (N)
CEA 0 – 100 μm	20	20	160
CEA 0 – 140 μm			
CEA 1 – 100 μm	20	30	220
CEA 1 – 145 μm			
CEA 0 – 50 μm			
CEA 1 – 50 μm	20	40	240

TABLEAU 3.2 – Récapitulatif des cycles utilisés pour les essais en charge-décharge.

de la face en traction et celle de la face en compression sont symétriques. On peut donc conclure que le matériau a un comportement isotrope en traction et compression.

3.5.2 Résistance à la rupture

LE MINH a réalisé des essais de flexion quatre points sur des échantillons brasés CEA 0 et CEA 1 sans jauge de déformation [38]. Il conclut que :

- le point faible des assemblages SiC/BraSiC®/SiC est la brasure, dès lors qu'elle mesure plus de 19 μm d'épaisseur,
- la brasure CEA 1 est plus résistante que la brasure CEA 0,
- la résistance des assemblages SiC/BraSiC®/SiC dépend de l'épaisseur de la brasure.

Cependant, aucun de ses résultats ne mentionne la déformation subie par les échantillons. De plus, tous les essais ont été réalisés en rampe simple sans suivi de l'émission acoustique.

Les essais qui ont été réalisés dans le cadre de ce travail ont été conduits avec le suivi de la déformation ainsi que de l'émission acoustique. On retrouve les résultats des essais en rampe simple dans le [tableau 3.3](#) et ceux des essais en charge-décharge dans le [tableau 3.4](#). La [figure 3.11](#) représente les contraintes à la rupture obtenues et compare ces résultats avec ceux obtenus par LE MINH [38]. On remarque que les valeurs qui ont été obtenues dans le cadre de ce travail sont similaires à celle obtenues par LE MINH pour la brasure CEA 0, tandis qu'elles sont plus faibles pour la brasure CEA 1.

Référence de l'échantillon	Brasure	Épaisseur de brasure (μm)	Contrainte à la rupture σ_r (MPa)	Lieu de rupture
1	CEA 1	145	68,8	brasure
6	CEA 1	145	93,8	brasure
21	CEA 1	100	85,5	brasure
24	CEA 1	100	90,3	brasure
40	CEA 1	50	104,7	brasure
42	CEA 1	50	118,3	brasure
12	CEA 0	140	71,4	brasure
14	CEA 0	140	72,1	brasure
32	CEA 0	100	80,1	brasure
34	CEA 0	100	65,9	brasure
54	CEA 0	50	103,6	brasure
55	CEA 0	50	87,4	brasure

TABLEAU 3.3 – Contrainte à la rupture obtenue lors des essais en rampe simple.

En comparant les [tableaux 3.3](#) et [3.4](#), on remarque que les contraintes à la rupture obtenues lors des essais en rampe simple sont similaires à celles obtenues en charge-décharge. Pour chaque nuance de brasure, la résistance des assemblages dépend de l'épaisseur de la brasure. De plus, la brasure CEA 1 semble plus résistante que la brasure CEA 0. Enfin, les plus fines épaisseurs de brasures des échantillons testés sont de 50 μm , cependant tous les échantillons ont cassés dans la brasure. Ces résultats confirment ceux qui avaient été obtenus par LE MINH.

Référence de l'échantillon	Brasure	Épaisseur de brasure (μm)	Déformation permanente $\varepsilon_p \pm 0,2 \times 10^{-4}$ (%)	Contrainte à la rupture σ_r (MPa)
5	CEA 1	145	$0,9 \times 10^{-4}$	79,6
7	CEA 1	145	$1,7 \times 10^{-4}$	81,8
22	CEA 1	100	$3,6 \times 10^{-4}$	99,8
23	CEA 1	100	$2,1 \times 10^{-4}$	85,7
41	CEA 1	50	$0,5 \times 10^{-4}$	100,2
44	CEA 1	50	0,0	122,0
10	CEA 0	140	$1,4 \times 10^{-4}$	70,4
13	CEA 0	140	$4,7 \times 10^{-4}$	61,6
30	CEA 0	100	$2,8 \times 10^{-4}$	83,2
33	CEA 0	100	$5,4 \times 10^{-4}$	90,2
52	CEA 0	50	0,0	79,7
53	CEA 0	50	$3,1 \times 10^{-4}$	111,6

TABLEAU 3.4 – Contrainte à la rupture et déformation permanente obtenues lors des essais en charge-décharge.

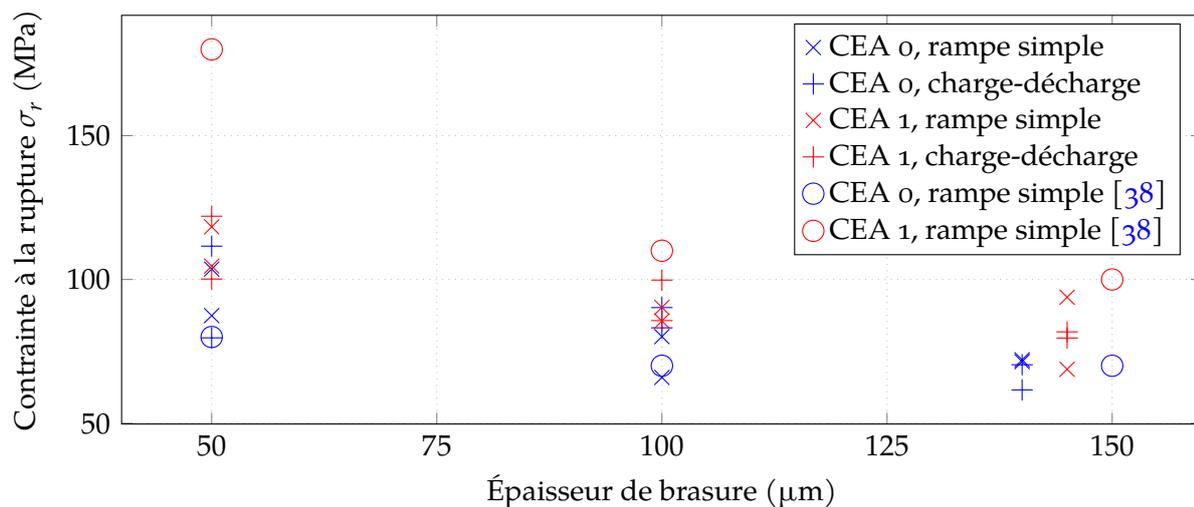


FIGURE 3.11 – Contrainte à la rupture de tous les échantillons et comparaison avec les travaux de LE MINH [38].

3.5.3 Linéarité déformation-contrainte

Tous les matériaux se déforment de manière élastique tant que le niveau de déformation ne dépasse pas leur limite d'élasticité. Si on dépasse cette limite d'élasticité, un matériau plastique se déformera de manière permanente alors qu'un matériau fragile se rompra. La mise en évidence du comportement purement élastique du matériau passe par la détermination du coefficient directeur de la courbe déformation-contrainte. Si ce coefficient directeur est déterminé au tout début de la courbe, il correspond au module de Young. Cependant, dans notre cas, nous allons étudier l'évolution du module de Young au cours de l'expérience. Cela a été réalisé à l'aide d'une régression linéaire réalisée avec le module *linregress* de la bibliothèque *scipy stats*, Python 3.7 [64], sur une étendue de 301 points (150 points avant, 150 points après le point considéré) afin de réduire l'effet des petites fluctuations dues à la chaîne d'acquisition. Cela explique que le module apparent ne puisse pas être déterminé correctement au moment de la rupture.

On remarque sur la [figure 3.12](#) que le module de Young apparent a tendance à subir une légère augmentation entre le début et le milieu des expériences. Ce type de comportement a déjà été observé sur des matériaux très différents (mousses métalliques [65] ou ciment dentaire [66] par exemple). Ensuite, le module d'élasticité a tendance à diminuer jusqu'à la rupture. Cette diminution est généralement accompagnée du début de l'activité acoustique.

Pour une même épaisseur de brasure (une colonne sur la [figure 3.12](#)), on remarque que le module de Young apparent est plus important pour les brasures CEA 1 (les deux lignes du haut sur la [figure 3.12](#)) que pour les brasures CEA 0 (les deux lignes du bas sur la [figure 3.12](#)). La brasure CEA 1 conduit donc à des assemblages plus rigides que la brasure CEA 0, à épaisseur de brasure équivalente. L'activité acoustique est en moyenne plus élevée pour les échantillon brasés CEA 0. Cela s'explique par davantage d'apparition de défauts pour les échantillons brasés CEA 0, ce qui corrobore les résultats de résistance des assemblages de la [section 3.5.2](#).

On peut également observer que, pour la majorité des échantillons brasés CEA 0 (les deux lignes du bas sur la [figure 3.12](#)), un effondrement du module d'élasticité apparent juste avant la rupture. Cet effondrement peut être expliqué par l'endommagement du matériau qui provoque une diminution de sa rigidité. Par ailleurs, cet effondrement est toujours lié à une augmentation de l'activité acoustique du matériau.

Les grandes variations observées sur le deuxième échantillon brasé CEA 1 – 50 μm sont dues à un incident au moment de l'expérimentation, comme le décollement d'une jauge de déformation ou un faux contact au niveau des fils de la jauge de déformation.

3.5.4 Détermination des modules de Young apparents

L'observation des essais en charge-décharge, illustrés [figure 3.13](#), indique de prime abord que les brasures ne réagissent pas de la même manière en fonction de l'épaisseur de la brasure. En effet, si on observe les graphiques de la première et la dernière colonne de la [figure 3.13](#), on remarque que, hormis pour les échantillons 13 et 53, il y a peu de variations entre les modules de Young apparents de début et de fin pour les brasures de 50 et 140 μm ; tandis que pour les brasures de 100 μm d'épaisseur (colonne du milieu de la [figure 3.13](#)), on constate une forte variation entre les modules de début (points rouges et bleus) et de fin (points oranges et verts).

De plus, en observant les résultats pour les échantillons dont la brasure mesure

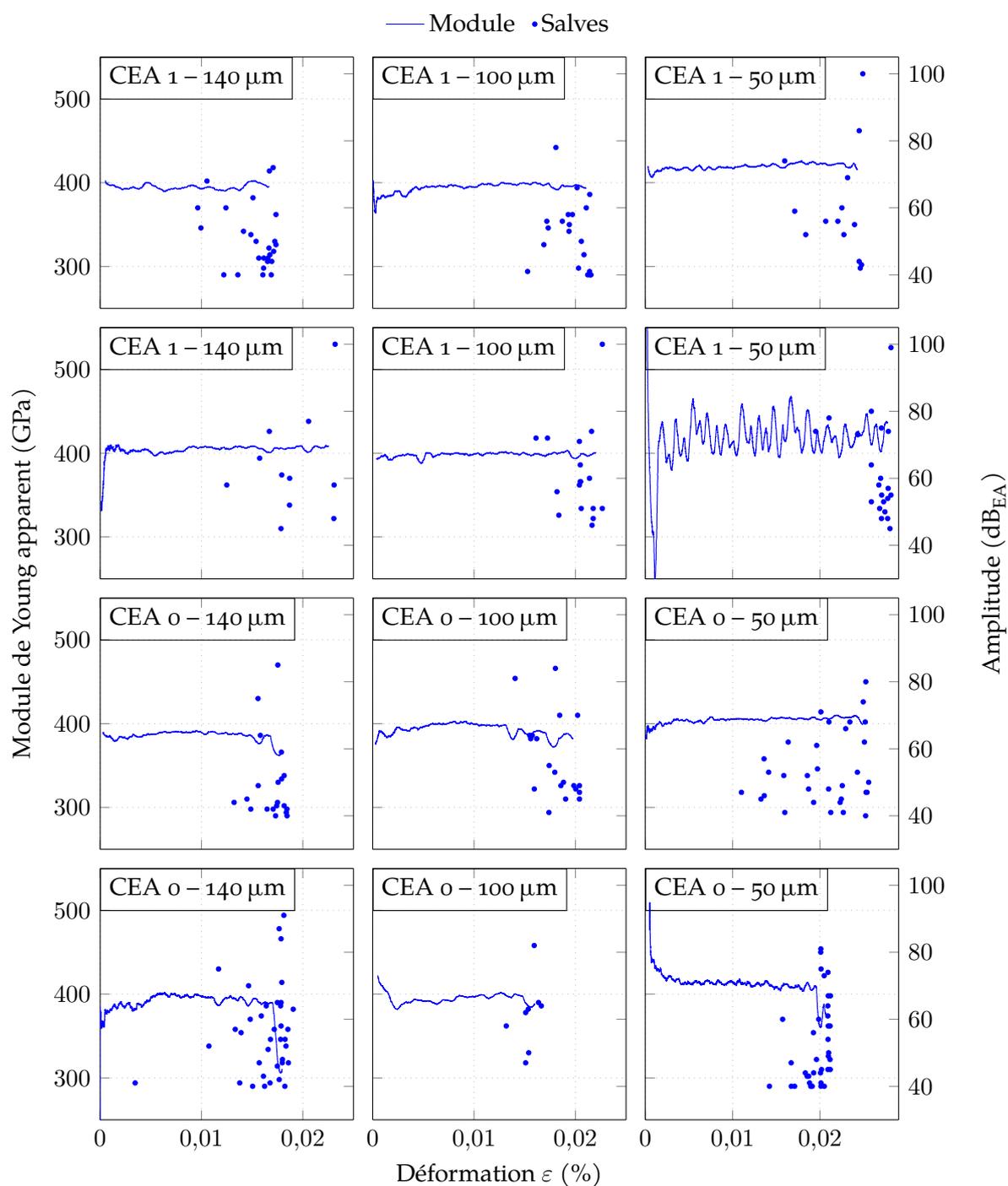


FIGURE 3.12 – Essais en rampe simple : module de Young apparent et salves d'émission acoustique.

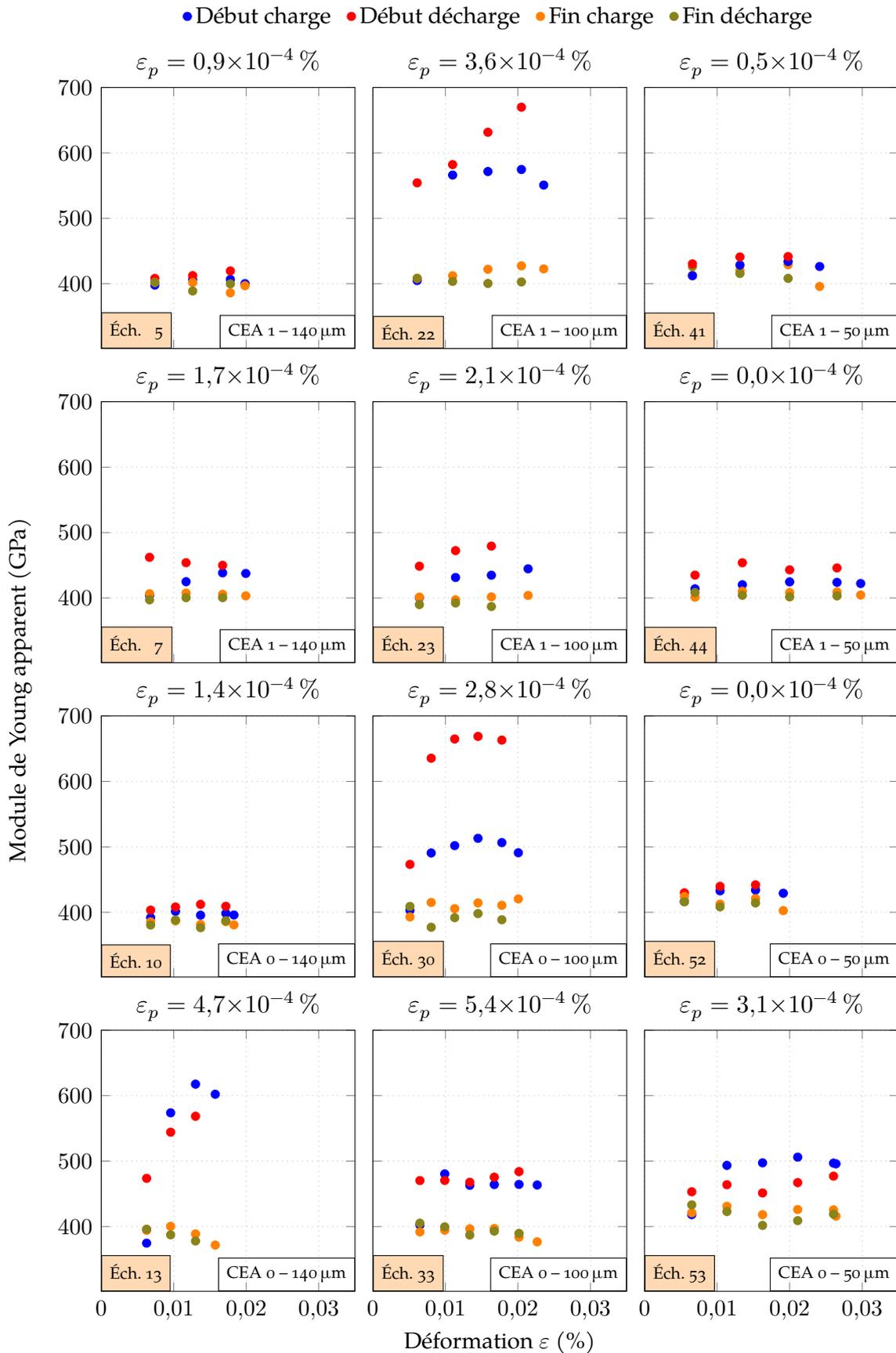


FIGURE 3.13 – Essais en charge-décharge : modules de Young apparents et déformation permanente des échantillons.

100 μm d'épaisseur (colonne du milieu de la [figure 3.13](#)) et les échantillons 13 et 53, la déformation permanente est supérieure à $2 \times 10^{-4} \%$. Il semble donc y avoir une corrélation entre la forte variation des modules de Young apparents et les déformations permanentes importantes. Cela montre que le matériau possède un comportement non-linéaire vis-à-vis des contraintes mécaniques, de l'épaisseur et de la composition de la brasure.

On remarque également, pour les échantillons 10, 41 et 52, que les modules de début de charge et de décharge ont tendance à augmenter en début d'expérience, pour diminuer par la suite. Ce phénomène a également été observé lors des essais en rampe simple (voir [section 3.5.3](#)).

On constate enfin que les modules de Young apparents de fin de charge et de décharge évoluent aux alentours de 400 GPa, et sont plus faibles que les modules de début, qui évoluent quant à eux sur une plage de 400 à 700 GPa. Compte tenu du module de Young du carbure de silicium homogène, qui est de 420 GPa [21], l'assemblage semble donc être plus rigide que le matériau de base lors de sollicitations cycliques lentes.

3.5.5 Déformation permanente

La déformation permanente ε_p représente l'endommagement et la déformation plastique du matériau avant la rupture. En observant la [figure 3.14](#), on remarque que la brasure CEA 0 est plus sujette à la déformation plastique que la brasure CEA 1 : cinq échantillons brasés CEA 0 et seulement trois brasés CEA 1 ont une déformation permanente supérieure à $1 \times 10^{-4} \%$ (en rouge sur la [figure 3.14](#)).

Au niveau de l'activité acoustique, on peut observer que les échantillons qui subissent une faible déformation permanente (en blanc sur la [figure 3.14](#)) ont tendance à générer peu d'activité acoustique. Les brasures de 100 μm (colonne du milieu de la [figure 3.14](#)) ont aussi tendance à générer beaucoup d'activité acoustique.

Si on observe la déformation à la rupture sur la [figure 3.14](#) (extrémité des courbes), on remarque qu'elle devient de plus en plus importante à chaque nouvelles colonne : elle est plus importante pour les brasures fines que pour les brasures épaisses. De plus, la brasure CEA 1 (les deux lignes du haut de la [figure 3.14](#)) permet d'atteindre des déformations à la rupture plus importantes que la brasure CEA 0 (les deux lignes du bas) pour une épaisseur de brasure donnée.

3.5.6 Émission acoustique

La [figure 3.15](#) se focalise sur l'échantillon 22. La discrimination des populations de salves est habituellement réalisée sur les graphiques semi-logarithmiques amplitude-durée : un même type de phénomène aura tendance à générer des salves qui suivent une droite sur ce type de graphique [67]. On remarque dans la [figure 3.15a](#) deux populations de salves qui suivent des droites de pentes différentes, surlignées en rouge et en vert. Les salves surlignées dans la [figure 3.15a](#) ont été également mises en évidence (avec la même couleur) dans la [figure 3.15b](#). On peut donc conclure que deux mécanismes d'endommagement, au moins, sont présents. La population rouge contient les salves générées lors des tests de Hsu-Nielsen (les points rouges sur la [figure 3.15a](#)) : cette population correspond à des événements similaires à ceux générés par les tests de Hsu-Nielsen. La population verte correspond à des événements d'amplitudes équivalentes à ceux de la population rouge, mais de durée plus longue. On retrouve ces populations dans la [figure 3.15b](#) avec un grand RA et une fréquence moyenne faible

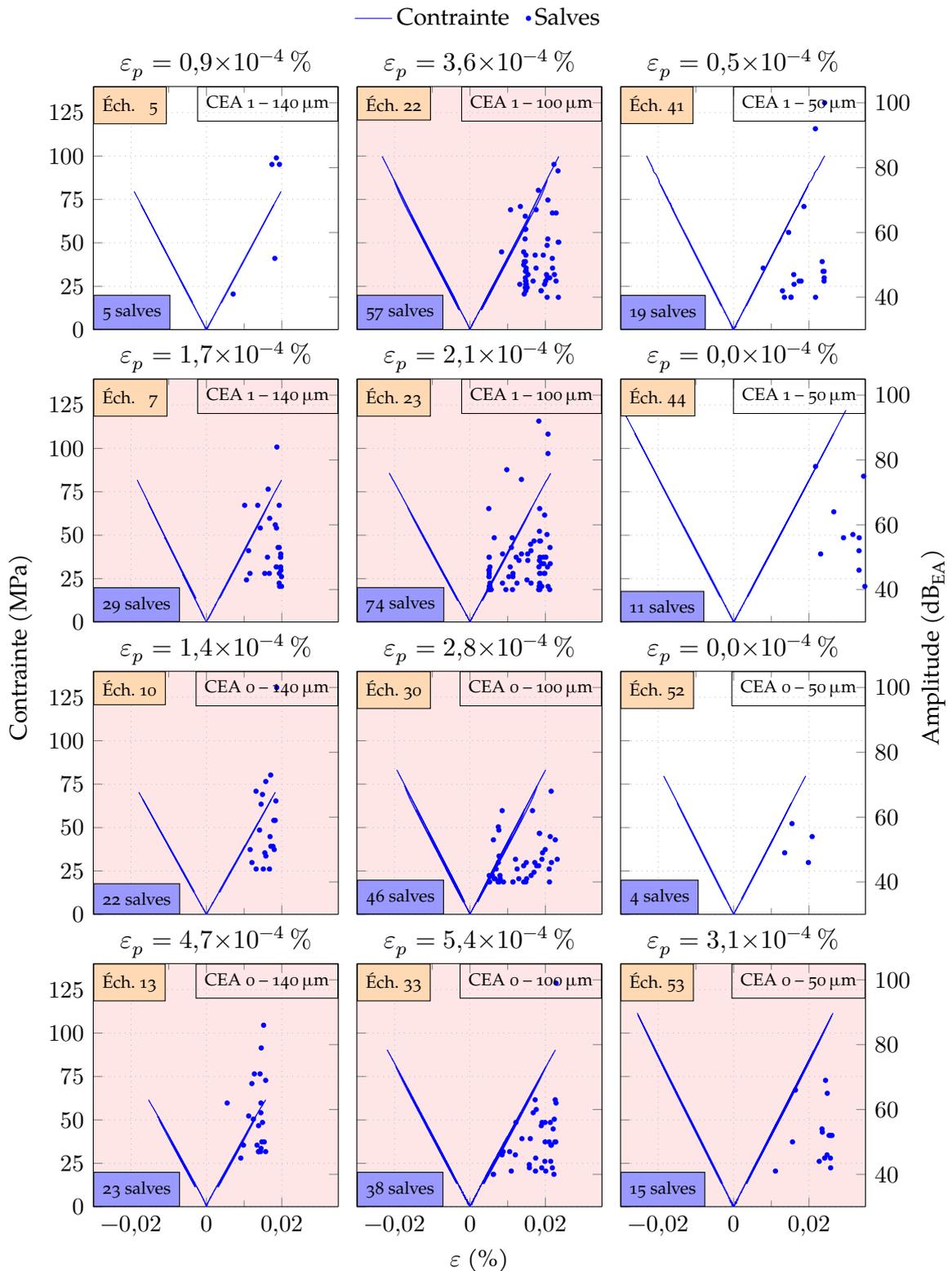


FIGURE 3.14 – Essais en charge-décharge : courbe de contrainte en fonction de la déformation et salves d’émission acoustique générées au cours de l’essai. Les graphiques colorés en rouge ont une déformation permanente supérieure à 10^{-4} %.

pour la population verte et avec un RA faible et une fréquence moyenne plus importante pour la population rouge. Le graphique fréquence moyenne- RA (figure 3.15b) facilite la discrimination des populations : la différence de pente entre les droites qui définissent les populations est beaucoup plus importante, les deux populations ont donc moins tendance à se confondre.

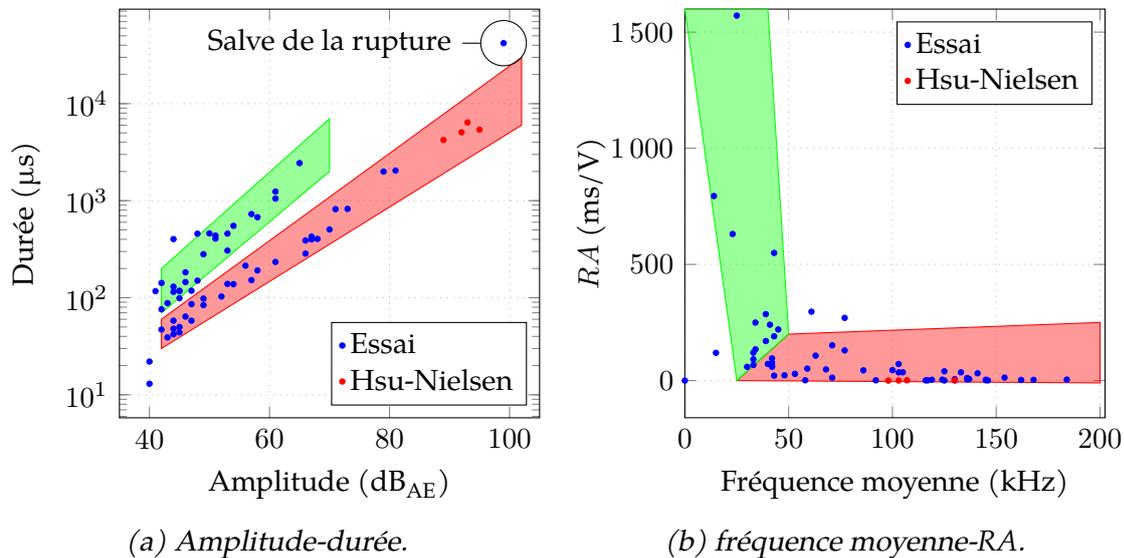


FIGURE 3.15 – Émission acoustique pour l'échantillon 22, CEA 1 – 100 μm . On remarque que deux populations de salves sont présentes, surlignées en vert et en rouge sur les deux graphiques. La population en rouge contient les réponses aux tests de Hsu-Nielsen.

Les figures 3.16 et 3.17 montrent les résultats d'émission acoustique pour les essais réalisés en charge-décharge. L'observation des graphiques amplitude-durée (figure 3.16) montre que l'on peut identifier deux populations de salves, de la même manière que précédemment que pour l'échantillon 22, pour les échantillons 22, 23 et 30. Les autres échantillons ne semblent contenir qu'une seule population de salves. Cependant, les échantillons 5, 41, 44, 10, 52 et 53 contiennent trop peu de salves pour pouvoir discriminer des populations avec ce type de graphique. On remarque néanmoins sur la figure 3.17 que les échantillons 5, 22, 23, 10, 30, 13 et 33 semblent contenir deux populations. Cela confirme les observations réalisées sur la figure 3.15 : les graphiques fréquence moyenne- RA , permettent de discriminer plus facilement différentes populations, même quand peu de salves sont enregistrées.

Afin d'observer plus finement les salves des deux populations discriminées, des formes d'ondes ont été extraites de l'échantillon 22. La figure 3.18 donne une forme d'onde de chaque type de population, ainsi qu'une forme d'onde typique de la réponse à un test de Hsu-Nielsen. La première ligne de graphiques (en haut), donne l'amplitude de la salve au cours du temps ; la deuxième ligne (en bas), donne les transformées de Fourier rapides (FFT) des formes d'ondes situées au dessus. Ainsi on peut observer sur les formes d'ondes que les salves-types de la population rouge ont une allure générale proche de celles des réponses au tests de Hsu-Nielsen : un temps de montée très court pour une salve plutôt brève. Au contraire, la salve-type de la population verte montre une forme d'onde avec un temps de montée et une durée plus importantes. Au niveau des FFT, la salve-type de la population verte possède la majorité de son contenu fréquentiel entre 0 et 200 kHz. La salve-type de la population rouge présente un contenu

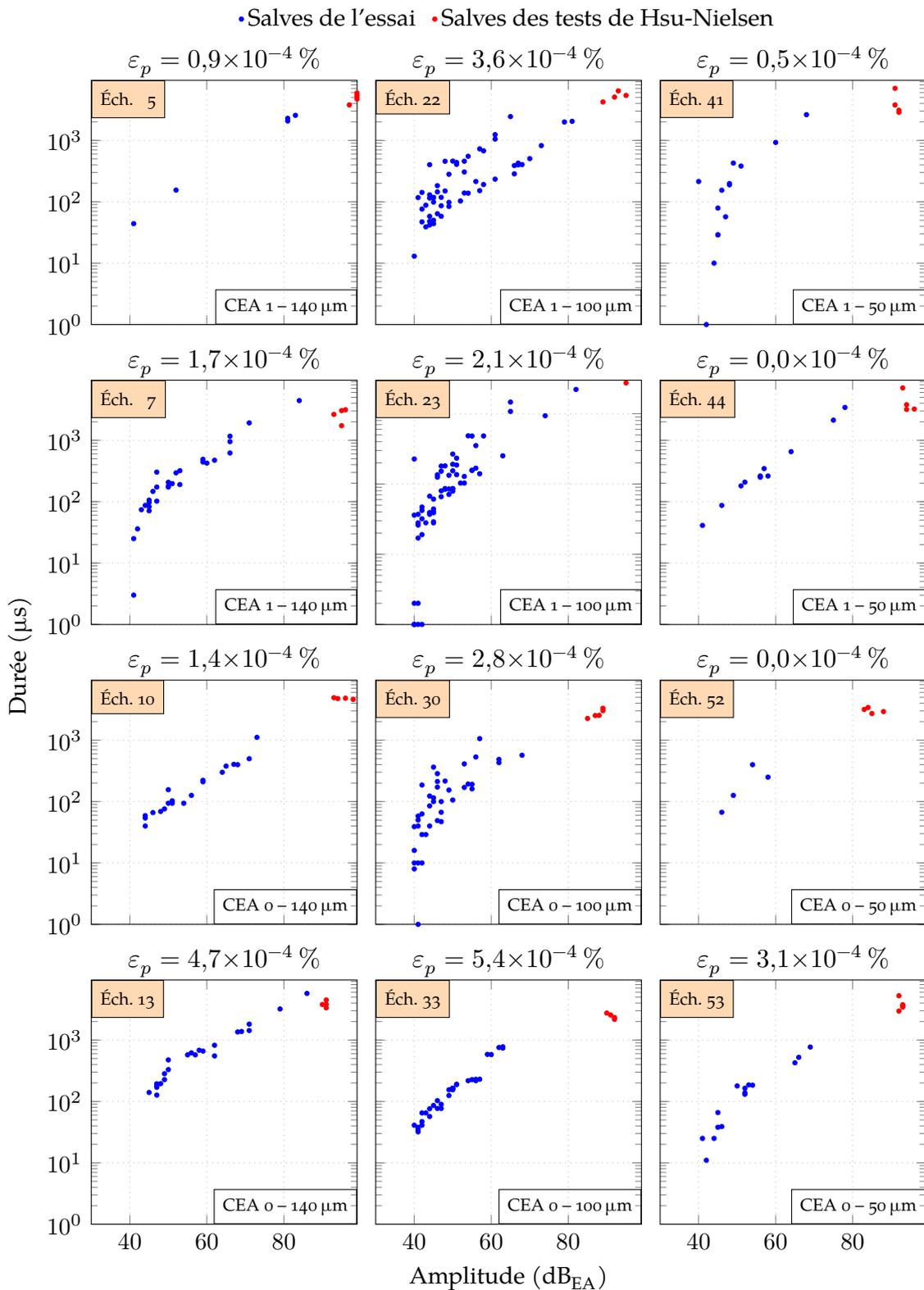


FIGURE 3.16 – Essais en charge-décharge : durée en fonction de l'amplitude et rappel des déformations permanentes.

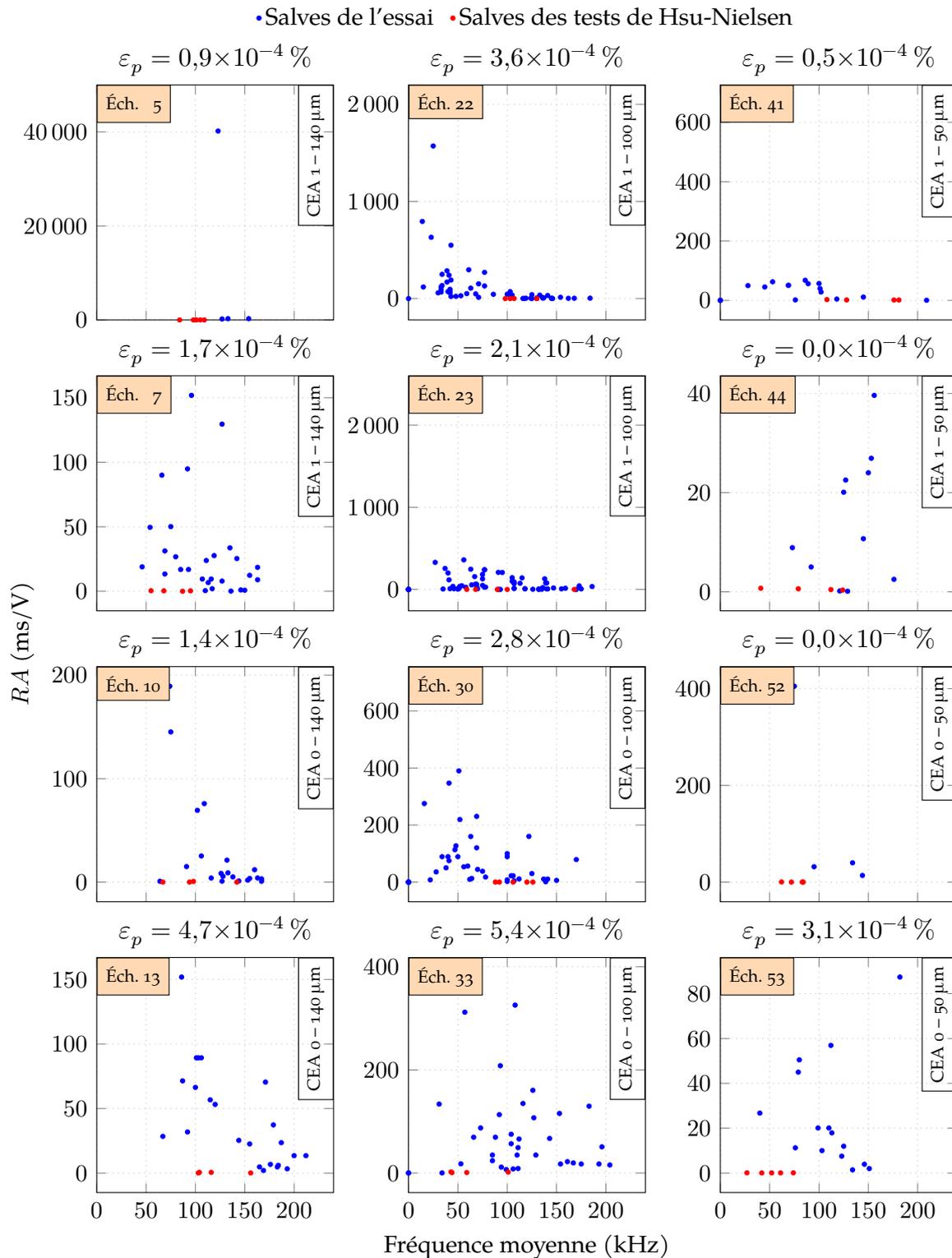


FIGURE 3.17 – Essais en charge-décharge : RA en fonction de la fréquence moyenne.

fréquentiel plus riche ainsi que trois pics de plus forte magnitude à 180 kHz, 210 kHz et 300 kHz. La FFT de la réponse au test de Hsu-Nielsen possède de nombreux pics de forte magnitude allant de 0 à 400 kHz. Les salves de la population verte représentent donc un phénomène plus lent et plus complexe, comme la microfissuration en cisaillement qui provoquerait de la friction entre les deux fronts de fissures. Les populations de type rouge correspondent à des phénomènes plus brefs et peuvent représenter de la microfissuration en ouverture.

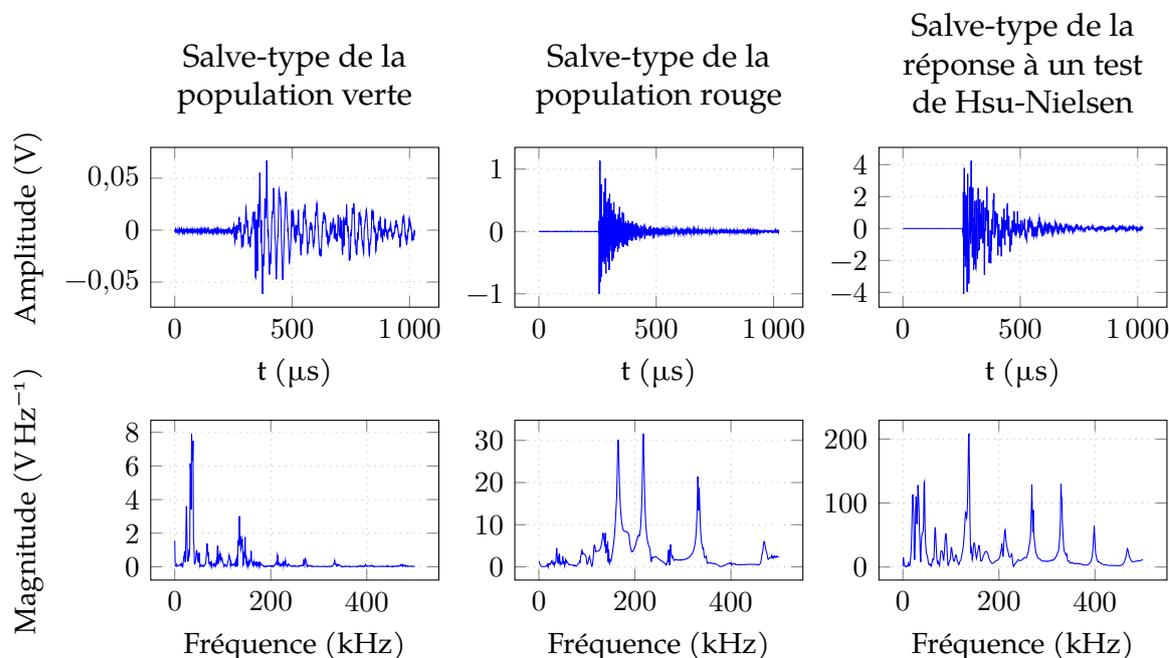


FIGURE 3.18 – Formes d’ondes et leur transformée de Fourier pour l’échantillon 22.

Les échantillons ayant des déformations permanentes supérieures à $2 \times 10^{-4} \%$ ne semblent pas posséder systématiquement deux populations de salves (voir figures 3.16 et 3.17). Il ne semble donc pas y avoir de lien entre la déformation permanente et les mécanismes d’endommagement.

L’analyse des figures 3.15 à 3.18 a montré que plusieurs types d’événements étaient identifiables. Deux populations de salves sont distinctes.

- Une population, en rouge, dont les salves ont une durée courte, une fréquence moyenne élevée et un RA faible. Elle représente un phénomène d’endommagement bref.
- Une autre population, en vert, dont les salves ont, à amplitude égale, une durée plus importante que les salves de la population rouge, une fréquence moyenne faible et un RA élevé. Elle représente un phénomène d’endommagement plus lent et plus complexe.

On remarque davantage de salves de la population rouge que de la population verte. Une piste d’interprétation serait que la population rouge représente de la microfissuration en mode I (ouverture), qui est un phénomène bref et relativement simple. La population verte représenterait de la microfissuration en mode II (cisaillement), qui est un mécanisme plus complexe et conduit à de la friction entre les fronts de fissure. De plus, comme la flexion quatre points permet d’avoir la zone centrale de l’échantillon (c’est-à-dire la zone où est localisée la brasure) en flexion pure, cela peut expliquer qu’il y ait davantage de microfissuration en ouverture qu’en cisaillement.

Intéressons-nous maintenant à la figure [figure 3.19](#), qui présente l'activité acoustique et la contrainte au cours du temps de l'essai sur l'échantillon 30. L'analyse de cette figure amène deux constatations :

- les salves apparaissent presque exclusivement lors de la montée de la contrainte,
- si la contrainte ne dépasse pas la contrainte du cycle précédent, l'activité acoustique est faible ou nulle.

Ce phénomène est connu sous le nom d'effet Kaiser (voir [section 2.1.6](#)) : les brasures CEA 0 et CEA 1 sont des matériaux qui respectent l'effet Kaiser.

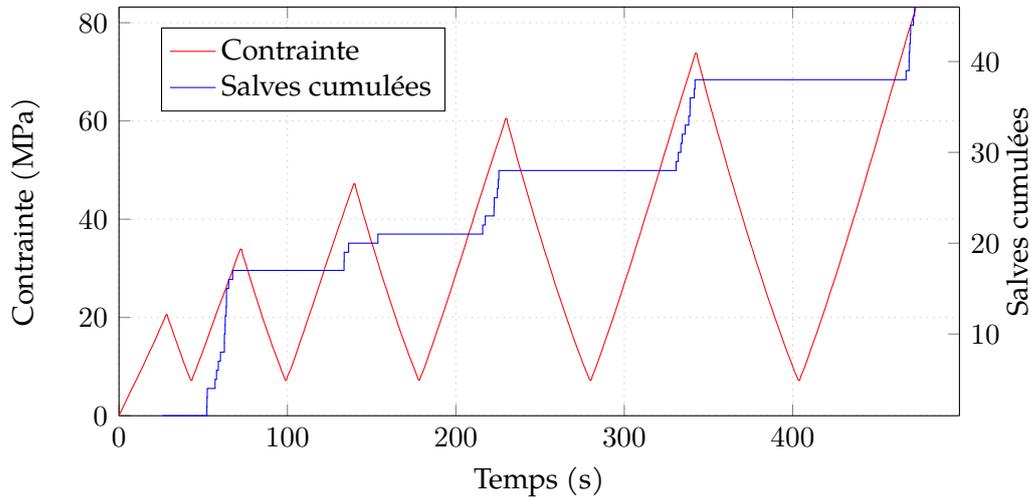


FIGURE 3.19 – Contrainte et salves cumulées au cours d'un essai sur l'échantillon 30 CEA 0 – 100 μm .

3.6 Observation microscopique

L'objectif principal des observations au microscope optique est de caractériser le profil de rupture. Cette rupture peut être cohésive, adhésive ou mixte [38, 32, 68]. Les différents types de rupture sont schématisés sur la [figure 3.20](#). La détermination du type de rupture en présence permet de comprendre le rôle de l'interface SiC/BraSiC® au moment de la rupture. Une rupture cohésive montre que l'interface n'est pas le point faible de l'assemblage et qu'il n'influence pas le mécanisme de rupture. Au contraire, une rupture adhésive montre que le matériau constitutif de la brasure est plus résistant que l'interface. Une rupture mixte est engendrée quand la résistance à la rupture de l'interface est proche de la résistance de la brasure.

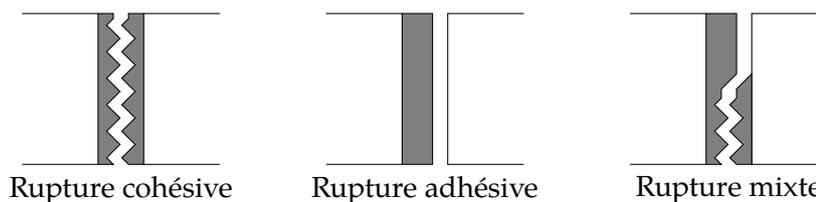


FIGURE 3.20 – Illustration des différents types de rupture (la brasure est en gris).

Des clichés sont réalisés sur un côté de l'échantillon (la face en compression est en haut sur les clichés) et sur la section de la rupture.

3.6.1 Microscopie optique

L'avantage de l'assemblage de matériaux en présence est que le carbure de silicium a tendance à être plutôt mat et la brasure beaucoup plus brillante. Cela permet d'identifier rapidement le type de rupture. On remarque sur la [figure 3.21](#) des structures à 45° ainsi que de la striation (entourée en rouge). La brillance et le faciès des clichés réalisés sur les sections cassées des différents échantillons conduisent à conclure que la rupture est purement cohésive.

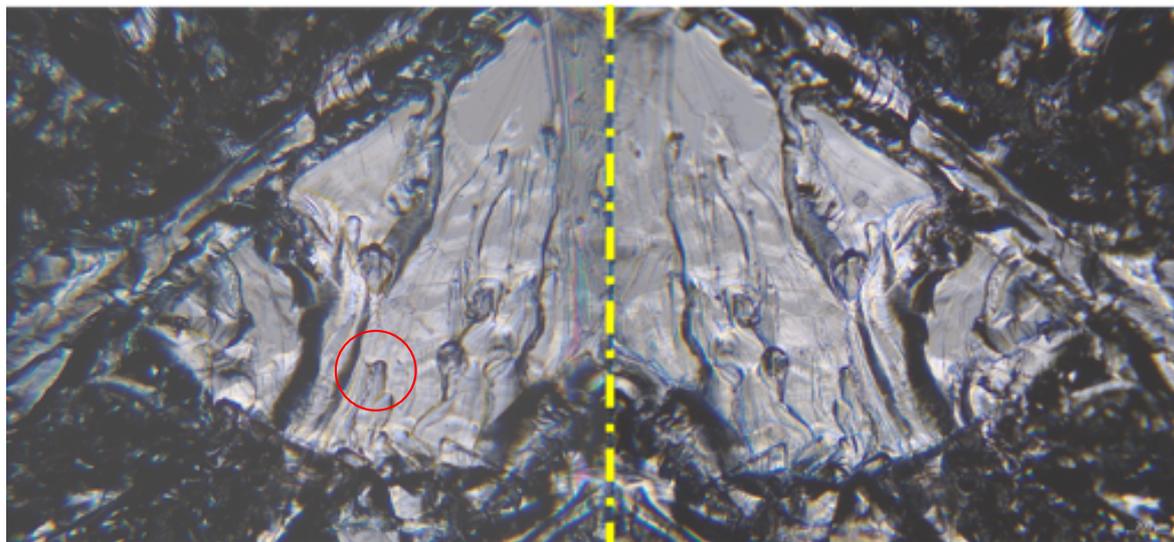


FIGURE 3.21 – Microscopie optique pour l'échantillon 13 : CEA 0 – 140 μm , faciès de rupture pour les deux morceaux de l'échantillon. Une zone de striation est entourée en rouge.

La [figure 3.22](#) montre que des morceaux de brasure se sont décrochés lors de la rupture. Cela traduit une rupture brutale avec une grande libération d'énergie qui a conduit à de l'arrachement de matière.

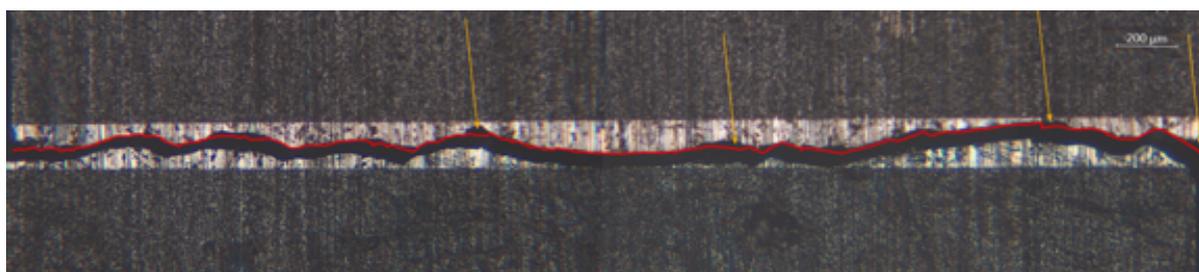
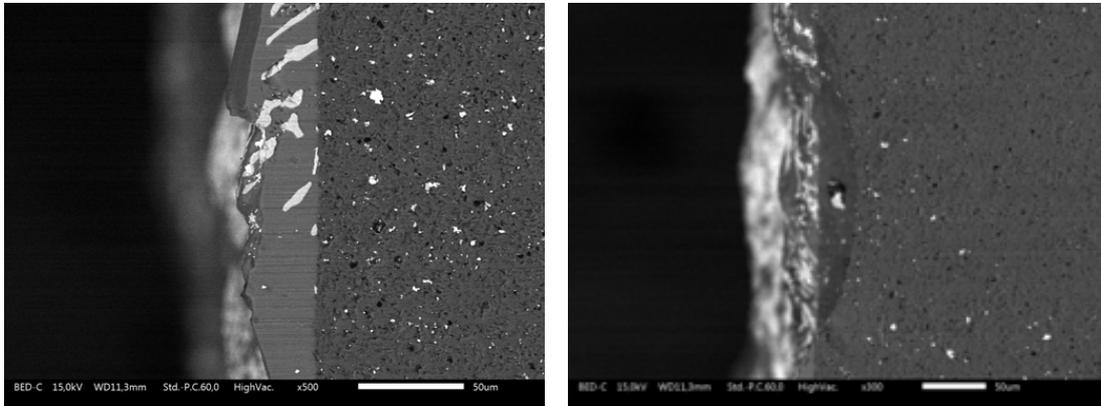


FIGURE 3.22 – Microscopie optique pour l'échantillon 23 : CEA 1 – 100 μm . La ligne rouge correspond au front de fissure de la partie de gauche. Les flèches oranges montrent des zones où il manque de la matière.

3.6.2 Microscopie électronique à balayage

La [figure 3.23a](#) montre un cliché du bord de l'échantillon. On peut observer que deux phases distinctes sont présentes dans la brasure. La phase claire minoritaire qui est la phase eutectique (disiliciure) et la phase sombre qui est la matrice de silicium

[38]. On remarque que, globalement, la phase claire est très présente au niveau des interfaces. La [figure 3.23b](#) montre une zone où la fissure a traversé l'interface sans être déviée : on remarque que le front de fissure traverse de la brasure vers le carbure de silicium en bas, puis traverse l'interface de nouveau dans l'autre sens en haut de l'image. Cela montre que la liaison interfaciale n'est pas un point faible de l'assemblage.



(a) Présence de deux phases dans la brasure : une claire (le disiliciure), un plus sombre (la matrice de silicium).

(b) La fissure a traversé l'interface en haut et en bas de l'image, la fissure a évolué dans le SiC au milieu de l'image.

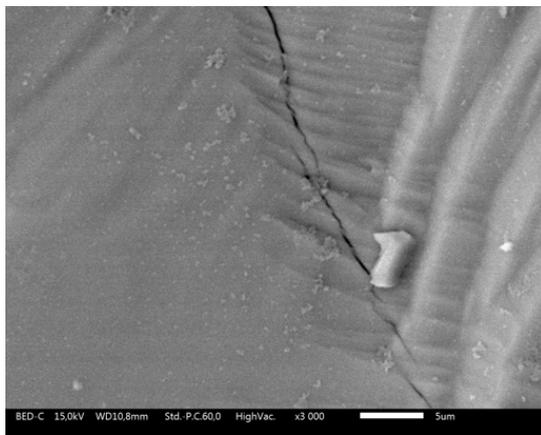
FIGURE 3.23 – Micrographies au microscope électronique pour l'échantillon 22 : CEA 1 – 100 μm .

On peut observer sur la [figure 3.24](#) de la microfissuration ([figures 3.24a](#) et [3.24b](#)), de la décohésion entre la matrice et le disiliciure (empreintes allongées au centre de la [figure 3.24c](#)), du faïençage dans le disiliciure (fissuration multiple dans la phase claire sur la [figure 3.24d](#)), de la striation ([figure 3.24e](#)) et un arrachement de carbure de silicium lors de la traversée de l'interface par la fissure (zone plus sombre et granuleuse sur la [figure 3.24f](#)).

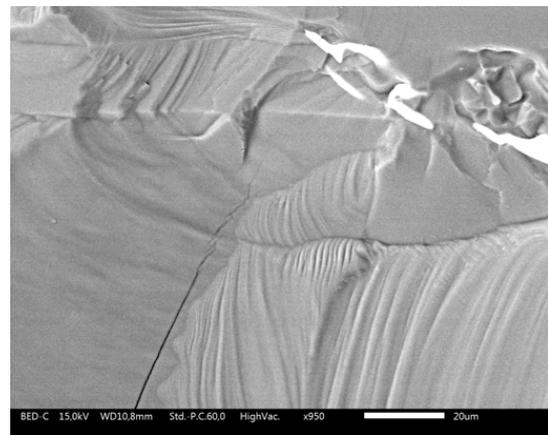
Les [figures 3.24a](#) et [3.24b](#) montrent des microfissures dont la propagation s'est arrêtée. La contrainte locale dans la brasure, à un autre endroit dans la brasure, a dû dépasser la contrainte à la rupture, ce qui a provoqué la rupture de l'échantillon. Une fois l'échantillon rompu, la contrainte due à la flexion devient nulle : il n'y a plus d'avancée des microfissurations.

On peut aussi noter la présence d'un grand nombre de fissurations formant un réseau géométrique dans certaines parties de la phase de siliciure appelé faïençage ([figure 3.24d](#)). Ce phénomène peut soit s'être produit au refroidissement de la brasure, soit lors des essais de flexion quatre points. Une étude antérieure montre que la brasure CEA 1 est peu sujette au faïençage en surface [38]. Ces multiples fissures doivent donc provenir des essais de flexion. Elles expliquent, en partie, que le matériau respecte l'effet Kaiser : à chaque sollicitation plus importante, la phase eutectique est sujette à de nombreuses microfissurations et les microfissures dans la matrice de silicium s'agrandissent.

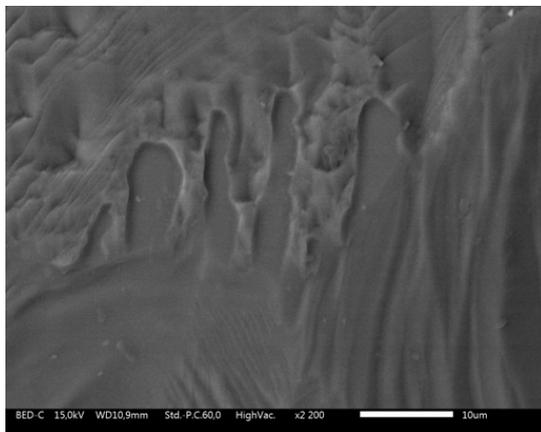
On retrouve de la striation (exemple [figure 3.24e](#)) dans tous les échantillons. Cette striation traduit l'avancée par à-coup de la microfissuration dans la matrice de silicium.



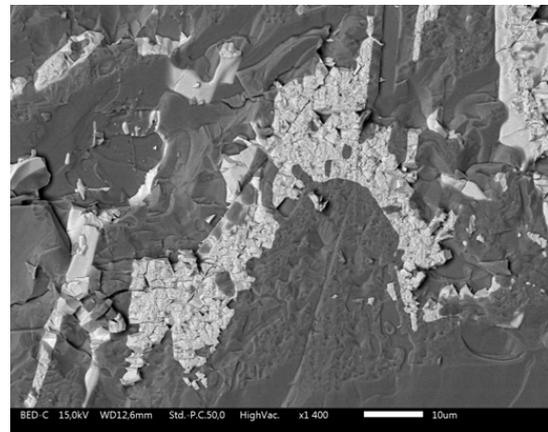
(a) *Microfissuration.*



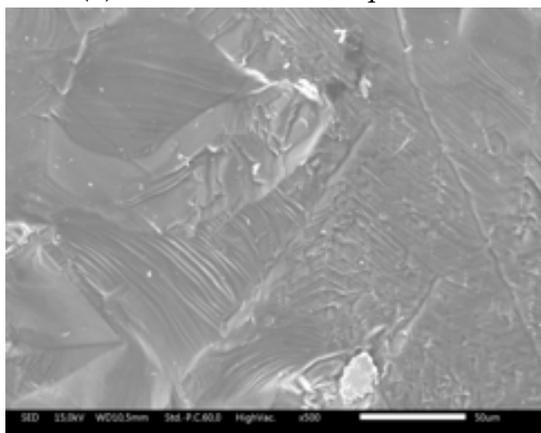
(b) *Microfissuration.*



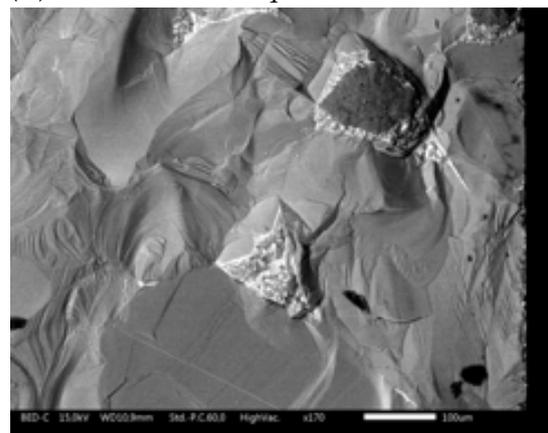
(c) *Décollément entre phases.*



(d) *Fissuration multiple dans le disilicium.*



(e) *Striation.*



(f) *Fissure qui traverse l'interface.*

FIGURE 3.24 – Micrographies au microscope électronique pour divers échantillons.

3.7 Conclusion

3.7.1 Comportement mécanique

Le comportement mécanique des échantillons correspond à un comportement presque purement élastique. En effet, on remarque un comportement pratiquement linéaire pour les résultats des essais en rampes simples, et la déformation permanente des échantillons testés en charge-décharge est relativement faible (moins de 2 % de la déformation maximale). De manière globale, la déformation permanente est faible pour les échantillons dont l'épaisseur de brasure est faible. En effet, les déformations permanentes des échantillons dont l'épaisseur de brasure est égale à 50 μm sont très faibles ou quasi-nulles (sauf pour l'échantillon 53 (CEA 0 – 50 μm)).

On remarque aussi que l'écart entre les modules de Young apparents mesurés en début de charge et de décharge et les modules mesurés en fin de charge et décharge est important quand la déformation permanente est importante. Si l'on omet les échantillons 22 et 13 (CEA 1 – 100 μm et CEA 1 – 140 μm , respectivement), on remarque que les modules apparents évoluent peu au cours des cycles. La diminution de ces modules de Young apparents traduit l'endommagement du matériau. Les échantillons brasés en 50 μm se comportent pratiquement comme une céramique homogène, c'est-à-dire avec un comportement élastique et très peu d'endommagement avant rupture. Cela est confirmé par la faible activité acoustique avant rupture.

D'un point de vue de l'émission acoustique, les assemblages en présence sont sujets à l'effet Kaiser (figure 3.19). Cependant, il n'a pas été observé de signe avant-coureur de la rupture : certains comportements, comme l'augmentation de la fréquence moyenne par exemple, se retrouvent dans certains échantillons mais ne sont pas généralisables.

- À ce niveau, deux hypothèses peuvent expliquer la présence d'émission acoustique :
- la microfissuration progressive de l'échantillon (au niveau de la zone de rupture),
 - la déformation plastique de la brasure.

La densité de dislocation est de l'ordre de $1 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ dans le disiliciure de cobalt (CoSi_2) [32] et de l'ordre de $5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ dans le silicium (Si) [69]. La composition exacte des phases présentes dans la brasure n'étant pas connue, on ne peut pas conclure quant à une déformation plastique de la brasure. L'hypothèse la plus vraisemblable reste que l'émission acoustique est due à de la microfissuration.

3.7.2 Mécanisme de rupture

Tous les échantillons testés ont rompu dans la brasure. Cela confirme les résultats d'une étude précédente qui a montré que les assemblages SiC/BraSiC®/SiC dont la brasure avait une épaisseur supérieure à 19 μm cassaient dans la brasure [38] (tous les échantillons testés ont une épaisseur de brasure de 50 μm au moins). La microscopie nous a montré que la rupture était cohésive et traversait de temps en temps l'interface sans être déviée (figures 3.22, 3.23 et 3.24f), comportement déjà observé [37]. Il a été prouvé que ce type de brasure présentait des liaisons covalentes à l'interface [32]. De plus, l'énergie de liaison d'une liaison covalente est supérieure à celle d'une liaison métallique [70]. Cela pourrait donc expliquer une résistance de l'interface supérieure à la résistance propre de la brasure. La présence de striation (figures 3.24b et 3.24e) montre que la fissuration suit des plans de clivage [38, 71, 72, 73], ce qui se retrouve également dans le disiliciure (figure 3.24d).

Au niveau de l'émission acoustique, on remarque que deux types d'événements sont présents : des événements plutôt brefs et d'autres plutôt longs. Les salves brèves (en rouge sur les [figure 3.15a](#), faible RA et haute fréquence moyenne) sont susceptibles de correspondre à des microfissurations en mode I (ouverture), alors que les salves plutôt longues (en vert sur les [figure 3.15a](#), haut RA et faible fréquence moyenne) correspondraient plutôt à des microfissurations en mode II (cisaillement) [74, 75, 76]. Dans notre cas, notre hypothèse est basée sur le fait que la fissuration par cisaillement devrait provoquer une réponse plus complexe en induisant une friction locale entre les fronts de fissure, ce qui correspond à notre observation des fissures. La fissuration par traction pure devrait provoquer une réponse plus simple et un RA plus faible. Les observations microscopiques ont conduit à déterminer trois mécanismes distincts :

- la décohésion du disiliciure de la matrice de silicium,
- la fissuration multiple du disiliciure,
- la microfissuration de la matrice.

Cependant, l'analyse de l'émission acoustique montre seulement deux mécanismes distincts d'endommagement. Il est possible dans ce cas de réaliser les hypothèses suivantes :

- un des mécanismes d'endommagement libère trop peu d'énergie et n'est pas détecté par le dispositif,
- un des mécanismes est minoritaire et ne permet pas de discriminer une population car trop faiblement représenté (trop peu de salves proviennent de ce mécanisme),
- deux mécanismes sont simultanés et conduisent à une réponse plus complexe du matériau.

La première hypothèse reste peu probable : l'émission acoustique est une technique permettant de détecter des changements de phases ou montées de dislocations, qui sont des phénomènes relativement peu énergétiques. Les deux hypothèses suivantes nécessiteront davantage d'investigations pour être confirmées ou infirmées.

Le [tableau 3.5](#) récapitule les résultats de résistance mécanique obtenus lors des essais de flexion : la contrainte à la rupture diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de brasure. De plus, la brasure CEA 1 montre des contraintes à la rupture systématiquement supérieures à la brasure CEA 0, et ce pour toutes les épaisseurs de brasure.

Brasure	Contrainte à la rupture pour une épaisseur de brasure de			Type de rupture
	50 μm (MPa)	100 μm (MPa)	140 μm (MPa)	
CEA 0	95,6	79,9	68,9	Cohésive
CEA 1	111,3	90,4	81	

TABLEAU 3.5 – Contraintes à la rupture moyennes obtenues pour les essais de flexion quatre points.

Chapitre 4

Banc IMPACT

Ce chapitre présente le banc IMPACT ainsi que son mode d'utilisation. Les objectifs de cette présentation sont multiples :

- faciliter la transmission du banc expérimental pour les futurs utilisateurs,
- faciliter la compréhension et l'analyse des résultats expérimentaux du [chapitre 5](#).

4.1 Objectif

Le banc IMPACT, pour *In situ thermo-Mechanical Probe by Acoustic Tracking*, est un dispositif de caractérisation thermomécanique des matériaux par suivi de l'émission acoustique sous flux solaire concentré. Ce banc permet de placer les échantillons testés dans des conditions similaires à celles d'un récepteur de centrale solaire à concentration, avec des densités de flux pouvant atteindre 1500 kW m^{-2} , et d'enregistrer les signaux acoustiques émis. Un module de contrôle permet de faire varier le flux incident sur l'échantillon, afin de simuler des variations plus ou moins importantes du flux solaire, pouvant correspondre à des aléas météorologiques par exemple. L'objectif principal de ce banc est de permettre de comprendre le comportement des matériaux sous contraintes thermiques sévères via une méthode de contrôle non destructif : l'émission acoustique.

4.2 Historique des fours solaires

Un four solaire est un dispositif qui concentre le rayonnement solaire en un point, appelé foyer. La [figure 4.1](#) montre le foyer d'un four solaire mis en évidence en pulvérisant de l'eau. Nous ne parlerons ici que des fours solaires à usage scientifique ou industriel.

En 1747, Georges-Louis Leclerc, comte de Buffon, conçoit un des premiers fours solaires. Le concentrateur est un ensemble de 168 miroirs plans. Ce four permettait d'atteindre des concentrations suffisantes pour fondre certains métaux comme le plomb ou l'étain [77] (à titre indicatif, la température de fusion est de 327 °C pour le plomb et 232 °C pour l'étain).

En 1774, Antoine Laurent de Lavoisier met au point un système de concentration solaire à l'aide de lentilles convergentes, illustré [figure 4.2](#). Au XVIII^e siècle, la fabrication de lentilles de verre de grande taille est difficilement réalisable. Lavoisier a donc trouvé

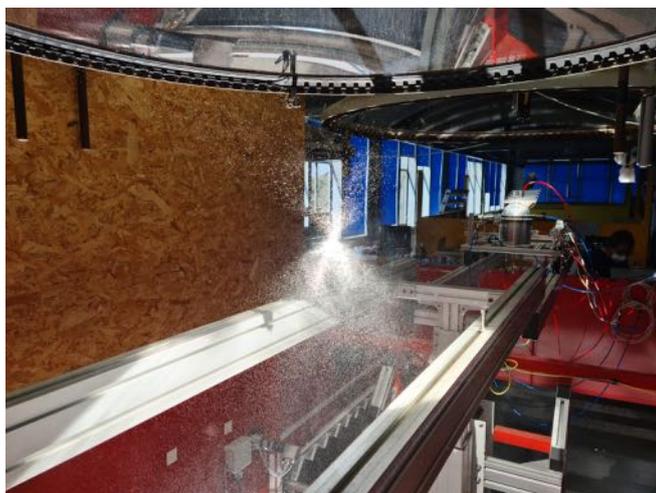


FIGURE 4.1 – Mise en évidence du foyer d'un four solaire vertical au laboratoire Promes.

une solution technique : l'utilisation des lentilles à liquide. Ce concentrateur est pourvu d'un système de suivi solaire manuel sur deux axes. La rotation selon un axe vertical était réalisée à l'aide de roues qui supportaient le système, cela permettait de régler l'azimut. Le réglage de la hauteur solaire était réalisé à l'aide de deux vis. Avec ce système, Lavoisier atteint un niveau de concentration tel qu'il réussit à faire fondre du platine, dont la température de fusion est 1768°C .

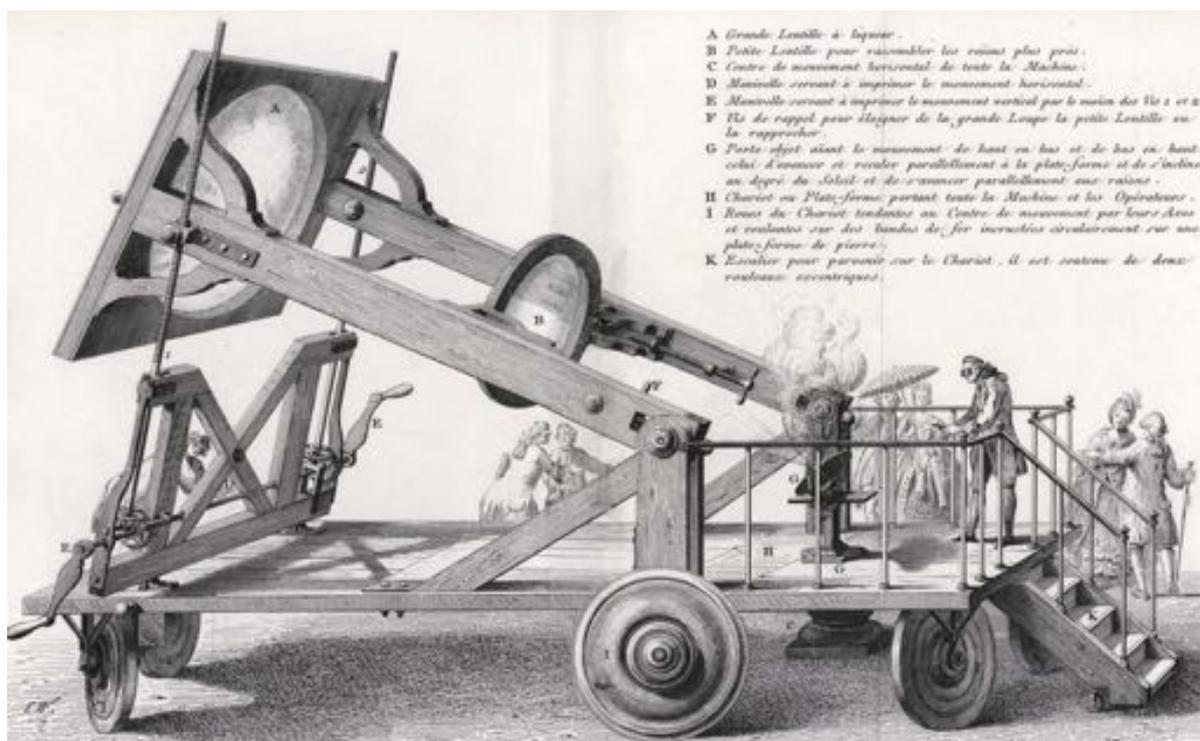


FIGURE 4.2 – Concentrateur solaire de Lavoisier.

En 1900, Manuel Antonio Gomes, dit « Padre Himalaya », installe un four solaire à Sorède (Pyrénées-Orientales, France). Ce four un peu particulier, concentrait le rayonnement solaire à la manière d'une lentille de Fresnel à l'aide de miroirs. Le concentrateur était circulaire, d'un diamètre de 5 m. Il était constitué de 260 miroirs tronconiques qui formaient des cercles concentriques. La puissance utile était d'environ

5 kW. Une reproduction, visible sur la [figure 4.3](#), a été réalisée en 2015 dans un but historique, à Sorède.



FIGURE 4.3 – Reproduction du four solaire du Padre Himalaya.

En 1949, Félix Trombe implante un four solaire à Mont-Louis (Pyrénées-Orientales, France). Ce four solaire est composé d'un unique héliostat et d'un concentrateur parabolique. Un héliostat est un miroir plan orientable, dont l'orientation est contrôlée par un système de suivi solaire de façon à ce que les rayons du Soleil soient toujours réfléchis dans la même direction. Ce four solaire est dit à double réflexion, c'est-à-dire que les rayons solaires sont d'abord réfléchis sur l'héliostat, puis réfléchis par le concentrateur. Le four solaire de Mont-Louis fournit une puissance utile de 50 kW. Quelques années plus tard, les résultats obtenus au four de Mont-Louis conduisent Félix Trombe à prévoir la construction d'un autre four plus grand, à Odeillo.



FIGURE 4.4 – Four solaire de Mont-Louis (photographie de 2006).

En 1969, les travaux du four solaire d'Odeillo s'achèvent. Encore actuellement, ce four est le plus puissant au monde avec une puissance utile maximale de 1 MW. Comme le four solaire de Mont-Louis, c'est un four à double réflexion. Il est constitué de 63 héliostats de 42 m², illustrés sur la [figure 4.5b](#), et d'un concentrateur parabolique constitué d'environ 10 000 miroirs, visible sur la [figure 4.5a](#). Il est positionné sur la face Nord du bâtiment qui le supporte, ce qui permet une orientation Sud des héliostats. La distance entre le sommet du concentrateur parabolique et le premier héliostat est de

104 m et la distance entre le sommet du concentrateur parabolique et l'héliostat le plus éloigné du champ est de 314 m. Le concentrateur parabolique mesure 40 m de hauteur pour 54 m de largeur. Le foyer est positionné à une distance de 18 m du sommet de la parabole et à une distance de 17 m au-dessus du sol.



(a) Concentrateur parabolique. (b) Champ d'héliostats et foyer.

FIGURE 4.5 – Grand four solaire à Odeillo.

4.3 Les fours solaires du laboratoire PROMES

Les installations du laboratoire à Odeillo totalisent douze fours solaires de puissances diverses, dont les schémas de principe sont donnés sur la [figure 4.6](#) :

- le « grand four », aussi appelé « le 1000 » pour sa puissance de 1000 kW, déjà présenté [section 4.2](#),
- quatre fours « verticaux » d'une puissance nominale de 850 W,
- quatre fours « verticaux » d'une puissance nominale de 1500 W,
- deux fours « horizontaux » d'une puissance nominale de 1500 W,
- un four « vertical » d'une puissance nominale de 6000 W.

Les fours « verticaux » de 850 et 1500 W utilisent un héliostat pour quatre fours, illustré [figure 4.7](#). Cet héliostat renvoie les rayons solaires à la verticale vers le haut. Les concentrateurs utilisés sont des paraboles, positionnées au-dessus de l'héliostat, dont l'axe est vertical. Ces paraboles proviennent de projecteurs qui étaient couplés aux armes de DCA (Défense Contre les Avions) utilisées par les allemands durant le deuxième conflit mondial. Elles sont constituées d'un unique miroir d'une grande qualité optique et permettent des facteurs de concentration de l'ordre de 16 000, conduisant à des densités de puissance de l'ordre de 16 MW m^{-2} . Les concentrateurs des fours de 850 W sont des paraboles de 1,5 m de diamètre. Les concentrateurs des fours de 1500 W sont des paraboles de 2 m de diamètre.

Les deux fours solaires « horizontaux » de 1500 W sont constitués d'un petit héliostat qui renvoie les rayons solaires à l'horizontale. Les concentrateurs utilisés sont les mêmes paraboles que pour les fours « verticaux » de 1500 W.

Le four solaire d'une puissance nominale de 6 kW est constitué d'un unique héliostat qui revoie le rayonnement solaire à la verticale vers le haut. Le concentrateur utilisé est

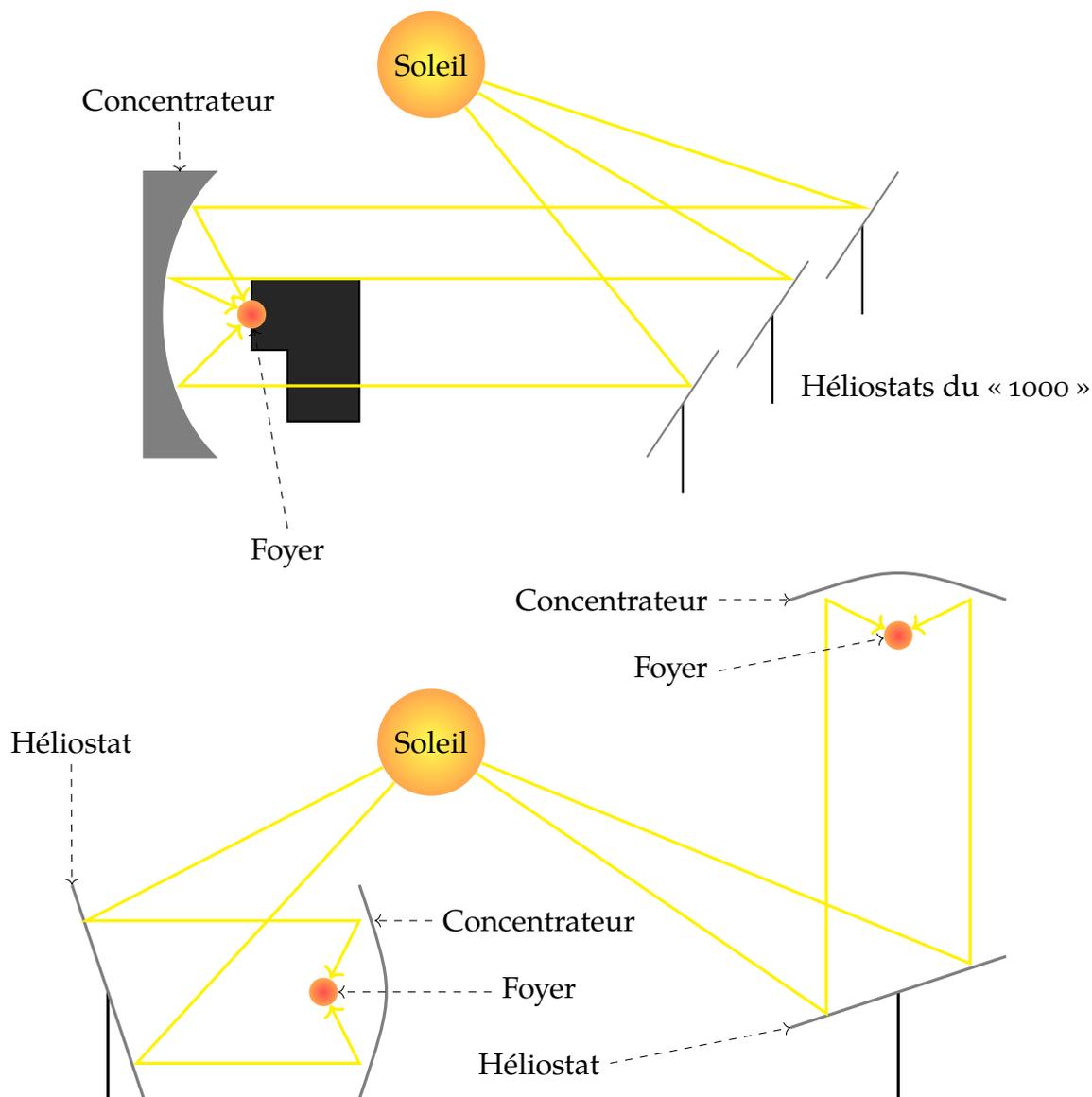


FIGURE 4.6 – Schéma de principe simplifié des différents fours solaires. En haut, le « mille » avec le concentrateur parabolique en gris, le foyer en rouge au niveau du bâtiment qui l'abrite et le champ d'héliostat. En bas à gauche : les fours « horizontaux » d'une puissance nominale de 1500 W, en bas à droite : les fours « verticaux » d'une puissance nominale de 850 W, 1500 W et 6000 W. Tous ces fours sont à double réflexion : ils comportent un concentrateur fixe et un héliostat qui renvoie toujours les rayons du soleil dans la même direction.



FIGURE 4.7 – Héliostats des fours de 850 W, 1500 W et 6000 W.

une parabole de 4 m de diamètre dont l'axe est vertical. Comme le concentrateur du grand four, ce dernier est constitué de multiples miroirs qui permettent d'approcher la forme d'une parabole. En effet, une parabole de cette taille est difficile à réaliser d'une seule pièce.

4.4 Principe de fonctionnement du banc IMPACT

4.4.1 Description générale du banc expérimental

La figure 4.8 montre un schéma de principe du fonctionnement du banc expérimental ainsi qu'une photographie du banc en cours d'utilisation. Sur cette image, le four solaire utilisé a une puissance utile de 850 W. Le banc IMPACT peut également s'adapter sur les fours d'une puissance utile de 1500 W. L'héliostat qui a été utilisé lors des expériences est visible sur la figure 4.7.

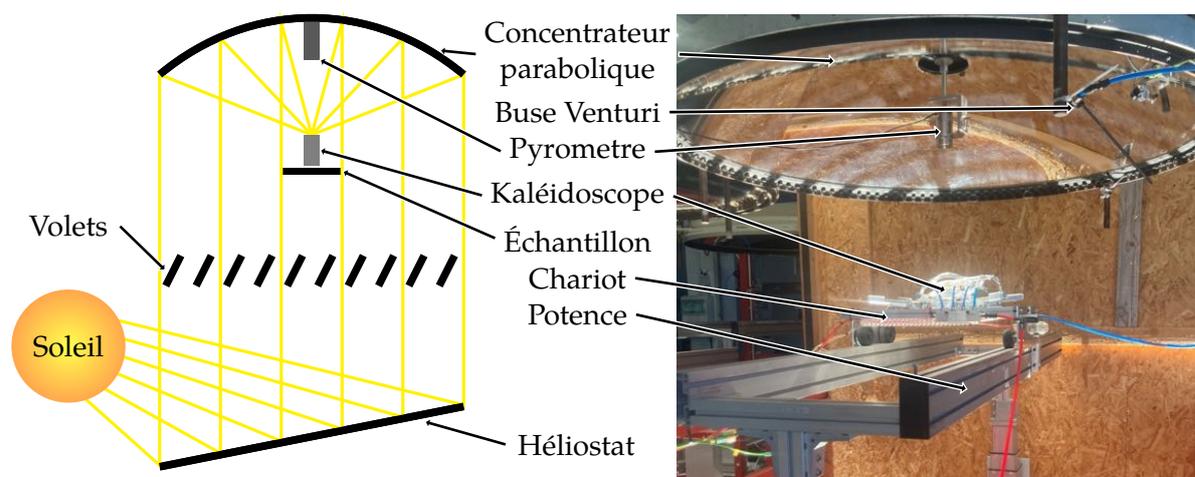


FIGURE 4.8 – Vue d'ensemble et schéma de principe du banc IMPACT. À gauche : diagramme simplifié de l'installation. À droite : banc d'essai en fonctionnement.

4.4.2 Les volets de régulation du flux incident

La régulation du flux incident sur l'échantillon est réalisée à l'aide de volets pilotés via un module développé pour le banc IMPACT. Les volets permettent de réguler le flux incident sur la parabole et donc sur l'échantillon. On remarque sur la photographie [figure 4.8](#) (à droite) l'ombre portée des volets sur la parabole.

Le module de régulation récupère la valeur de l'éclairement normal direct (DNI, pour *direct normal irradiance*, exprimé en $W m^{-2}$) mesurée sur le toit du laboratoire à l'aide d'un pyréliomètre. Il s'agit de l'éclairement d'une surface placée perpendiculairement aux rayons du Soleil, dont on exclut tout éclairement diffus. Le DNI dépend de la position géographique, de la journée de l'année, de l'heure de la journée, de la couverture nuageuse et des caractéristiques de l'atmosphère comme l'humidité, la présence d'aérosols... À Odeillo, il est possible d'atteindre des valeurs de $1050 W m^{-2}$. Le module de régulation pilote alors les volets pour réguler le flux solaire incident sur l'échantillon. Le pilotage des volets est réalisé à l'aide d'une sortie analogique (0-10 V). Une autre sortie analogique permet d'envoyer un signal proportionnel à la valeur du DNI vers la chaîne d'acquisition. La [figure 4.9](#) donne le schéma fonctionnel du module de régulation.

Les sorties analogiques en 0-10 V sont générées à l'aide de deux sorties PWM (*Pulse Width Modulation*, modulation de largeur d'impulsion) en 5 V de l'Arduino® et de convertisseurs opto-isolés PWM vers 0 à 10 V. Le signal de sortie vaut 0 V pour un rapport cyclique de 0 et 10 V pour un rapport cyclique de 1. Le rapport cyclique du signal PWM est codé sur huit bits et peut donc prendre 256 valeurs. Ces deux sorties sont alimentées par des sources de tension séparées et isolées galvaniquement afin d'éviter tout problème de surtension.

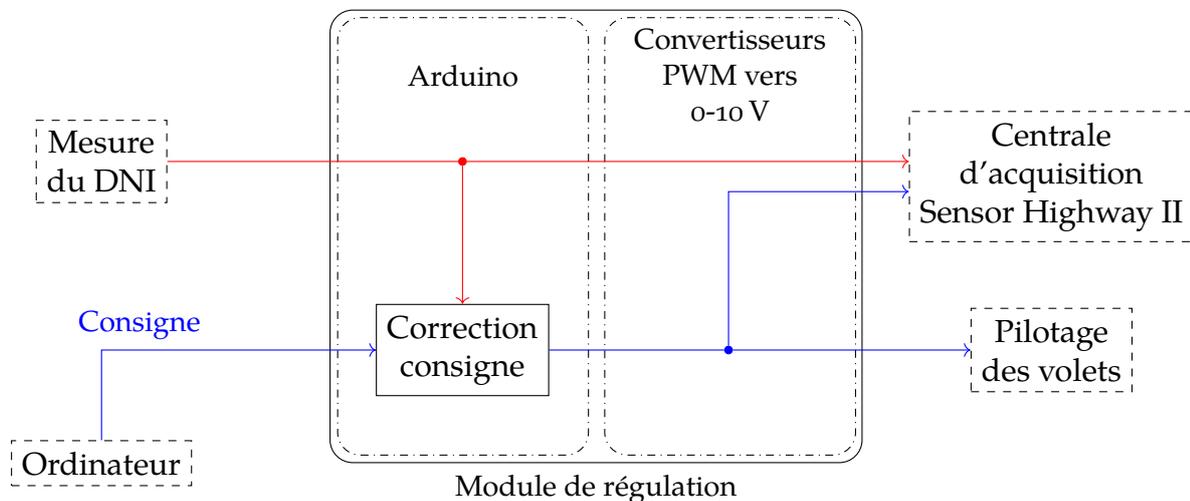


FIGURE 4.9 – Schéma fonctionnel du module de régulation du flux incident.

La [figure 4.10](#) montre le schéma de contrôle des cycles, avec :

- P_{ph} : consigne de flux maximal pour les paliers hauts (W),
- P_{pb} : consigne de flux pour les paliers bas (W),
- t_{rd} : la durée de la rampe de début d'expérience (s),
- t_{ph} : la durée des paliers hauts (s),
- t_d : la durée de la rampe de descente entre un palier haut et un palier bas (s),

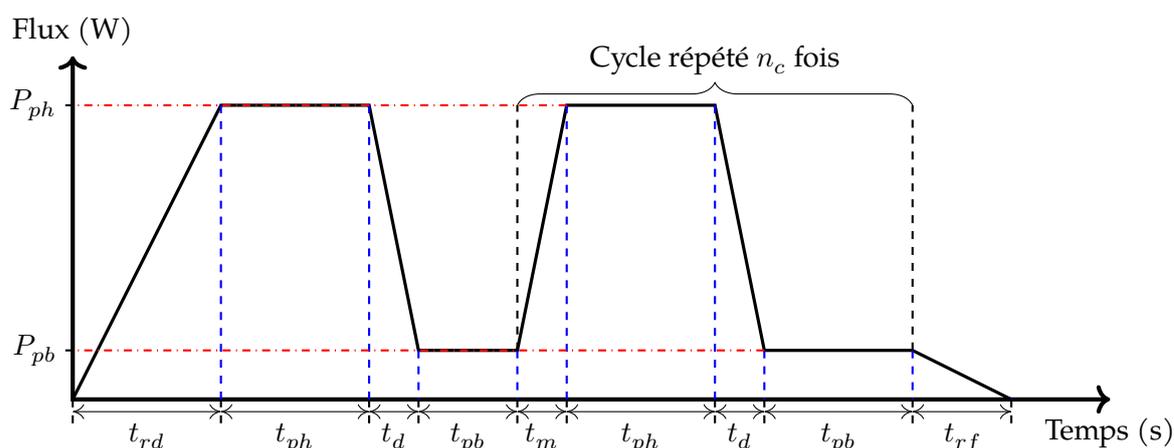


FIGURE 4.10 – Schéma d'une série de cycles de chauffe sur IMPACT.

- t_{pb} : la durée des paliers bas (s),
- t_m : la durée de la rampe de montée entre un palier bas et un palier haut (s),
- t_{rf} : la durée de la rampe finale en fin d'expérience (s),
- n : le nombre de répétitions des cycles.

Les consignes de flux P_{ph} et P_{pb} sont corrigées en fonction du DNI mesuré : la puissance nominale des fours solaires étant obtenue pour un DNI de 1000 W m^{-2} , une variation du DNI est compensée par le système pour conserver le flux incident sur l'échantillon le plus proche possible de la valeur cible. La compensation est réalisée dans le domaine du possible : par exemple, un DNI de 200 W m^{-2} ne pourra jamais donner lieu à un flux incident de 800 W à l'entrée du kaléidoscope. La valeur du DNI est mise à jour toutes les $2,5 \text{ s}$, ce qui permet de suivre les variations lentes du DNI pendant les expérimentations. Les variations rapides, provoquées par exemple par des passages nuageux, doivent être anticipées au mieux par l'expérimentateur afin de réaliser les essais dans les meilleures conditions possibles.

Le module de régulation est programmé via un ordinateur et communique par USB à l'aide du logiciel Arduino®. Il est nécessaire d'installer le pilote pour un Arduino® Méga, de bien choisir le type de carte et le port de communication dans le logiciel Arduino®. Une fois le programme chargé dans le module, ce dernier démarre et affiche l'adresse IP de connexion sur le réseau, puis la valeur du DNI sur l'écran du module. Le bouton rouge en face avant permet ensuite de démarrer les cycles.

4.4.3 Le kaléidoscope

Les concentrateurs paraboliques utilisés sur les fours verticaux de 850 W et 1500 W conduisent à de très fortes densités de flux. Les irrégularités de surface du concentrateur et de l'héliostat, ainsi que la divergence du rayonnement solaire conduisent à modifier le point focal théorique qui est, en pratique, une surface focale de 3 cm^2 . À l'intérieur de cette surface, la densité de flux n'est pas homogène : elle suit une distribution spatiale de type gaussienne. Une telle répartition de la densité de flux n'est pas représentative du flux supporté par un récepteur de centrale solaire. Il est donc préférable de l'homogénéiser.

Le kaléidoscope, visible sur la [figure 4.11a](#), permet d'homogénéiser le flux solaire sur une surface de 4 cm^2 . Il est composé de quatre miroirs en cuivre, formant un tube

de section carrée de 2 cm de côté, et 6 cm de hauteur. Une argenteure permet de garantir une bonne réflectivité des surfaces réfléchissantes. Les nombreuses réflexions au sein du kaléidoscope permettent d'homogénéiser le flux solaire : il peut être considéré constant sur la surface d'ouverture du kaléidoscope. Afin d'éviter une surchauffe des miroirs, ils sont refroidis à l'aide d'une circulation d'eau froide interne.

La [figure 4.11b](#) montre un récapitulatif de deux études de calorimétrie réalisées à l'aide de fours solaires d'une puissance nominale de 850 et 1500 W. Ces études ont permis de caractériser le flux en sortie de kaléidoscope. Lorsque les volets sont complètement ouverts, on constate un éclairement de 1000 kW m^{-2} en sortie de kaléidoscope, ce qui correspond à un flux de 400 W pour le four d'une puissance nominale de 850 W. On retrouve un éclairement de 1500 kW m^{-2} et un flux de 600 W pour le four d'une puissance nominale de 1500 W.

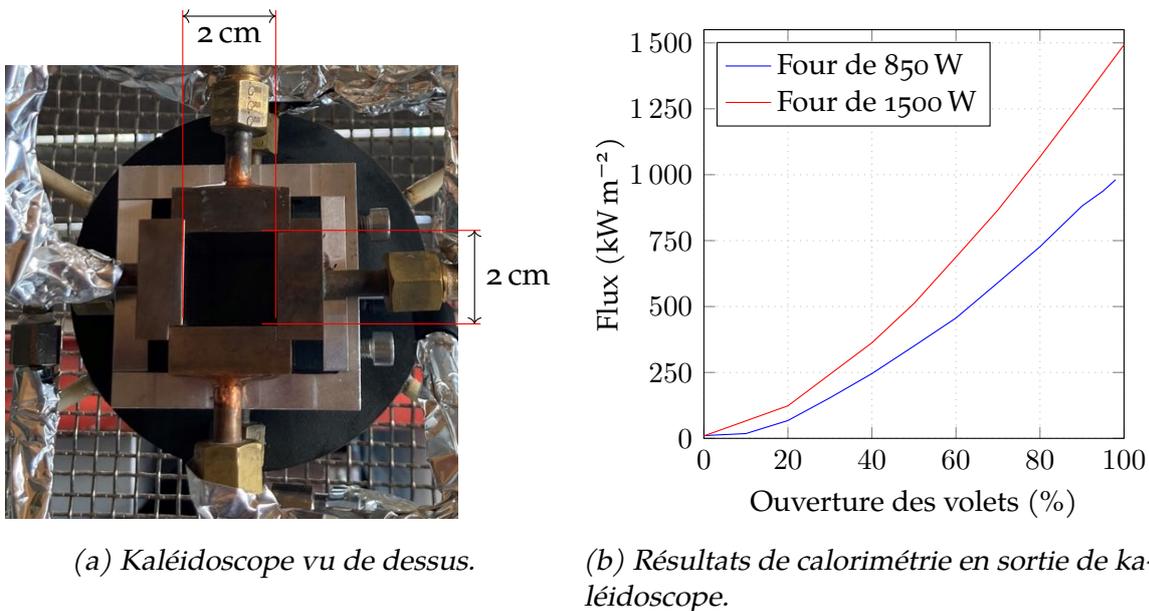


FIGURE 4.11 – Photographie du kaléidoscope et résultats de calorimétrie.

4.4.4 La centrale d'acquisition

La centrale d'acquisition est une centrale *Sensor Highway II*. Elle accepte, dans la configuration actuelle, jusqu'à huit capteurs d'émission acoustique. La [figure 4.12](#) montre les cartes d'acquisition des signaux d'émission acoustique. Cette centrale admet également jusqu'à six entrées analogiques, en 0-10 V, afin d'acquérir les signaux de différents capteurs. Elles sont visibles en haut de la [figure 4.12](#), numérotées de P1 à P6. Ces entrées analogiques permettent d'acquérir les signaux des thermocouples, du pyromètre, de la position des volets et du DNI.

4.4.5 Le pyromètre

La température de la face supérieure de l'échantillon est mesurée, en son centre, à l'aide d'un pyromètre Optris G5HCF4. Afin d'éviter que le rayonnement solaire ne perturbe la mesure, cette dernière est réalisée dans le spectre de l'infrarouge à une longueur d'onde de $5,0 \mu\text{m}$. La plage de mesure de température est réglée de



FIGURE 4.12 – Carte d’acquisition d’émission acoustique de la centrale d’acquisition.

250 à 1200 °C. Le point visé par le pyromètre est déterminé à l’aide de deux lasers. Ce point mesure 6,5 mm de diamètre et est à 450 mm de l’optique du pyromètre. Un système de fixation dans l’axe de la parabole, visible sur la [figure 4.8](#) au niveau du sommet de la parabole, permet de viser à l’intérieur du kaléidoscope afin d’avoir la température la plus représentative possible du centre de l’échantillon. Cette fixation permet également d’établir la distance entre l’échantillon et l’optique du pyromètre. L’erreur de mesure de la température à l’aide du pyromètre a été estimée à 10 % pour une température de 600 °C [1, 2].

Une buse Venturi insuffle un flux d’air au-dessus de l’échantillon pour éviter que les fumées potentiellement générées par les expérimentations ne condensent sur la parabole ou l’optique du pyromètre, et donc dégradent la qualité optique des appareils.

4.4.6 Le support expérimental du banc IMPACT

La potence, visible sur les [figures 4.8](#) et [4.13](#), est constituée de deux rails en aluminium parallèles supportés par un système de levage. Elle permet de régler la hauteur du banc expérimental par rapport au concentrateur et donc de positionner l’ouverture supérieure du kaléidoscope au niveau du foyer de la parabole. Tous les fours solaires verticaux du laboratoire, à l’exception du four de 6 kW, sont équipés des mêmes potences afin de faciliter la conception et le déplacement des bancs expérimentaux.

La [figure 4.13](#) montre le chariot positionné sur la potence lors de la réalisation d’un essai. Ce dernier comporte le support expérimental. Il facilite la manipulation du support expérimental entre les essais.

Le support expérimental est constitué d’un système maintenant l’échantillon ainsi que les différents capteurs.

- Trois tiges de support en alumine, positionnées à l’horizontale, constituent une structure isostatique pour l’échantillon. Les points de contact entre les guides d’ondes et l’échantillon sont situés à environ 3 cm du centre de l’échantillon. La [figure 4.14a](#) montre une tige de support sous un guide d’ondes. Afin d’adapter le banc à l’épaisseur de divers échantillons, il est possible de régler la hauteur de ces tiges à l’aide de cales. Chaque tige de support maintient un thermocouple en contact avec la face inférieure de l’échantillon. Deux cavités longitudinales

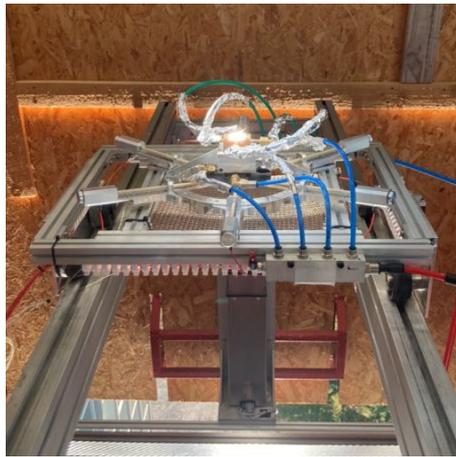
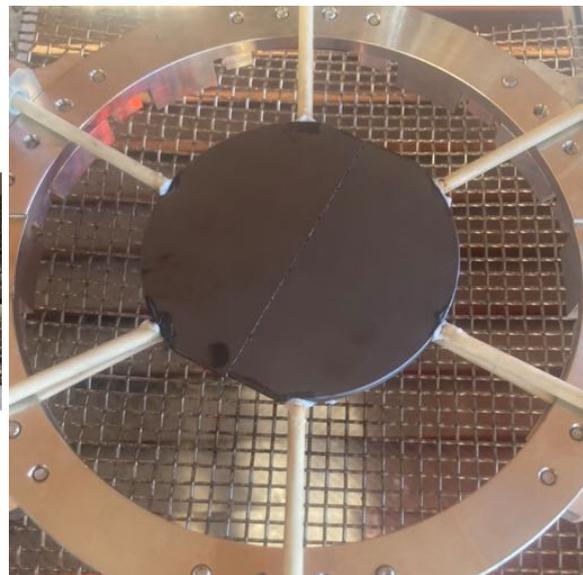
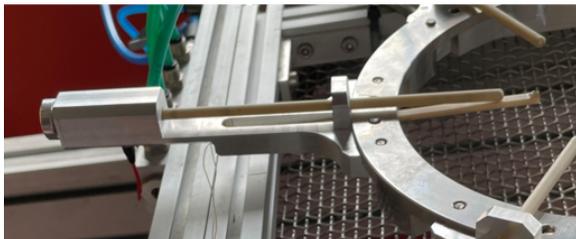


FIGURE 4.13 – Support expérimental du banc IMPACT en cours d'utilisation. On distingue également le chariot sur lequel se trouve le support expérimental, ainsi que la potence qui supporte le chariot.

traversent les tiges de support et guident les fils des thermocouples afin d'éviter toute contrainte sur ces derniers.

- Six guides d'ondes, visibles sur la figure 4.14b, sont positionnés en appui sur la tranche de l'échantillon via des ressorts ce qui centre mécaniquement l'échantillon et évite tout déplacement de ce dernier lors de la mise en place du chariot au foyer du four solaire. Un angle de 5° entre les guides d'ondes et l'horizontale, visible figure 4.14a, ajoute une composante verticale à la force exercée par les guides d'ondes sur l'échantillon. Cela assure le contact entre l'échantillon et les tiges de support et garantit un bon contact acoustique entre les guides d'ondes et l'échantillon.



(a) Guide d'ondes et tige de support (au bout de laquelle on distingue également un thermocouple).

(b) Échantillon dans le support expérimental du banc IMPACT.

FIGURE 4.14 – Support d'échantillon du banc IMPACT.

4.4.6.1 Mesure des températures en face arrière

Les thermocouples utilisés sont de type K. Ils sont composés de chromel (alliage de chrome et de nickel) et d'alumel (alliage d'aluminium, de chrome et de silicium) et admettent une plage d'utilisation de 0 à 1100 °C. L'extrémité du thermocouple a été écrasée afin d'être la plus fine possible, ce qui permet un meilleur contact entre l'échantillon et les thermocouples. Il a été choisi de ne pas utiliser de couplant thermique ici afin d'éviter de créer un point froid en face arrière de l'échantillon.

La tension de sortie des thermocouples est de l'ordre de 100 μV . Les entrées analogiques de la centrale d'acquisition sont en 0-10 V. Il est donc nécessaire d'amplifier le signal des thermocouples : des modules de conversion transforment le signal des thermocouples en un courant compris entre 4 et 20 mA puis des résistances de 500 Ω permettent de convertir ce courant en une tension comprise entre 2 et 10 V. L'avantage de cette méthode est de pouvoir détecter rapidement une défaillance : une tension de 0 V alerte d'une avarie au niveau de la chaîne de conversion (alimentation ou module de conversion).

L'erreur globale sur la mesure de la température à l'aide des thermocouples a été estimée à 3 % lors d'une étude précédente [2].

4.4.6.2 Suivi de l'émission acoustique

Le suivi de l'émission acoustique est réalisé à l'aide d'une chaîne d'acquisition fournie par Mistras. Cette chaîne d'acquisition est composée de :

- une centrale d'acquisition *Sensor Highway II* décrite dans la [section 4.4.4](#),
- six préamplificateurs réglables avec des gains de 20, 40 ou 60 dB_{EA} ,
- six capteurs piézoélectriques $\mu 80$.

La température maximale de la tranche des échantillons a été estimée à 600 °C. Les capteurs $\mu 80$ ne pouvant pas supporter une température supérieure à 177 °C, des guides d'ondes, visibles sur la [figure 4.14a](#), ont été ajoutés afin d'éviter qu'ils soient exposés à une température trop élevée. Ces guides d'ondes sont des tiges d'alumine de 5 mm de diamètre et de 20 cm de longueur. La vitesse de propagation des ondes au sein de l'alumine est d'environ 12 000 m s^{-1} . L'atténuation du signal qui les traverse est donc négligeable [78]. La [figure 4.15](#) montre deux salves enregistrées lors de la réalisation d'un test de Hsu-Nielsen sur un disque de carbure de silicium de 10 cm de diamètre pour 4 mm d'épaisseur. Les deux salves proviennent du même événement, mais l'une est enregistrée sans guide d'onde, et l'autre avec. On remarque que le signal possède une plus forte amplitude avec le guide d'ondes, mais des pics de fortes intensités apparaissent avec un intervalle de temps régulier.

Cet intervalle de temps a été mesuré sur plusieurs essais réalisés avec le guide d'ondes : la durée de cet intervalle de temps est toujours similaire. Connaissant la vitesse de propagation dans l'alumine et en la considérant comme constante, on peut calculer la distance parcourue par le signal au cours de cet intervalle de temps :

$$D = \Delta t \cdot v \quad (4.1)$$

avec :

- D la distance parcourue en m,
- Δt durée de l'intervalle de temps en s,

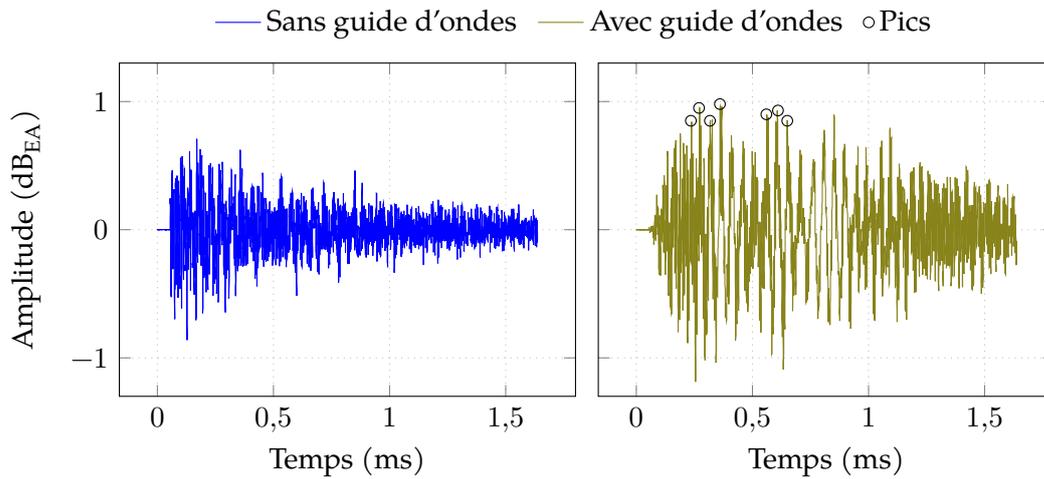


FIGURE 4.15 – Forme d’onde avec et sans guide d’ondes. Le capteur sans guide d’ondes est en contact avec la tranche de l’échantillon. Le capteur avec guide d’ondes est collé à une extrémité du guide d’ondes, l’autre extrémité est en contact avec la tranche de l’échantillon. De la graisse au silicone fait office de couplant acoustique entre l’échantillon et le capteur ou le guide d’ondes.

— v vitesse de propagation en m s^{-1} .

La durée de l’intervalle de temps a été mesurée 61 fois sur 13 essais différents. Dans la suite, on suppose que les erreurs de mesures sont distribuées de manière gaussienne. On présentera les données avec un intervalle de confiance à 95 % :

$$X = \bar{X} \pm 1,96 \cdot s_r \quad (4.2)$$

avec :

- X les deux valeurs qui constituent les bornes de l’intervalle de confiance à 95 %,
- \bar{X} la moyenne des mesures,
- s_r l’écart-type des mesures.

On soupçonne la présence d’échos dans les guides d’ondes : l’intervalle de temps entre deux pics devrait, dans ce cas, correspondre à la durée d’un aller-retour du signal dans le guide d’ondes. La durée moyenne de l’intervalle de temps est de $32,70 \pm 8,21 \mu\text{s}$. Cela correspond à une distance parcourue de $0,392 \pm 0,099 \text{ m}$. En divisant cette distance par deux pour prendre en compte l’aller-retour, on trouve une distance de $0,196 \pm 0,049 \text{ m}$, ce qui correspond à la longueur des guides d’ondes. L’accroissement de l’amplitude du signal observé sur la [figure 4.15](#) est donc dû à un phénomène d’écho qui a lieu au sein des guides d’ondes (somme du signal de base et de l’écho).

Le phénomène d’écho observé déforme le signal enregistré : en effet, l’intervalle de temps entre deux échos est de $32,70 \pm 8,21 \mu\text{s}$ alors que la durée d’une salve est de l’ordre de 1 ms. Différentes méthodes de filtrage et d’annulation d’échos ont été testées mais n’ont pas donné de résultats encourageants. Une méthode adéquate existe potentiellement, mais les délais impartis n’ont pas permis de pousser davantage les investigations en ce sens. En effet, le recouvrement du signal utile par l’écho est tel que la filtration du signal n’est pas envisageable par un simple filtre coupe-bande. De plus, la plupart des techniques d’annulation d’écho consistent à enregistrer le même signal à deux endroits différents, ce qui nécessiterait de positionner un capteur à l’entrée du

guide d'ondes : ce n'est pas envisageable vis-à-vis des conditions de température à cet endroit.

Cependant, tous les signaux des événements acoustiques sont déformés de la même manière par les guides d'ondes. Les guides d'ondes modifient simplement la fonction de transfert du système « échantillon - capteur » qui devient « échantillon - guide d'ondes - capteur ». L'hypothèse principale de l'émission acoustique (voir [section 2.1.1](#)) est qu'un même type d'événement (microfissuration, corrosion, délamination...) dans un milieu dont la fonction de transfert de propagation est identique produira un même type de salve. Il est donc préférable de conserver le signal en l'état. Le test de Hsu-Nielsen est une source de signaux acoustiques répétables d'une expérience à l'autre (voir [section 2.1.5](#)). La comparaison de différentes expériences, comme les essais thermomécaniques et ceux de flexion quatre points, nécessitera de comparer les réponses des tests de Hsu-Nielsen.

4.5 Techniques de localisation

4.5.1 Principe

La localisation est gérée par le logiciel AEWin® développé par *Physical Acoustics*. Quand un événement se produit dans le matériau, il va émettre un signal dans toutes les directions. Ce signal va atteindre en premier le capteur le plus proche, puis le deuxième plus proche, etc. Les différences entre les instants d'arrivée de ce signal sur les différents capteurs vont ensuite permettre de localiser l'événement à l'intérieur de la maille de capteurs.

La [figure 4.16](#) illustre un exemple de d'événement acoustique dans une maille de trois capteurs. Dans ce cas, le capteur C1 sera le premier atteint, le C3 en deuxième puis le C2 en dernier. On commence par définir la distance entre chaque capteur et la source :

$$D_i = \sqrt{(x_i - x_s)^2 + (y_i - y_s)^2} \quad (4.3)$$

où x_i et y_i sont les coordonnées des capteurs, x_s et y_s sont celles de la source à localiser et D_i la distance entre le capteur i et la source. On a :

$$t = \frac{D}{v} \quad (4.4)$$

où t est le temps et v la vitesse des ondes dans le milieu considéré. On pose ensuite les différences d'instants d'arrivée entre le premier capteur atteint, C1, et le capteur C2 :

$$t_1 - t_2 = \frac{\Delta D_{12}}{v} \quad (4.5)$$

où ΔD_{12} est la distance représentée en bleu sur la [figure 4.16](#) et $t_1 - t_2$ la différence entre les instants d'arrivée du signal sur les capteurs C1 et C2. Avec les [équations \(4.3\)](#) et [\(4.5\)](#), il vient :

$$t_1 - t_2 = \frac{\sqrt{(x_2 - x_s)^2 + (y_2 - y_s)^2} - \sqrt{(x_1 - x_s)^2 + (y_1 - y_s)^2}}{v} \quad (4.6)$$

on répète les mêmes étapes pour le capteur C_3 :

$$t_1 - t_3 = \frac{\sqrt{(x_3 - x_s)^2 + (y_3 - y_s)^2} - \sqrt{(x_1 - x_s)^2 + (y_1 - y_s)^2}}{v} \quad (4.7)$$

où x_s et y_s ne sont pas connus. Il reste donc à résoudre un système de deux équations (équations (4.6) et (4.7)) à deux inconnues (x_s, y_s) pour déterminer les coordonnées de la source. Ces équations sont valables si C_1 est le premier capteur atteint. Si ce n'est pas le cas, il suffit de remplacer C_1 dans les équations par le premier capteur atteint.

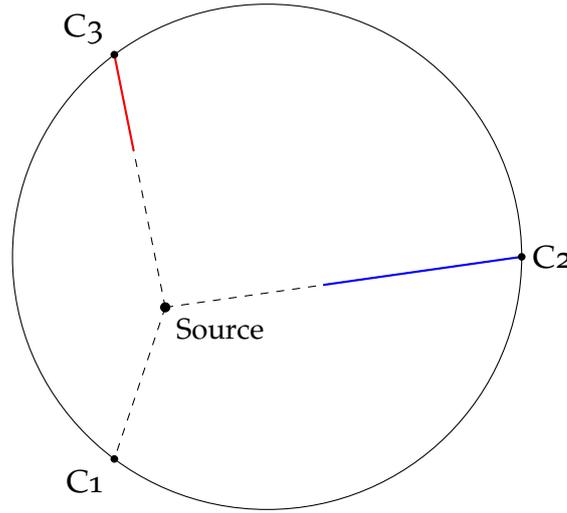


FIGURE 4.16 – Exemple de localisation par triangulation, les capteurs d'émission acoustique sont numérotés de C_1 à C_3 . La distance en pointillés représente la distance entre la source et le premier capteur atteint.

Si on utilise plus de trois capteurs dans une maille de localisation, on peut calculer de manière redondante les coordonnées de la source. On pose ensuite :

$$\Delta t_{c,i} = \frac{\sqrt{(x_i - x_s)^2 + (y_i - y_s)^2} - \sqrt{(x_1 - x_s)^2 + (y_1 - y_s)^2}}{v} \quad (4.8)$$

où $\Delta t_{c,i}$ représente la différence entre les instants d'arrivée calculées entre le premier capteur atteint (C_1 dans notre cas) et le i -ième capteur. On compare ensuite ces durées calculées à celles observées :

$$\Delta t_{o,i} = t_i - t_1 \quad (4.9)$$

on peut donc déterminer une quantité χ^2 , appelée la variable d'ajustement :

$$\chi^2 = \sum_{i=2}^n (\Delta t_{o,i} - \Delta t_{c,i})^2 \quad (4.10)$$

où n est le n -ième capteur atteint par la source. Afin de déterminer les coordonnées de la source le plus précisément possible, un algorithme minimise la quantité χ^2 par itérations [79].

4.5.2 Technique de localisation utilisée

Deux méthodes ont été mises en œuvre et comparées : la localisation par triangulation et la localisation planaire à six capteurs.

La localisation par triangulation consiste à créer deux mailles, illustrées sur la figure 4.17. Lorsqu'un signal est émis par un événement acoustique, le premier capteur atteint détermine la maille de triangulation qui va être utilisée. La configuration initiale du banc IMPACT utilisait cette méthode de localisation. Une étude précédente, réalisée à l'aide de test de Hsu-Nielsen, avait montré une erreur moyenne de localisation de 3,8 mm pour la localisation planaire à six capteurs contre 3,5 mm pour la triangulation [2]. Cependant, dans cette configuration, le nombre de salves pour localiser l'événement doit être égal au nombre de capteurs dans la maille, soit trois. Cela peut poser problème si un des capteurs ne détecte pas le signal : dans ce cas l'événement ne sera pas localisé. Par exemple, un événement détecté uniquement par les capteurs C1, C2 et C5 ne pourra pas être localisé¹.

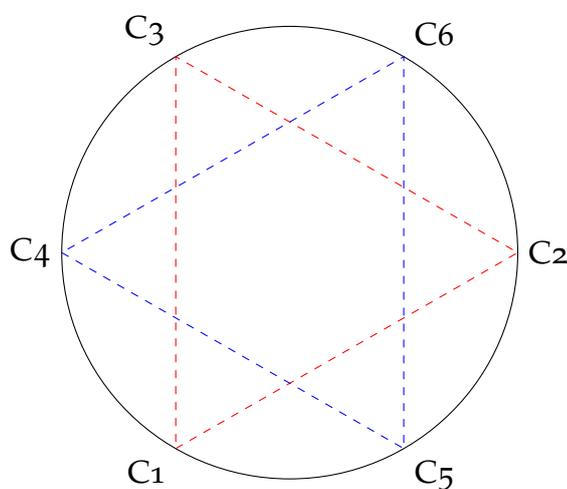


FIGURE 4.17 – Schéma de localisation par triangulation, les capteurs d'émission acoustique sont numérotés de C1 à C6. La première maille de triangulation, en rouge, est composée des capteurs C1 à C3. La deuxième maille, en bleue, est composée des capteurs C4 à C6.

La localisation planaire à six capteurs utilise une seule maille de localisation avec les 6 capteurs. Dans cette configuration, le nombre de capteurs nécessaires pour cibler un événement est également de trois au minimum, mais peut aller jusqu'à six capteurs.

La méthode de localisation par triangulation donne une meilleure précision que la localisation planaire à six capteurs. Cependant les sources Hsu-Nielsen génèrent des événements de fortes amplitudes, supérieures à 90 dB_{EA}. En utilisation réelle, les événements possèdent des amplitudes généralement beaucoup moins importantes, de l'ordre de 35 à 60 dB_{EA}. Dans ce cas, la localisation planaire à six capteurs reste moins précise, mais permet de détecter davantage d'événements. Par exemple, on peut voir sur la figure 4.18 que, pour une même expérience, la localisation par triangulation a permis de localiser uniquement l'événement correspondant à la rupture de l'échantillon, tandis que la localisation planaire à six capteurs a permis de localiser trois événements supplémentaires avant la rupture de l'échantillon. Dans le contexte de l'utilisation du

1. Cette situation est due au fonctionnement du logiciel qui, une fois qu'il a sélectionné la maille de localisation, ignore les capteurs des autres mailles pour la localisation des événements acoustiques.

banc IMPACT, l'objectif est d'identifier et de comprendre les mécanismes d'endommagement ainsi que de prévoir la rupture des échantillons : il est préférable de localiser un maximum d'événements acoustiques, la localisation planaire à six capteurs est donc plus adaptée.

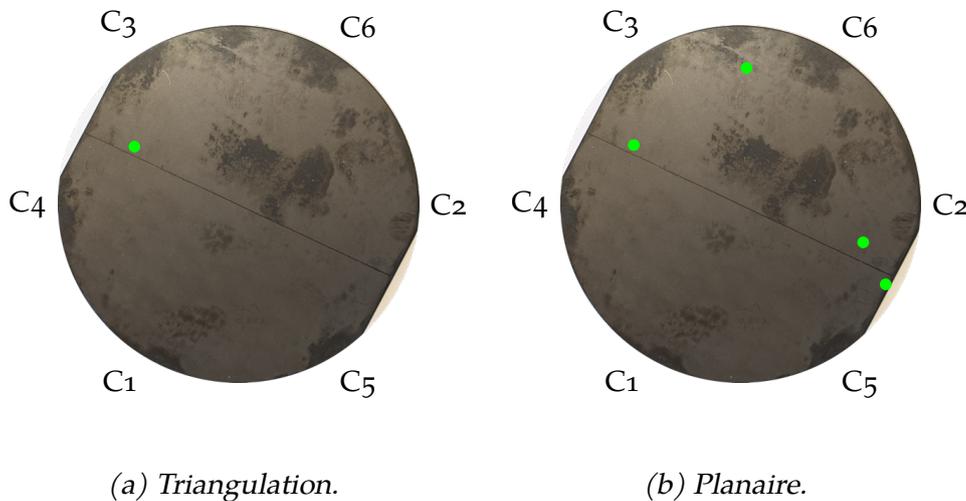


FIGURE 4.18 – Comparaison des événements localisés par triangulation et par localisation planaire à six capteurs lors d'une expérience réalisée au cours de cette thèse.

4.6 Mise en œuvre du banc IMPACT

La mise en œuvre du banc a été simplifiée au maximum. En effet, le câblage a été repensé afin de limiter la manutention et les problèmes d'interférences. La totalité du matériel nécessaire au montage, démontage et à l'utilisation du banc est contenu dans la servante, excepté un ordinateur avec le logiciel Arduino® pour piloter le module de régulation et un serre-joint. La servante est visible sur la figure 4.19a avec la totalité du banc d'essai rangé dessus. On peut apercevoir le chariot qui supporte l'échantillon en haut à gauche, posé sur la centrale d'acquisition.

4.6.1 Mise en place sur un four solaire

La fixation des câbles se fera à l'aide de colliers de serrage en plastique réutilisables. Ces derniers permettent également de fixer les câbles sur la servante pour faciliter le rangement.

1. Aligner la servante avec le bord de la trappe du four solaire comme illustré sur la figure 4.19b. Il est préférable de positionner le côté de la servante qui accueille la centrale d'acquisition vers le four solaire afin de faciliter les connexions.
2. Retirer le chariot de la servante et le déposer sur la potence, la sortie des câbles se fait sur la gauche (figure 4.20a).
3. Fixer la planche support des préamplificateurs à l'aide d'un serre-joint au niveau de la rambarde de la trappe. Le préamplificateur numéro un doit être du côté de la servante (figure 4.20b). Faire attention à limiter l'ombre portée de la planche sur le concentrateur.



(a) Servante du banc IMPACT avec le banc complet rangé. (b) Servante du banc IMPACT en cours d'utilisation.

FIGURE 4.19 – Servante du banc IMPACT.

4. Brancher le câble de terre à l'aide de la fiche banane sur le boîtier de contrôle du four solaire (figure 4.20c).
5. Installer le pyromètre au sommet de la parabole et fixer son câble sur un côté de la parabole, proche des préamplificateurs (figure 4.20d). Fixer le boîtier de contrôle du pyromètre à un endroit accessible.
6. Brancher les câbles des différents capteurs : les capteurs d'émission acoustique sur les préamplificateurs (chaque capteur est numéroté afin de correspondre au même préamplificateur), les câbles de la centrale d'acquisition sur les préamplificateurs (également numérotés), les thermocouples avec les câbles de compensation (également numérotés) et le pyromètre sur la prise BNC située à l'arrière de la centrale d'acquisition (figure 4.20e).
7. Fixer les câbles de compensation des thermocouples sur la rambarde de la trappe afin d'éviter de la tension sur les fils des thermocouples (figure 4.20f).
8. Brancher les câbles du module de régulation sur le boîtier de contrôle du four solaire : deux fiches bananes sur leur couleur respectives pour le contrôle des volets et un câble RJ45 à l'intérieur du boîtier de contrôle du four solaire (passer par les passages de câbles sous ce dernier pour pouvoir travailler avec le boîtier fermé). Fixer les câbles afin d'éviter un débranchement intempestif en circulant autour de l'installation.
9. Fixer la buse Venturi sur une des tiges filetées qui maintiennent le concentrateur parabolique, en visant juste en dessous du kaléidoscope (figure 4.20g).
10. Déposer les bouchons des collecteurs puis brancher l'arrivée d'eau froide sur le collecteur à l'arrière du chariot et l'évacuation sur le collecteur de devant (figure 4.20h). Ouvrir l'eau afin de vérifier la présence de fuites éventuelles, surtout au niveau du kaléidoscope : une fuite d'eau sur un échantillon pourrait conduire à sa ruine en créant un très fort gradient thermique.

11. Brancher la multiprise sur le secteur puis l'allumer et allumer la centrale d'acquisition à l'aide du sectionneur à l'intérieur de celle-ci (figure 4.20i). Brancher l'alimentation du pyromètre à la multiprise.
12. Lancer le logiciel AEWIn sur la centrale d'acquisition.
13. Connecter le module de régulation à l'ordinateur.
14. Régler grossièrement la position du foyer (position du chariot et hauteur de la potence) à l'aide des lasers du four solaire, les lasers doivent viser dans le kaléidoscope. Si le temps le permet, c'est-à-dire que l'éclairement normal direct est supérieur à 300 W m^{-2} , réaliser un réglage fin de la position du chariot et de la hauteur puis mettre une butée sur la potence pour faciliter le repositionnement du chariot au cours des différentes expériences. Attention : ne jamais oublier d'ouvrir l'eau de refroidissement du kaléidoscope avant d'ouvrir la trappe du four solaire.
15. Positionner un échantillon dans le porte-échantillon comme expliqué dans la section 4.6.3, lancer l'acquisition ainsi que le module de contrôle et vérifier que tous les capteurs répondent : les thermocouples peuvent être chauffés simplement à la main, le pyromètre nécessite de positionner une plaque métallique chauffée à l'aide d'un chalumeau par exemple pour que cette dernière dépasse les $250 \text{ }^\circ\text{C}$, vérifier le signal du DNI ainsi que la position des volets après avoir lancé un cycle de test.

4.6.2 Paramétrage

4.6.2.1 Module de régulation

Le module de régulation est programmé en langage Arduino^{® 2} via le logiciel éponyme. Le programme réalisé permet de contrôler des cycles décrits section 4.4.2. Les variables du programme ont été explicitées au maximum afin de faciliter sa lecture. La partie Réglage généraux du programme permet de paramétrer la connexion au serveur et la fréquence de rafraîchissement de la valeur du DNI, la partie Réglages créneaux permet de paramétrer les cycles. Il est déconseillé de modifier d'autres variables. Le tableau 4.1 récapitule les variables du programme et précise la correspondance avec celles de la figure 4.10.

4.6.2.2 Logiciel AEWIn

AEwin est le logiciel qui gère la centrale d'acquisition. Les différents paramètres de réglage ont été présentés dans la section 2.2. Les valeurs de ces paramètres sont, pour la partie acquisition (touche F2) :

- dans l'onglet *AE Channel Setup* :
 - cocher les six premiers canaux,
 - seuil de type fixe et entre 30 et $40 \text{ dB}_{\text{EA}}$ (valeur à adapter en fonction du matériau),
 - préamplification à $40 \text{ dB}_{\text{EA}}$,
 - filtres analogiques : passe bas à 20 kHz et passe haut à 1 MHz,

2. Le langage Arduino[®] est du C++ avec un ajout de procédures spécifique aux Arduino[®].



(a) Chariot mis en place sur la potence.



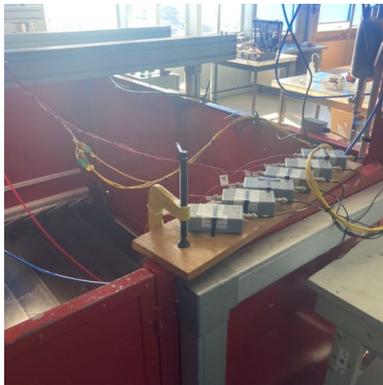
(b) Support des préamplificateurs.



(c) Branchement de la terre.



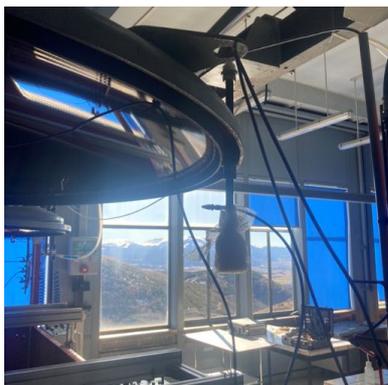
(d) Positionnement du pyromètre.



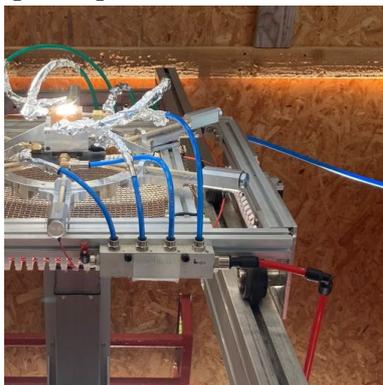
(e) Montage des câbles des préamplificateurs.



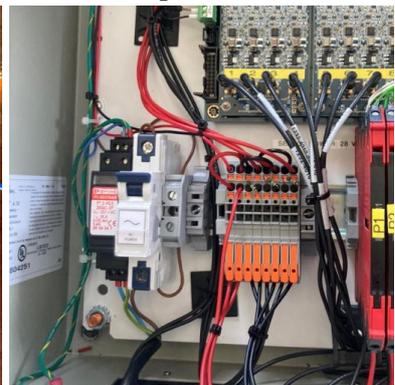
(f) Fixation des câbles des thermocouples.



(g) Buse Venturi.



(h) Collecteur d'évacuation de l'eau.



(i) Sectionneur de la centrale d'acquisition.

FIGURE 4.20 – Photographies de la mise en place du banc IMPACT.

Nom de variable dans le programme	Nom dans la figure 4.10	Signification
serveur []	–	Adresse IP du serveur de mesure du laboratoire
requete	–	Requête serveur pour la valeur de l'éclairement
t_delai_dni	–	Délais entre deux requêtes serveur (ms)
t_delai_dni_max	–	Durée maximale de la réponse de la requête (ms)
t_monte_rampe	t_{rd}	Durée de la rampe de début d'expérience (ms)
t_descente_rampe	t_{rf}	Durée de la rampe finale en fin d'expérience (ms)
nombre_cycle	n_c	Nombre de cycles
t_monte	t_m	Durée de la rampe de montée entre un palier bas et un palier haut (ms)
t_palier_haut	t_{ph}	Durée des paliers hauts (ms)
t_descente	t_d	Durée de la rampe de descente entre un palier haut et un palier bas (ms)
t_palier_bas	t_{pb}	Durée des paliers bas (ms)
puissance_max_parabole		Puissance nominale du four solaire (W)
puissance_max	P_{ph}	Flux maximal visé pour les paliers hauts (W)
puissance_min	P_{pb}	Flux visé pour les paliers bas (W)

TABLEAU 4.1 – Descriptif des variables du programme du module de régulation des volets.

- fréquence d'échantillonnage à 5 MSPS (soit 5 MHz),
- pré-enregistrement à 56 points,
- longueur de 8000 points,
- cocher *Global Waveform Enable*,
- dans l'onglet *AE Timing Parameter* :
 - cocher les six premier canaux,
 - fenêtres temporelles : valeurs définies selon le matériau,
- dans l'onglet *Data Sets/Parametrics* :
 - *Hit Data Set* : cocher tous les descripteurs,
 - *Hit Parametrics* : cocher 1 et 2,
 - *Spectrum Features* : tout cocher et définir les puissances partielles entre 100 et 500 kHz,
 - *Time Driven Parametrics* : cocher les six premiers,
 - *Time Driven Rate* à 1 s.

Pour la partie localisation :

- dans le menu *Channel Group Setup* : créer un groupe avec les six canaux,
- dans le menu *Location* (touche F8) :
 - cocher le groupe 1,
 - localisation 2D planaire,
 - vitesse des ondes : selon le matériau,

- valeur de définition de l'événement à 120 mm,
- nombre de salves par événement : minimum 3, maximum 6,
- unité de distance en millimètre,
- dans *Location View...* : entrer les coordonnées cartésiennes des capteurs, le centre de l'échantillon est en (50,50).

4.6.3 Réalisation d'un essai

1. Déposer le kaléidoscope en dévissant les quatre vis qui maintiennent son support et les deux vis du collecteur d'évacuation (figures 4.21a et 4.21b).
2. Essayer, délicatement, de faire tourner les guides d'ondes sur leur axe : les guides d'ondes qui peuvent réaliser un tour complet sont décollés et doivent être recollés. Pour cela dévisser le bouchon de maintien du capteur concerné, retirer le reste de colle sur le capteur et le guide d'ondes puis recoller le capteur sur l'extrémité du guide d'ondes à l'aide de colle cyanoacrylate.
3. Dévisser les bouchons de maintien des capteurs C₃ et C₄ (figure 4.21c). Attention, les ressorts ont tendance à éjecter les bouchons en fin de filetage.
4. Glisser l'échantillon sur son support en écartant les guides d'ondes puis revisser les bouchons des capteurs C₃ et C₄ en maintenant l'échantillon en position. Éviter si possible d'intervertir les bouchons. Si un guide d'ondes glisse et donne un à-coup, il a de fortes chances de se décoller du capteur.
5. Déposer une petite goutte de couplant acoustique entre les guides d'ondes et l'échantillon.
6. Lancer l'acquisition sur le logiciel AEWIn (touche F9) et réaliser une dizaine de cassés de mine sur l'échantillon : vérifier le couplage des capteurs (amplitude supérieure à 90 dB_{EA}) ainsi que la pertinence de la localisation. Stopper l'acquisition (F9 puis F10).
7. Positionner et remonter le kaléidoscope : il doit y avoir un espace équivalent à au moins deux feuilles de papier entre l'échantillon et le bas du kaléidoscope (figure 4.21d). Faire très attention à ne pas laisser de bout de mine sur l'échantillon. Remonter le collecteur d'évacuation.
8. Ouvrir la vanne d'eau et celle d'air comprimé.
9. Vérifier l'absence de fuite d'eau, puis avancer le chariot en butée.
10. Vérifier que le contrôle des volets sur le boîtier de contrôle du four soit sur *Manual* et fermer les volets.
11. Ouvrir la trappe du four solaire.
12. Réinitialiser l'Arduino® en le débranchant puis le rebranchant à l'ordinateur et vérifier que le circuit de puissance du module est alimenté : bouton en face arrière en position « I » (figure 4.21e) et diode du haut en face avant allumée (figure 4.21f).
13. Lancer l'acquisition : vérifier que les entrées analogiques 4 et 5 sont à 0 V, que les entrées analogiques 1 à 3 sont à 2 V et que l'entrée paramétrique 6 indique une valeur proportionnelle à celle du DNI avec une sensibilité de 150 W m⁻² V⁻¹.
14. Laisser tourner l'acquisition « à vide » pendant une minute ou deux afin d'enregistrer la présence ou non de bruit de fond.

15. Positionner le contrôle des volets sur *External*.
16. Lancer l'expérimentation à l'aide du bouton rouge en face avant du module de contrôle (figure 4.21f).
17. En fin d'expérimentation, attendre que l'échantillon soit parfaitement refroidi (entrées analogiques 1 à 3 à 2 V) avant d'arrêter l'acquisition (F9 puis F10).
18. Fermer la trappe.



(a) Vis du support du kaléidoscope avec la clef insérée.

(b) Vis du collecteur du kaléidoscope avec la clef insérée.

(c) Bouchon du capteur C3.



(d) Espace entre le kaléidoscope et l'échantillon.

(e) Face arrière du module de contrôle des volets.

(f) Face avant du module de contrôle des volets.

FIGURE 4.21 – Photographies de la mise en place d'un essai.

4.7 Conclusion

Les fours solaires à usage scientifique existent depuis le xviii^e siècle. Les fours solaires modernes sont dit à double réflexion : le rayonnement solaire est réfléchi par un héliostat et renvoyé vers un concentrateur. Le banc IMPACT utilise un concentrateur parabolique. Un système de régulation contrôle le flux incident sur l'échantillon. Le kaléidoscope, situé entre le concentrateur et l'échantillon sur le trajet optique, homogénéise le flux sur une surface de 4 cm². La température de l'échantillon est mesurée en face arrière par des thermocouples, à 3 cm du centre de l'échantillon. La température du centre de l'échantillon est mesurée en face avant à l'aide d'un pyromètre.

Le banc IMPACT permet de réaliser la caractérisation du comportement thermomécanique à l'aide du suivi de l'émission acoustique. Ce suivi est réalisé à l'aide de six capteurs répartis uniformément sur la circonférence de l'échantillon et maintenus par le support expérimental. Des guides d'ondes évitent la surchauffe des capteurs d'émission acoustique, cependant, ils perturbent le signal. Une étude montre que cette perturbation a peu d'influence sur l'analyse finale des résultats. La localisation des sources d'émission est possible par triangulation ou localisation planaire à six capteurs. Une étude comparative a montré que la localisation planaire permettait de localiser davantage d'événements acoustiques.

La mise en œuvre du banc IMPACT a été explicitée afin de faciliter la compréhension des résultats des expériences. Le chapitre suivant présente la caractérisation thermomécanique des assemblages brasés de carbure de silicium par les brasures CEA 0 et CEA 1. Les résultats seront également confrontés aux résultats de flexion quatre points.

Chapitre 5

Comportement thermomécanique

5.1 Matériel et méthode

5.1.1 Échantillons

Deux types d'échantillons ont été utilisés dans cette étude : des échantillons homogènes, provenant d'une étude antérieure [2], et des échantillons brasés, élaborés au laboratoire CEA-LITEN à Grenoble.

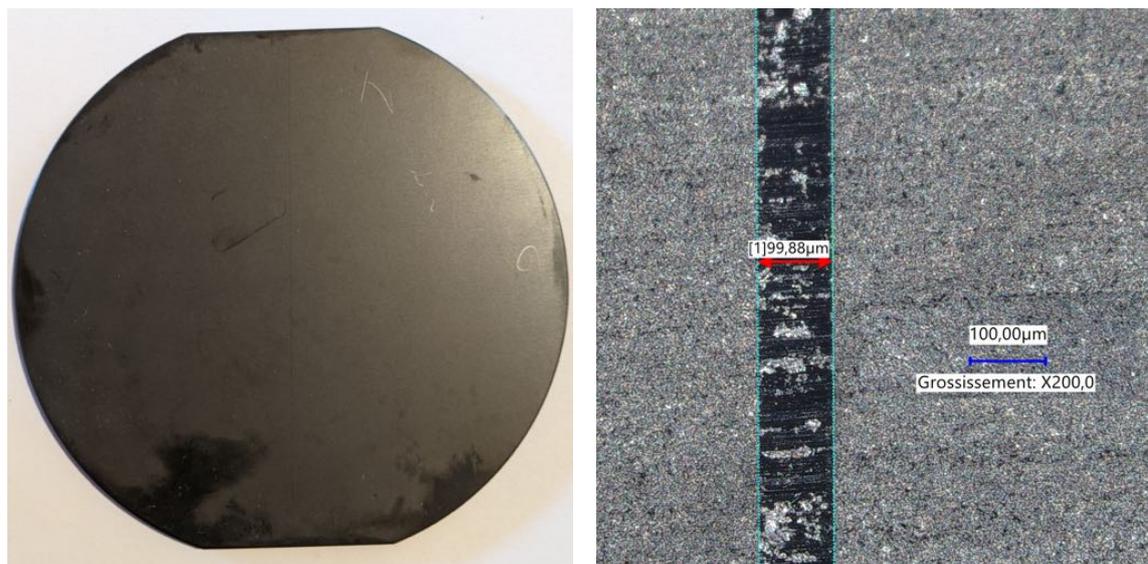
5.1.1.1 Échantillons homogènes

Un échantillon de carbure de silicium Boostec® homogène et deux échantillons d'Inconel® proviennent des essais réalisés lors de la conception du banc IMPACT [2]. L'échantillon de carbure de silicium est un disque de 4 mm d'épaisseur pour 100 mm de diamètre. Les échantillons d'Inconel® sont des disques de 5 mm d'épaisseur pour 100 mm de diamètre. Un échantillon d'Inconel® est dans un état oxydé sur toute sa surface tandis que le deuxième est oxydé seulement au niveau du centre, à cause d'un premier passage sur le banc IMPACT. Ce dernier ne sera pas utilisé pour les expérimentations.

5.1.1.2 Échantillons brasés

Les échantillons brasés ont été réalisés par assemblage de deux plaques rectangulaires de carbure de silicium par brasage BraSiC®. Une découpe circulaire a ensuite été réalisée afin d'obtenir des échantillons pseudo-circulaires. En effet, le diamètre de l'échantillon étant plus important que la largeur des plaques brasées, on peut voir sur la [figure 5.1a](#) deux méplats de part et d'autre de la brasure. Comme pour l'étude en flexion quatre points présentée [chapitre 3](#), deux nuances de brasure ont été caractérisées : CEA 0 et CEA 1.

L'épaisseur de la brasure de chaque échantillon a été mesurée au microscope optique. La méthode utilisée consiste à mesurer la distance moyenne entre deux segments positionnés aux bords de la brasure (la [figure 5.1b](#) montre les deux segments en pointillés qui ont servi à la mesure). Le [tableau 5.1](#) récapitule les résultats des mesures, les couples nuance de brasure / épaisseur de brasure sont mis en évidence.



(a) Exemple d'échantillon brasé; la fine ligne verticale est la brasure.

(b) Protocole de mesure de l'épaisseur de brasure au microscope optique.

FIGURE 5.1 – Échantillon pour les essais thermomécaniques.

CEA 0		CEA 1	
Référence de l'échantillon	Épaisseur de brasure (μm)	Référence de l'échantillon	Épaisseur de brasure (μm)
81	146	78	143
82	142	79	145
83	146	80	145
86	99	74	99
87	129	84	102
88	100	85	115
92	52	89	52
93	54	90	55
94	53	91	52

TABLEAU 5.1 – Caractéristiques des échantillons brasés pour les essais sur le banc IM-PACT.

5.1.2 Protocole expérimental

Deux campagnes d'essais ont été réalisées : l'une à l'aide d'un four solaire d'une puissance nominale de 850 W (parabole de 1,5 m de diamètre) et l'autre à l'aide d'un four solaire d'une puissance nominale de 1,5 kW (parabole de 2 m de diamètre). Les deux campagnes ont fait l'objet de plusieurs séries d'essais sur les échantillons, notés série I-X pour la première campagne et II-X pour la deuxième campagne, X représentant le numéro de la série. Tous les échantillons ont été testés durant la première campagne expérimentale. Pour la deuxième campagne, nous avons utilisé tous les échantillons qui n'ont pas rompu lors des essais de la première campagne.

5.1.2.1 Série de référence

Lors de chaque campagne, une série de référence a été réalisée. Ces deux séries sont notées I-o et II-o, et sont représentées sur la [figure 5.2](#). Elles sont réalisées avec des paramètres temporels similaires afin de pouvoir comparer les effets d'un changement de densité de flux irradiant l'échantillon. Les paramètres de ces séries de référence ont été choisis en s'appuyant sur le travail précédemment réalisé lors de la conception du banc [2], ce qui permet, en outre, de comparer les résultats obtenus avec l'étude antérieure. Notons que, pour que la pente de la rampe du flux incident de la série II-o soit similaire à celle de la série I-o, la durée de la rampe de début a été allongée.

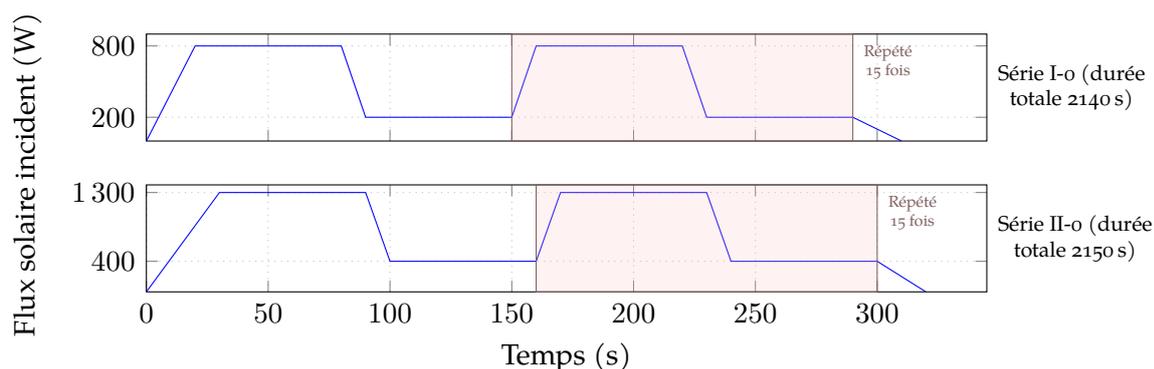


FIGURE 5.2 – Série de référence pour la première campagne expérimentale (en haut) et pour la deuxième campagne expérimentale (en bas).

5.1.2.2 Séries complémentaires

Des séries complémentaires ont été réalisées pendant les campagnes expérimentales afin de générer des variations de température différentes au sein des échantillons : augmentation ou diminution de la durée des rampes et des paliers afin de générer des gradients plus ou moins importants. La [figure 5.3](#) explicite les séries complémentaires pour la première campagne expérimentale, la [figure 5.4](#) pour la deuxième campagne. De plus, ces essais ont été réalisés dans l'objectif de porter les échantillons dans les conditions les plus extrêmes possibles, compte tenu des installations disponibles.

Durant les essais de la série I-o, il a été remarqué que les échantillons brasés CEA 0 semblaient moins résistants aux contraintes thermomécaniques que les échantillons brasés CEA 1 : davantage d'échantillons brasés CEA 0 ont rompu (voir [section 5.3.3](#)). Les échantillons brasés CEA 0 ont donc fait l'objet de deux séries complémentaires, I-2 et I-4,

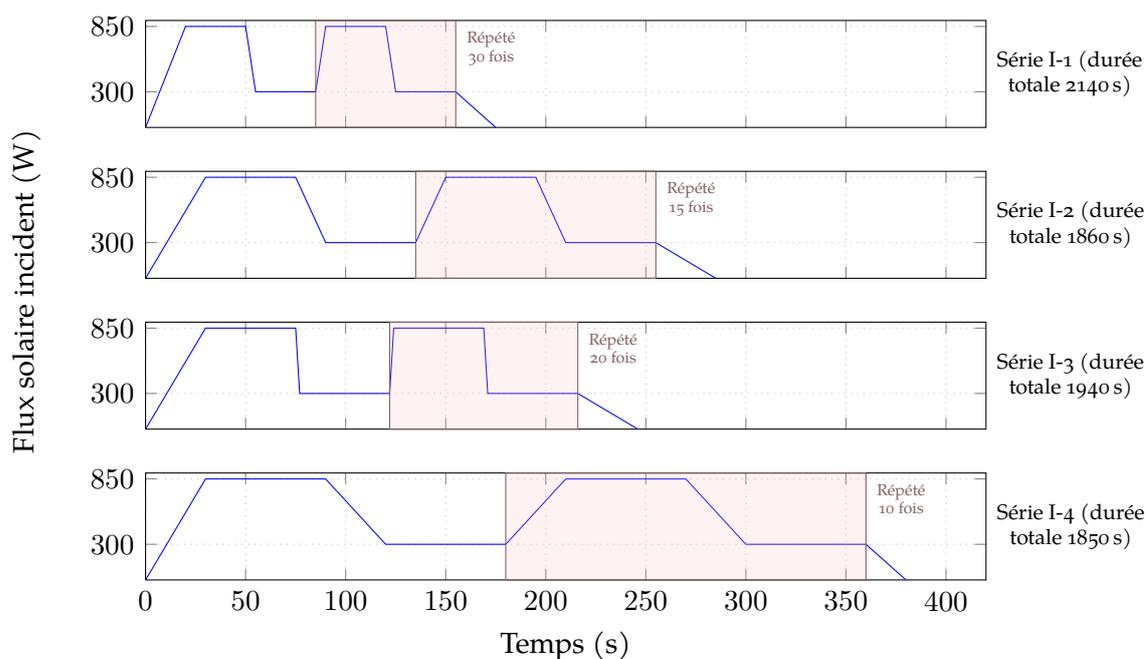


FIGURE 5.3 – Séries complémentaires pour la première campagne expérimentale. La puissance de 850 W correspond à la puissance nominale du four solaire utilisé.

sensées réduire les gradients thermiques : la durée des rampes a été augmentée afin que les variations de température soient plus lentes. Au contraire, les séries complémentaires I-1 et I-3 ont été réalisées dans le but d'augmenter les gradients thermiques. Pour cela, il a été choisi de diminuer la durée des rampes.

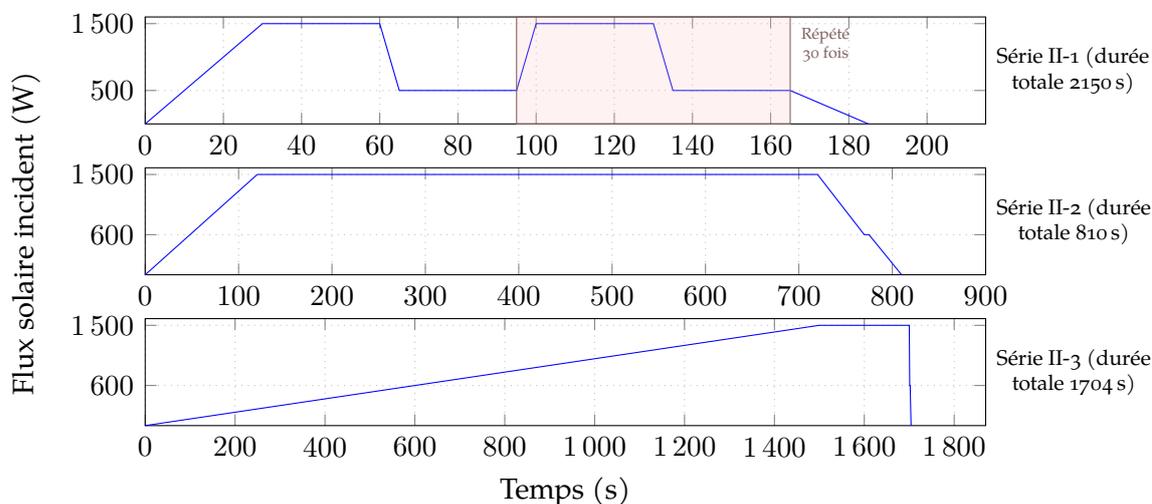


FIGURE 5.4 – Séries complémentaires pour la deuxième campagne expérimentale. La puissance de 1500 W correspond à la puissance nominale du four solaire utilisé.

Les séries II-X ont été réalisées à l'aide d'un four solaire de plus grande puissance que les séries I-X. La série II-1 est similaire à la série I-1 et est conçue pour favoriser les variations de température rapides. Les séries II-2 et II-3 mettent les échantillons dans des conditions plus extrêmes du point de vue de la température :

- la série II-2 est sensée amener l'échantillon à la température maximale pouvant être atteinte dans le four, et permet donc de tester la tenue d'un échantillon lors

d'une irradiation importante de longue durée,

- la série II-3 se focalise sur une montée lente de la température de l'échantillon afin de déterminer la température maximale à laquelle peuvent résister les échantillons.

5.2 Modélisation du champ de température

5.2.1 Objectif

La détermination du champ de température au sein de l'échantillon est une information précieuse dans la compréhension du comportement thermomécanique des matériaux. Cela permet notamment de déterminer la température du bord de l'échantillon, qui ne peut pas être mesurée à l'aide du banc IMPACT. De plus, cela donne la possibilité d'accéder aux gradients thermiques au sein de l'échantillon.

5.2.2 Modèle numérique

La modélisation numérique du champ de température a été réalisée à l'aide du logiciel Comsol®.

5.2.2.1 Maillage utilisé

L'échantillon peut être décomposé en deux zones :

- la zone chauffée au centre qui comporte la puissance en sortie du kaléidoscope en entrée (voir [section 4.4.3](#)), et les pertes et les transferts par conduction dans le reste de l'échantillon en sortie,
- le reste de l'échantillon avec les transferts conductifs en entrée, et les pertes en sortie.

Les zones d'intérêt sont le centre de l'échantillon et la limite du kaléidoscope. La [figure 5.5](#) montre le maillage utilisé, généré de manière automatisée par le logiciel. Le carré au centre de l'échantillon représente le bord du kaléidoscope. On remarque que le maillage est plus fin au niveau des zones d'intérêt. La géométrie étudiée est relativement simple; afin d'obtenir un bon compromis entre la pertinence des résultats et la durée du calcul, un maillage *fin* (paramètre du logiciel) a été utilisé.

5.2.2.2 Choix du pas de temps

Hormis en début et fin d'expérience, la durée des rampes de descente et de montée les plus rapides lors des cycles réalisés est de l'ordre de 5 s (voir séries I-3 et II-1 sur les [figures 5.3](#) et [5.4](#)). Afin d'avoir une résolution suffisante, tout en ayant un temps de calcul maîtrisé (de l'ordre de la minute pour chaque simulation), le pas de temps choisi est de 1 s, sauf pour les séries I-3 et II-1 où le pas de temps est 0,5 s afin d'obtenir suffisamment d'information lors des rampes.

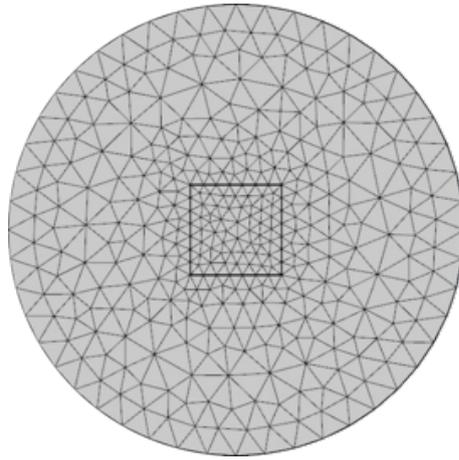


FIGURE 5.5 – Maillage utilisé pour les modélisations numériques.

5.2.2.3 Matériaux

L'épaisseur de la brasure est petite par rapport à la taille de l'échantillon, et même par rapport à la taille de la zone irradiée (plus de deux ordres de grandeur de différence). De plus, la conductivité thermique de la brasure est proche de celle du silicium pur en raison de sa constitution : la conductivité thermique du carbure de silicium à 1000 °C est de $39 \text{ W m}^{-1} \text{ °C}^{-1}$, contre environ $35 \text{ W m}^{-1} \text{ °C}^{-1}$ pour le silicium [80, 81]. Enfin, la résistance thermique entre la brasure et le carbure de silicium est inférieure à $10^{-6} \text{ m}^2 \text{ °C W}^{-1}$, donc négligeable [82]. Il est par conséquent pertinent de ne pas modéliser la brasure pour évaluer le champ de température global des échantillons. La totalité de l'échantillon a donc été modélisée en carbure de silicium, avec les propriétés suivantes, tirées de celles du carbure de silicium Boostec® (annexe A).

- La conductivité thermique est une fonction définie par morceaux avec un lissage par dérivée première continue (réglage Comsol), définie par :

$$\lambda = 163 + \frac{(180 - 163)(T - 73)}{220} \quad \forall T \in]73;293] \quad (5.1)$$

$$\lambda = 180 + \frac{(66 - 180)(T - 293)}{480} \quad \forall T \in]293;773] \quad (5.2)$$

$$\lambda = 66 + \frac{(39 - 66)(T - 773)}{500} \quad \forall T \in]773;1273] \quad (5.3)$$

où T est la température en K et λ la conductivité thermique en $\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

- La capacité calorifique à pression constante du matériau est également une fonction définie par morceaux, avec un lissage par dérivée première continue, définie par :

$$C_p = 42 + \frac{(680 - 42)(T - 73)}{220} \quad \forall T \in]73;293] \quad (5.4)$$

$$C_p = 680 + \frac{(1040 - 680)(T - 293)}{480} \quad \forall T \in]293;773] \quad (5.5)$$

$$C_p = 1040 + \frac{(1180 - 1040)(T - 773)}{500} \quad \forall T \in]773;1273] \quad (5.6)$$

où T est la température en K et C_p la capacité calorifique à pression constante en JK^{-1} .

- Le volume de la brasure (de l'ordre de $0,06 \text{ cm}^3$ pour les brasures les plus épaisses) étant faible par rapport au volume de l'échantillon (de l'ordre de 30 cm^3), sa masse volumique ρ est considérée constante avec une valeur de $3,21 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ sur la totalité de l'échantillon.

5.2.2.4 Conditions initiales

Les conditions initiales du modèle sont la température de l'échantillon et la température ambiante. Elles sont déterminantes pour l'adéquation entre la première rampe de température obtenue avec le modèle et celle obtenue expérimentalement.

Le laboratoire est situé à plus de 1600 m d'altitude et les expérimentations ont été réalisées en hiver. La température de l'air dans la halle de manipulation variait entre 5 et 15 °C. La température ambiante retenue pour le modèle est donc considérée égale à 10 °C, tandis que la température initiale de l'échantillon a été fixée à 20 °C. Cette différence provient du fait que les échantillons sont stockés dans un endroit plus chaud de la pièce et que le banc expérimental est positionné au-dessus d'une large ouverture donnant sur l'extérieur (trappe permettant de laisser passer le flux solaire, située au dessus de l'héliostat, voir [figure 4.7](#)).

5.2.2.5 Conditions aux limites

Chaque face de l'échantillon est considérée différemment par le modèle.

- La partie de la face supérieure de l'échantillon située sous le kaléidoscope est considérée avec un flux entrant imposé correspondant au flux en sortie du kaléidoscope, et un flux sortant correspondant à des pertes convectives (convection naturelle, plaque plane horizontale, face supérieure).
- La partie de la face supérieure de l'échantillon située hors de la zone irradiée sous le kaléidoscope est considérée avec un flux sortant correspondant à des pertes convectives (convection naturelle, plaque plane horizontale, face supérieure).
- La tranche de l'échantillon est considérée avec un flux sortant correspondant à des pertes convectives (convection naturelle, surface verticale).
- La face inférieure de l'échantillon est considérée avec un flux sortant correspondant à des pertes convectives (convection naturelle, plaque plane horizontale, face inférieure).
- La totalité de l'échantillon est considérée comme une surface diffusive qui donne lieu à des pertes par flux radiatif (échange radiatif avec l'extérieur).

5.2.2.6 Flux de chaleur entrant

L'échantillon est irradié au centre sur une surface carrée de 4 cm^2 . Le flux est considéré homogène sur cette surface. D'un point de vue expérimental, cette hypothèse a été vérifiée par des mesures lors de la conception des kaléidoscopes par l'équipe technique du laboratoire. Des campagnes de calorimétrie ont été réalisées sur les différents fours, déjà présentées [section 4.4.3](#). Elles donnent une puissance nominale en sortie du kaléidoscope de 400 W pour un four de 850 W et de 600 W pour un four de 1500 W.

Le flux de chaleur entrant sur l'échantillon correspond au flux sortant du kaléidoscope.

5.2.2.7 Pertes par flux radiatif

Sur toute la surface de l'échantillon on considère des pertes radiatives. L'expression utilisée pour calculer ces pertes est la loi de Stefan-Boltzmann :

$$q = \varepsilon\sigma(T^4 - T_{amb}^4) \quad (5.7)$$

avec :

- q le flux radiatif (W m^{-2}),
- ε l'émissivité de la surface (-),
- σ la constante de Stefan-Boltzmann ($\text{W m}^{-2} \text{K}^{-4}$),
- T_{amb} la température ambiante (K),
- T la température de la maille (K).

Comme déjà précisé [section 5.2.2.4](#), la température ambiante est considérée constante et égale à 10 °C.

5.2.2.8 Pertes par flux convectif

Les pertes par flux convectif sont considérées différemment selon la surface de l'échantillon. On peut définir quatre zones différentes :

- la face supérieure, à l'exception de la zone située dans le kaléidoscope, considérée comme une plaque plane horizontale avec convection naturelle au-dessus,
- la face inférieure, considérée comme une plaque plane horizontale avec convection naturelle en-dessous,
- la tranche de l'échantillon, considérée comme une paroi verticale avec convection naturelle,
- la partie sous le kaléidoscope, considérée comme une cheminée.

L'expression utilisée pour calculer les pertes convectives est la loi de Newton :

$$q = h(T - T_{ext}) \quad (5.8)$$

où :

- q le flux convectif (W m^{-2}),
- h le coefficient d'échange convectif ($\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$),
- T_{ext} la température de l'air extérieur (K),
- T la température de la maille (K).

Le coefficient d'échange convectif est déterminé directement par le logiciel Comsol.

5.2.3 Validation du modèle numérique

La validation du modèle est réalisée en comparant les températures calculées par le modèle et celles mesurées lors des expériences. La validation du modèle doit se faire sur une durée représentative des expériences réalisées. Deux essais ont été utilisés pour la validation : l'essai de la série II-3 (échantillon 90), qui représente le cas simple d'une rampe de température, et l'essai de la série I-0 (échantillon 86), qui représente un cas avec une dynamique plus complexe.

5.2.3.1 Température au centre de l'échantillon

La [figure 5.6](#) montre le champ de température calculé par le modèle pour l'échantillon 90, au moment de la rupture. Le flux de chaleur étant considéré constant sous la surface du kaléidoscope, il était attendu que les isothermes aient une forme de « carré avec des angles arrondis ». On peut observer que les isothermes, au niveau du bord du kaléidoscope, sont effectivement des carrés avec des angles arrondis, cependant, à l'extérieur du kaléidoscope les isothermes deviennent circulaires. Ce changement de forme s'explique par la forme circulaire de l'échantillon et la différence entre la surface de la zone irradiée (4 cm^2) et la surface totale de l'échantillon (170 cm^2) : les surfaces où les pertes ont lieu sont plus grandes que la surface qui est chauffée.

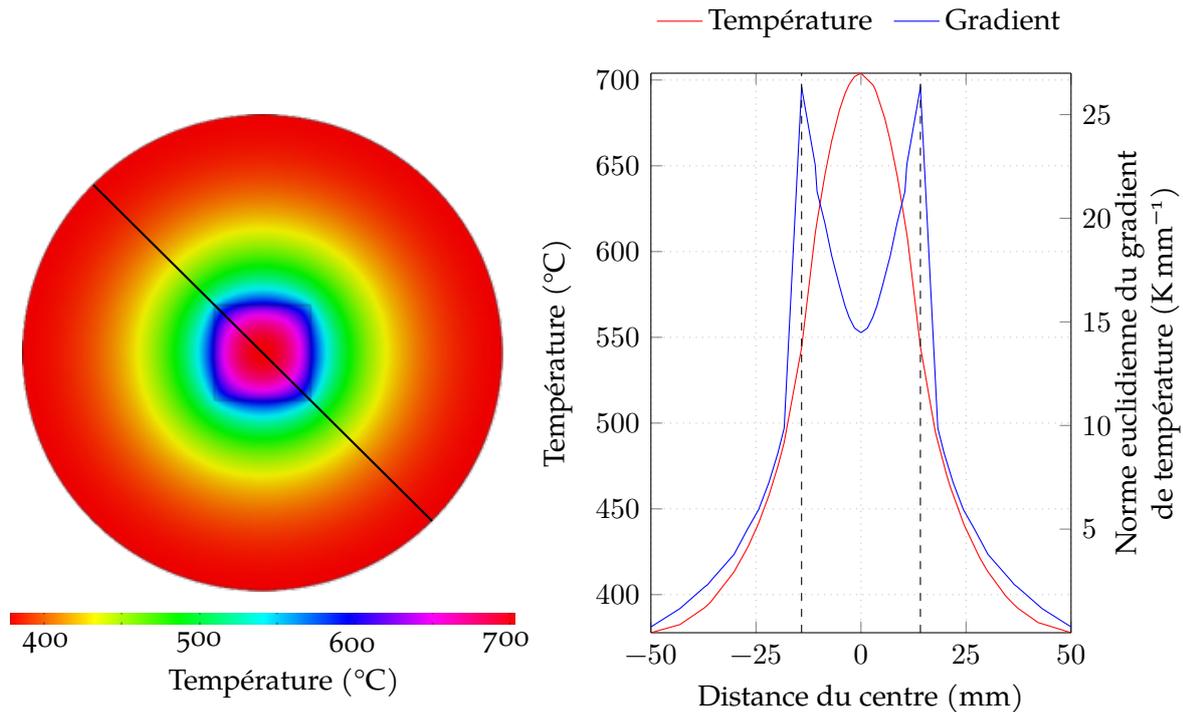


FIGURE 5.6 – À gauche : champ de température simulé au moment de la rupture. À droite : température de la surface de l'échantillon le long de la ligne noire représentée sur la figure de gauche. Les lignes en pointillés représentent les limites du kaléidoscope. Résultats obtenus lors de la série II-3 (échantillon 90).

On remarque également que la norme euclidienne du gradient de température au centre de l'échantillon est de l'ordre de 15 °C mm^{-1} et que la température décroît au fur et à mesure que l'on s'éloigne du centre de l'échantillon. Le pyromètre mesure la température d'un disque de $6,5 \text{ mm}$ de diamètre (voir [section 4.4.5](#)). Cela correspond à la mesure de la température moyenne sur une surface de $0,33 \text{ cm}^2$. La température calculée par le modèle, au centre de l'échantillon, correspond à la température d'un point situé au centre de la surface supérieure. Il est donc attendu que la température mesurée par le pyromètre soit inférieure à la température calculée par le modèle.

La température calculée au centre de l'échantillon à l'aide du modèle numérique est comparée avec la température réelle mesurée lors deux expérimentations : la [figure 5.7](#) présente les résultats pour l'échantillon 90 (CEA 1 – $55 \text{ }\mu\text{m}$) lors de la série II-3, tandis que la [figure 5.8](#) présente ceux pour l'échantillon 86 (CEA 0 – $99 \text{ }\mu\text{m}$) lors de la série I-0. La zone rouge représente l'incertitude sur la mesure du pyromètre (voir [section 4.4.5](#)).

On peut observer sur la [figure 5.7](#) que la température calculée par le modèle est, comme attendu, légèrement supérieure à celle mesurée. Elle présente néanmoins une bonne adéquation avec la température donnée par le pyromètre. De la même manière, on remarque sur la [figure 5.8](#) que la température calculée par le modèle est légèrement inférieure à celle mesurée. Même si l'adéquation est moins bonne pour cet essai qui présente une dynamique plus complexe, on constate que la température calculée reste toutefois proche de celle qui est mesurée, compte tenu des incertitudes de mesure. On peut donc conclure que la température calculée au centre de l'échantillon est en adéquation avec la mesure du pyromètre.

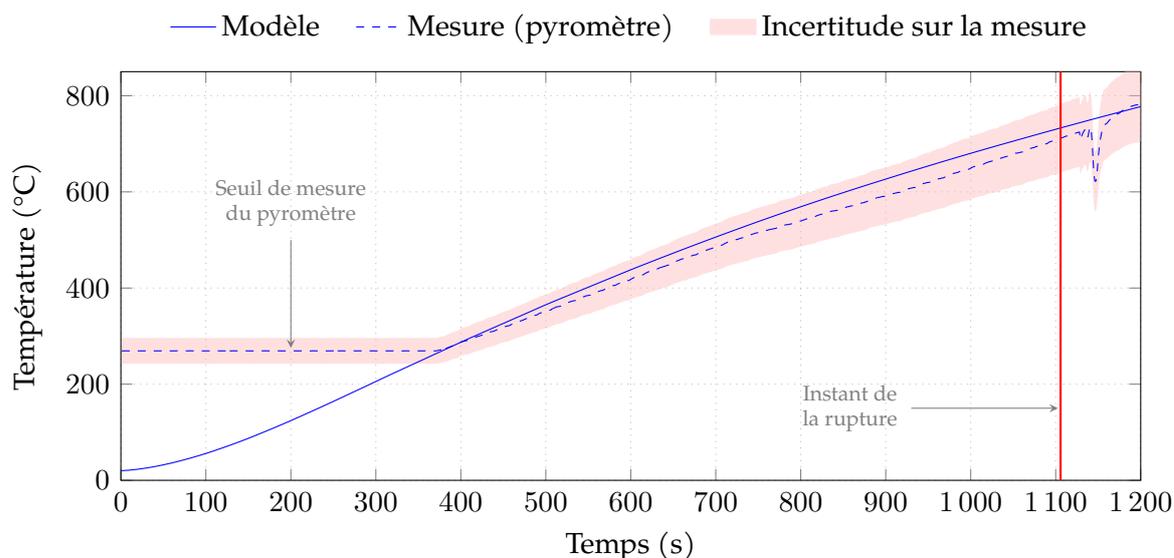


FIGURE 5.7 – Comparaison entre la température calculée au centre de l'échantillon et la température mesurée à l'aide du pyromètre pour l'échantillon 90 lors de la série II-3.

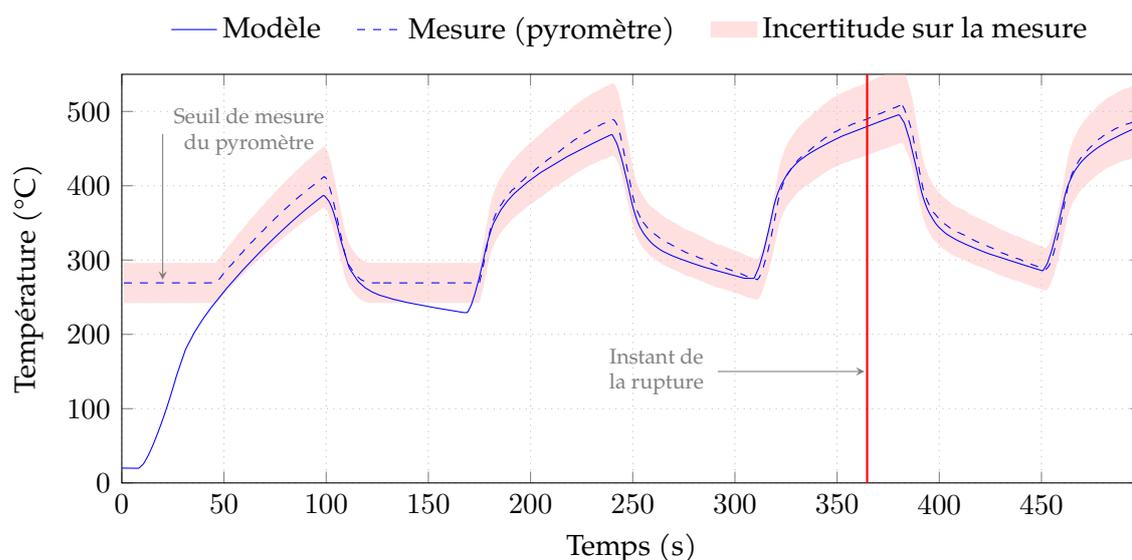


FIGURE 5.8 – Comparaison entre la température calculée au centre de l'échantillon et la température mesurée à l'aide du pyromètre pour l'échantillon 86 lors de la série I-o.

5.2.3.2 Température au niveau des thermocouples en face arrière

La mesure de la température par les thermocouples est réalisée en face arrière de l'échantillon, à environ 3 cm du centre (voir [section 4.4.6.1](#)). Les thermocouples sont en contact avec les tiges de support de l'échantillon, qui constituent donc un puits de chaleur, ce qui n'a pas été pris en compte dans le modèle. De plus, il est difficile d'évaluer la qualité du contact thermique entre l'échantillon et les thermocouples. Il est donc attendu que la température mesurée par les thermocouples soit inférieure à celle calculée par le modèle. L'analyse du champ de température a montré que les isothermes étaient concentriques dès que l'on s'éloignait du kaléidoscope. Les thermocouples étant positionnés à la même distance par rapport au centre de l'échantillon, on prendra comme référence la température la plus élevée des trois thermocouples (des valeurs plus faibles traduisant un mauvais contact thermique). Les [figures 5.9](#) et [5.10](#) montrent la température calculée par le modèle au niveau des thermocouples et la température réelle mesurée par les thermocouples pendant les expérimentations.

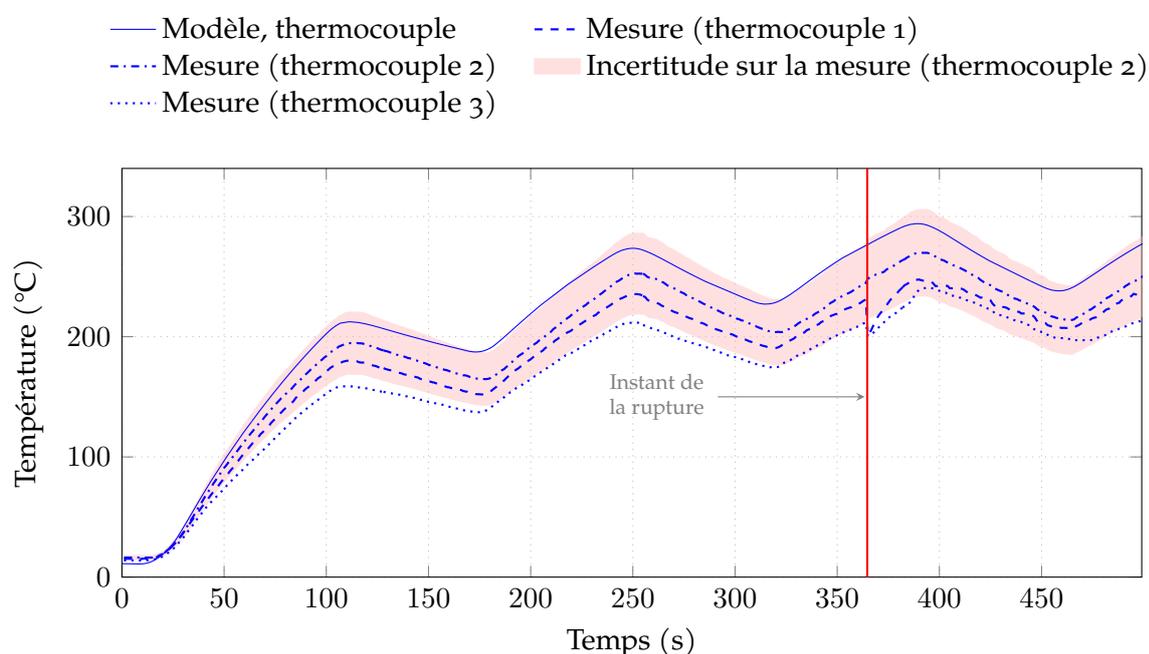


FIGURE 5.9 – Comparaison entre la température calculée et la température mesurée par les thermocouples pour l'échantillon 86 lors de la série I-o.

On remarque sur la [figure 5.9](#) que la disparité des mesures de la température par les thermocouples est assez importante, de l'ordre de 33 °C au moment de la rupture, soit 13,5 % de différence par rapport à la température la plus élevée. Sur la [figure 5.10](#), on remarque que cette disparité est plus faible, de l'ordre de 10 °C. Cette dispersion des mesures traduit la difficulté d'obtenir un bon contact thermique entre l'échantillon et les thermocouples. L'incertitude de 13,5 % a été reportée sur la mesure de la température afin de la prendre en compte lors de la comparaison avec le modèle. La température mesurée est inférieure à celle calculée par le modèle. Les incertitudes liées aux mesures ne nous permettent donc pas de conclure à une différence notable avec le modèle, au moment de la rupture. Ce résultat est attendu, vis-à-vis des résultats obtenus pour la température au centre de l'échantillon.

On remarque sur les [figures 5.9](#) et [5.10](#) que la condition initiale de température du modèle est du même ordre de grandeur que la température initiale mesurée par les

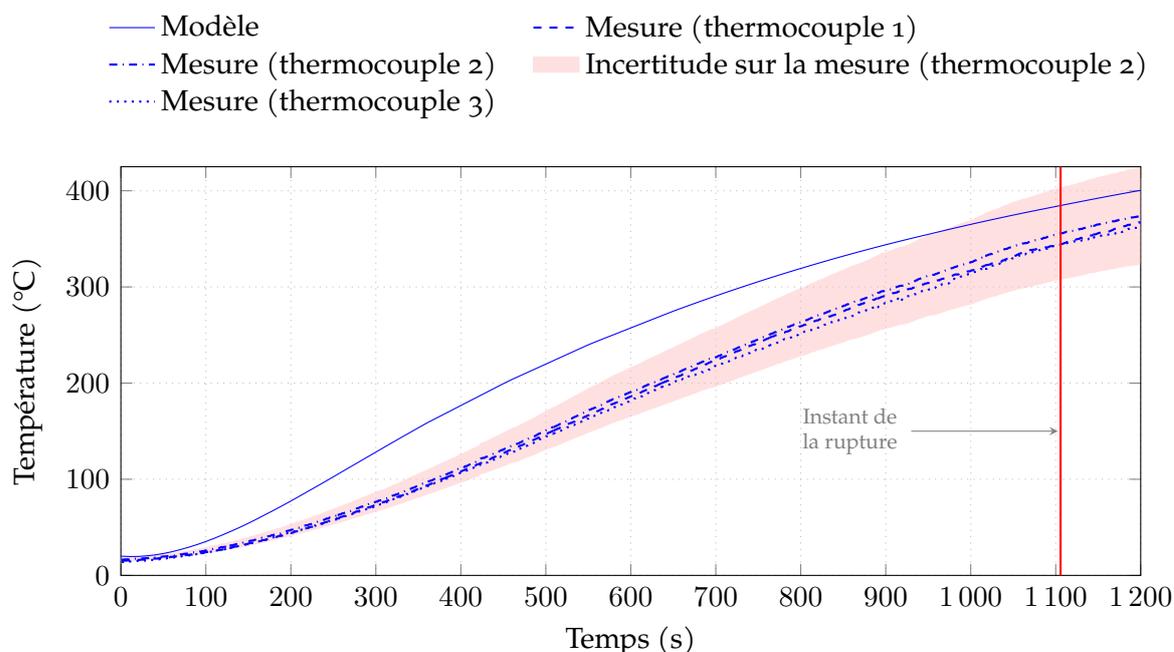


FIGURE 5.10 – Comparaison entre la température calculée et la température mesurée par les thermocouples pour l'échantillon 90 lors de la série II-3.

thermocouples.

D'un point de vue de la dynamique, on remarque, sur la [figure 5.10](#), que la température du modèle augmente plus rapidement que la température réelle. Cependant, sur la [figure 5.9](#) la dynamique de la température du modèle semble correspondre à celle des mesures. Cela peut provenir d'une surestimation de la diffusivité thermique du matériau par le modèle.

REMARQUE

On peut observer sur la [figure 5.7](#) une forte variation de la température mesurée par le pyromètre après la rupture de l'échantillon. Cette variation est due à un léger déplacement de l'échantillon au moment de la rupture qui a perturbé la mesure de la température. Cette brutale variation de température n'est pas visible sur la [figure 5.10](#) : lors de cet essai, le déplacement de l'échantillon n'a pas dégradé le contact thermique des thermocouples. L'observation des résultats pour l'échantillon 86 (voir [figures 5.8](#) et [5.9](#)) montre que la mesure de la température réalisée à l'aide du pyromètre n'a pas été perturbée ; cependant le déplacement de l'échantillon lors de la rupture a dégradé le contact thermique avec les thermocouples 1 et 3 (voir [figure 5.9](#)). La détection d'une irrégularité lors d'une mesure de température apporte donc une information sur l'échantillon, cependant elle n'est pas systématique : il n'est pas possible de se servir de cette information pour détecter une rupture.

5.2.3.3 Bilan

Une information importante apportée par le modèle numérique est la détermination du champ de température : le modèle permet d'estimer les gradients de température au sein de l'échantillon. De plus, il a été observé que les isothermes formaient des cercles concentriques dès lors que l'on s'éloignait du kaléidoscope.

On trouve dans le [tableau 5.2](#) le récapitulatif des écarts relatifs observés entre la température calculée par le modèle et celle mesurée par le pyromètre ou le thermocouple renvoyant la plus haute température, au moment de la rupture. L'incertitude

de mesure estimée pour le pyromètre est de l'ordre de 10 % (voir [section 4.4.5](#)), alors que l'incertitude de mesure liée aux thermocouples avait été estimée à 3 % (voir [section 4.4.6.1](#)).

Échantillon	Écart relatif pyromètre (%)	Écart relatif thermocouple (%)
90	5,4	8,8
86	2,0	11,3

TABLEAU 5.2 – Récapitulatif des écarts relatifs observés entre la température calculée par le modèle et celle mesurée par le pyromètre ou le thermocouple renvoyant la plus haute température, au moment de la rupture.

Le comportement du modèle est globalement satisfaisant, que ce soit pour des cas simples (rampe de température) ou des cas dont la dynamique est plus complexe (cycles). Cependant, ce modèle est perfectible : il ne prend pas en compte les puits de chaleur formés par les tiges de support ou par les guides d'ondes. Le calcul des pertes pourrait être affiné, notamment au niveau la détermination de l'émissivité ou des coefficients d'échanges convectifs. Par ailleurs, on pourrait affiner le maillage, prendre en compte la brasure, ou encore réduire le pas de temps pour améliorer la prise en compte des discontinuités dans le flux entrant. Cependant, le modèle donne aujourd'hui des résultats dont l'incertitude est du même ordre que les incertitudes de mesure. L'amélioration du modèle n'est donc pas un point clef du travail de thèse : le gain que l'on pourrait en retirer par rapport au temps de travail qu'il faudrait y consacrer est discutable. Ainsi, nous estimons que ce modèle est adapté à nos besoins, et il servira pour déterminer la température au bord de l'échantillon.

5.3 Résultats expérimentaux

5.3.1 Conditions expérimentales

Les expérimentations ont été réalisées par temps clair avec un DNI supérieur à 800 W m^{-2} , avec l'absence de vent fort afin de limiter la convection sur l'échantillon.

L'état de propreté des échantillons n'était pas connu. Afin d'éviter d'enregistrer des signaux d'émissions acoustique parasites dus à des phénomènes externes à l'échantillon, comme de l'évaporation ou de la combustion d'une graisse ou de poussières, les échantillons ont été préalablement dégraissés à l'aide d'alcool éthylique et minutieusement essuyés. Cela évite également la génération de fumées.

Pour pouvoir positionner les événements acoustiques localisés sur les échantillons lors des expérimentations, la position des capteurs a été repérée sur la face supérieure au niveau du point de contact avec les guides d'ondess.

5.3.2 Paramètres d'acquisition

Les paramètres d'acquisition ont été décrits dans la [section 2.2](#). Les principaux paramètres utilisés sont donnés dans le [tableau 5.3](#). On remarque que le seuil d'acquisition a été adapté entre la première et la deuxième campagne expérimentale.

Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur
Seuil (1 ^{re} campagne)	40 dB _{EA}	Préamplification	40 dB _{EA}
Seuil (2 ^e campagne)	33 dB _{EA}	Fréquence d'échantillonnage	5 MHz
PDT	60 μs	Durée maximale	1000 ms
HDT	140 μs	Fréq. de coupure du filtre passe-bas	20 kHz
HLT	1800 μs	Fréq. de coupure du filtre passe-haut	1 MHz

TABLEAU 5.3 – Principaux paramètres d'acquisition utilisés pour les campagnes expérimentales conduites sur le banc IMPACT.

5.3.3 Analyse thermique

On trouve dans le [tableau 5.4](#) le récapitulatif des essais réalisés. L'analyse qualitative de ces données montre que la première campagne expérimentale, réalisée à l'aide d'un four solaire d'une puissance nominale de 850 W, a conduit à la rupture de tous les échantillons brasés CEA 0 dont la brasure mesure plus de 54 μm d'épaisseur. Un seul échantillon brasé CEA 1, le 79, a été rompu lors de cette campagne expérimentale. La deuxième campagne expérimentale, réalisée à l'aide d'un four solaire d'une puissance nominale de 1500 W, a conduit à la rupture des échantillons brasés restants, sauf un : l'échantillon 91. La série de référence, II-0, a conduit à la casse des échantillons 80 (CEA 1 – 145 μm) et 94 (CEA 0 – 54 μm) et à la survie des échantillons 74 (CEA 1 – 99 μm) et 91 (CEA 1 – 52 μm). L'échantillon SiC-01, non brasé, a survécu aux deux campagnes expérimentales. Il semble donc que la présence de brasure au sein d'un échantillon de carbure de silicium rende celui-ci moins résistant qu'un échantillon homogène. La brasure CEA 1 semble cependant plus résistante que la brasure CEA 0.

La [figure 5.11](#) montre la température au centre des échantillons au moment de la rupture. On remarque que, pour une épaisseur de brasure de l'ordre de 55 μm, la température de rupture des échantillons brasés CEA 1 est plus élevée que celle des échantillons brasés CEA 0. De plus, pour la brasure CEA 1, la température de rupture diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de brasure. Cette dernière constatation n'est pas vraie pour les échantillons brasés CEA 0 : l'épaisseur de brasure ne semble pas avoir d'impact sur la température au centre de l'échantillon au moment de la rupture.

La [figure 5.12](#) montre la différence de température (notée ΔT), au moment de la rupture, entre le centre de l'échantillon et le bord de l'échantillon, en fonction de l'épaisseur et de la nuance de brasure. Rappelons que la température au centre est donnée par le pyromètre, tandis que la température au bord de l'échantillon est obtenue avec le modèle thermique présenté à la [section 5.2](#). On remarque sur cette figure que ΔT a tendance à diminuer avec l'augmentation de l'épaisseur de la brasure, quelle que soit la nuance de brasure. De plus, on remarque que, comparativement à la brasure CEA 0, la brasure CEA 1 semble supporter des gradients de température supérieurs. Cette différence de performance peut s'expliquer par la différence de coefficient de dilatation des différentes phases des brasures. Pour rappel (voir [section 1.4.2](#)), les brasures CEA 0 et CEA 1 sont constituées d'une phase de silicium, dont le coefficient de dilatation thermique est $2,9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$ et d'une phase eutectique composée d'un disiliciure de cobalt (CEA 0) ou de zirconium (CEA 1), dont les coefficients de dilatation thermique sont respectivement $10,14 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$ et $8,3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$. Le différentiel de coefficient de dilatation thermique est donc plus important pour la brasure CEA 0 que pour la brasure CEA 1 et conduit donc à la plus grande résistance des échantillons brasés CEA 1.

Série	Réf.	Brasure	Rupture	Série	Réf.	Brasure	Rupture
I-0	80	CEA 1 – 145 μm	Non	II-0	80	CEA 1 – 145 μm	Oui
	81	CEA 0 – 146 μm	Oui		74	CEA 1 – 99 μm	Non
	74	CEA 1 – 99 μm	Non		91	CEA 1 – 52 μm	Non
	86	CEA 0 – 99 μm	Oui		94	CEA 0 – 53 μm	Oui
	89	CEA 1 – 52 μm	Non	II-1	84	CEA 1 – 102 μm	Oui
	94	CEA 0 – 53 μm	Non		90	CEA 1 – 55 μm	Non
	SiC-01	homogène	Non		93	CEA 0 – 54 μm	Oui
Inc-01	homogène	Non	II-2	78	CEA 1 – 143 μm	Oui	
I-1	79	CEA 1 – 145 μm		Oui	85	CEA 1 – 115 μm	Oui
	85	CEA 1 – 115 μm		Non	89	CEA 1 – 52 μm	Oui
	91	CEA 1 – 52 μm		Non	92	CEA 0 – 52 μm	Oui
I-2	83	CEA 0 – 146 μm		Oui	SiC-01	homogène	Non
	88	CEA 0 – 100 μm	Oui	II-3	74	CEA 1 – 99 μm	Oui
	92	CEA 0 – 52 μm	Non		90	CEA 1 – 55 μm	Oui
SiC-01	homogène	Non	SiC-01		homogène	Non	
I-3	78	CEA 1 – 143 μm	Non	I-4	82	CEA 0 – 142 μm	Oui
	84	CEA 1 – 102 μm	Non		87	CEA 0 – 129 μm	Oui
	90	CEA 1 – 55 μm	Non		93	CEA 0 – 54 μm	Non

TABLEAU 5.4 – Récapitulatif des essais réalisés et de la rupture ou non de l'échantillon.

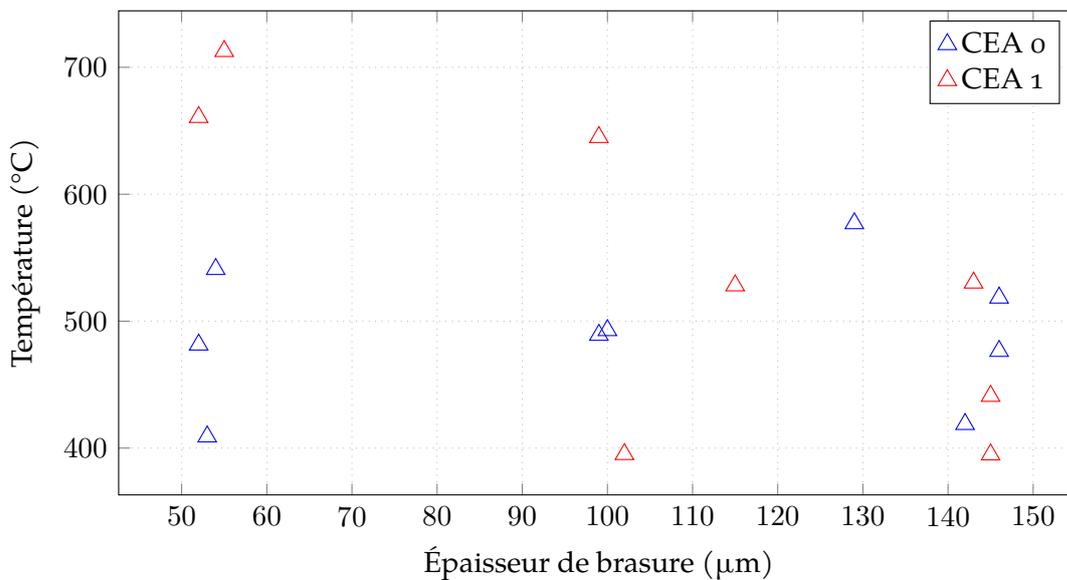


FIGURE 5.11 – Température au centre des échantillons (mesures du pyromètre) au moment de la rupture, en fonction de l'épaisseur et de la nuance de brasure.

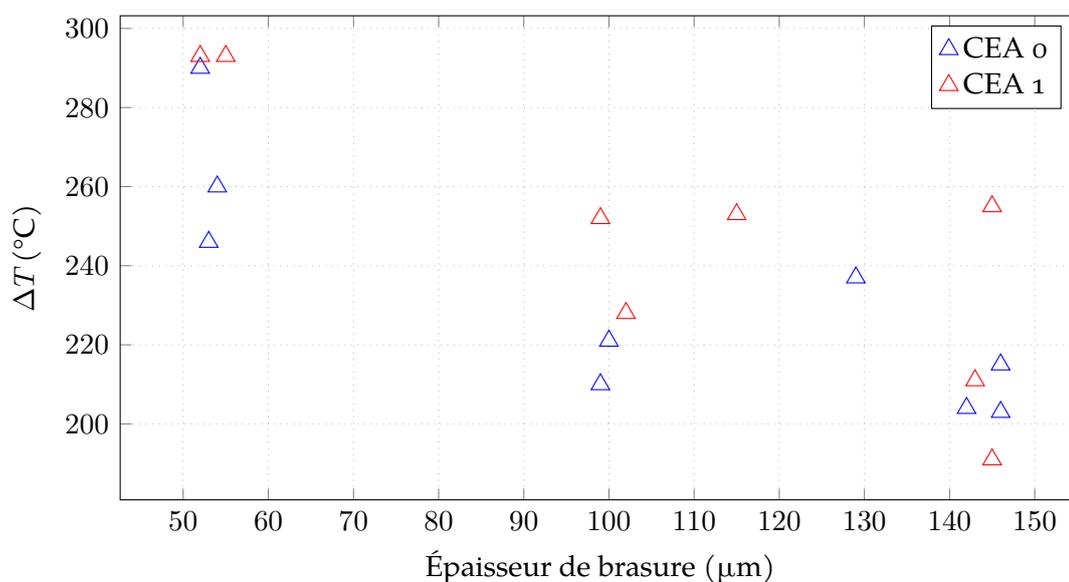


FIGURE 5.12 – Différence de température ΔT entre la température au centre de l'échantillon (mesurée à l'aide du pyromètre) et la température du bord de l'échantillon (calculée par modélisation), au moment de la rupture, en fonction de l'épaisseur et de la nuance de brasure.

Pour conclure, les échantillons semblent sensibles à la différence maximale de température que l'on peut trouver le long de la brasure. La résistance des échantillons dépend à la fois de l'épaisseur et de la nuance de la brasure. Pour une épaisseur de brasure de l'ordre de $55 \mu\text{m}$, la nuance de brasure CEA 0 a résisté à des différences de température au sein de l'échantillon de 240°C alors que la nuance CEA 1 a résisté jusqu'à plus de 280°C . Dans la section suivante nous allons analyser les données d'émission acoustique obtenues lors des essais thermomécaniques.

5.3.4 Émission acoustique

Cette partie est constituée d'un bilan général qui expose tous les essais qui ont été réalisés et de sections qui s'attardent ensuite sur une analyse plus fine des résultats d'émission acoustique.

5.3.4.1 Bilan général

Les figures 5.13 à 5.19 montrent l'évolution au cours du temps de la température mesurée par le pyromètre et les salves d'émission acoustique émises lors des essais réalisés lors des deux campagnes expérimentales. Sur toutes ces figures, la présence d'une ligne rouge verticale indique le moment de la rupture de l'échantillon, tandis que l'absence de ligne rouge verticale indique que l'échantillon n'a pas cassé durant le l'essai.

On remarque que les cycles ont été perturbés pour trois essais à cause d'aléas météorologiques (signalé par la présence d'un nuage sur les figures) :

- figure 5.13, échantillon 80 : un passage nuageux a perturbé la fin de l'expérience ;
- figure 5.17, échantillon 74 : un passage nuageux a perturbé le début de l'expérience ;

- **figure 5.17**, échantillon 80 : un léger voile nuageux est momentanément apparu pendant l'essai, cependant l'échantillon a cassé avant la perturbation.

Ces aléas ont peu affecté les essais : en effet, deux des essais (**figure 5.13**, échantillon 80 et **figure 5.17**, échantillon 74) n'ont pas conduit à la destruction des échantillons et ont quand même permis d'atteindre le régime permanent. L'échantillon 80, **figure 5.17**, a rompu avant l'aléa météorologique.

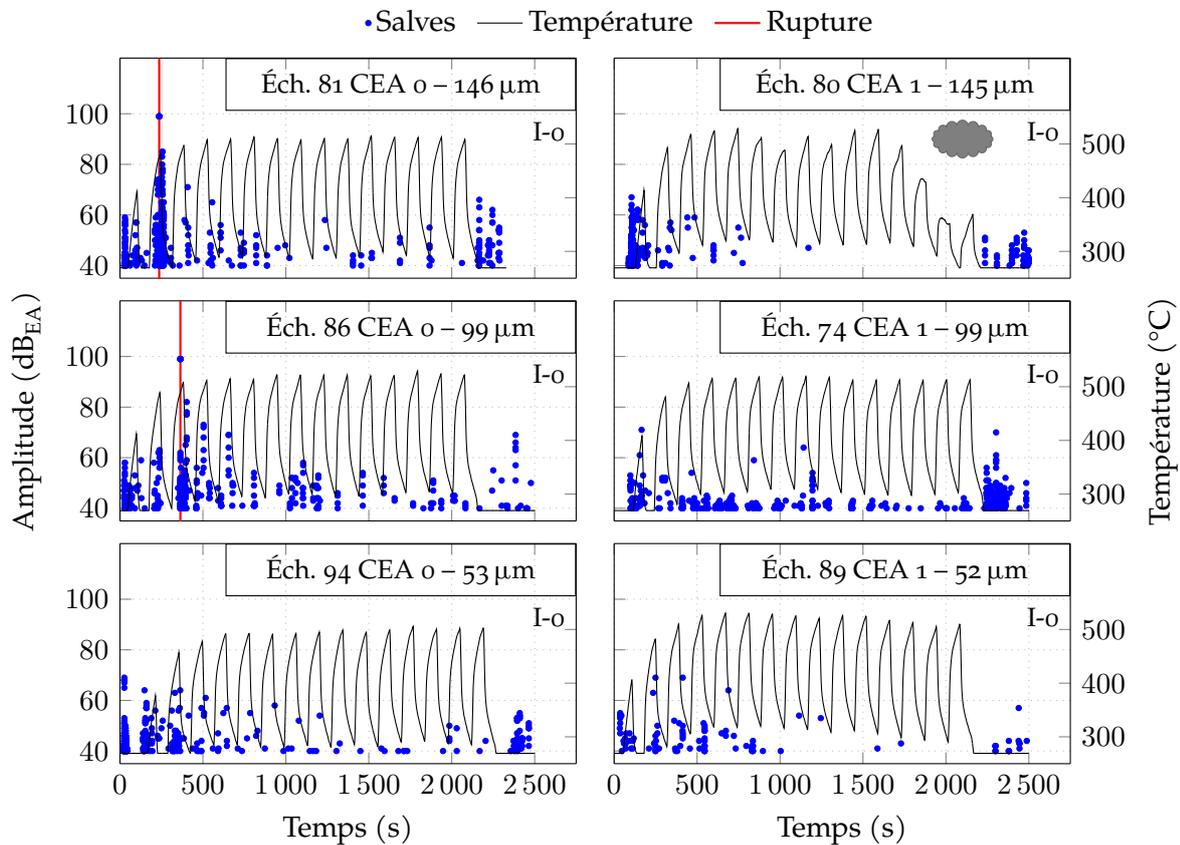


FIGURE 5.13 – Série de référence de la première campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

L'analyse du comportement de l'Inconel® n'est pas l'objet de ce travail de thèse. Un seul essai, visible sur la **figure 5.14**, a été réalisé sur un échantillon de ce matériau à titre de comparaison de la réponse d'un matériau plastique au passage du banc IMPACT vis-à-vis des essais réalisés sur les échantillons de carbure de silicium, assemblés ou non.

D'un point de vue général, on remarque que les échantillons ont rompu avant que la température atteigne le régime permanent. La série qui a permis d'atteindre la plus haute température est la II-3. Cela s'explique par la forme même de la consigne de flux : une longue rampe permet d'obtenir une montée en température plus lente au centre de l'échantillon.

5.3.4.2 Effet Kaiser

Afin d'appréhender au mieux le respect ou non de l'effet Kaiser par le matériau, l'analyse s'est portée sur des expériences qui ont conduit à la rupture de l'échantillon, mais dont l'échantillon a survécu au plus grand nombre de cycles. La **figure 5.20**

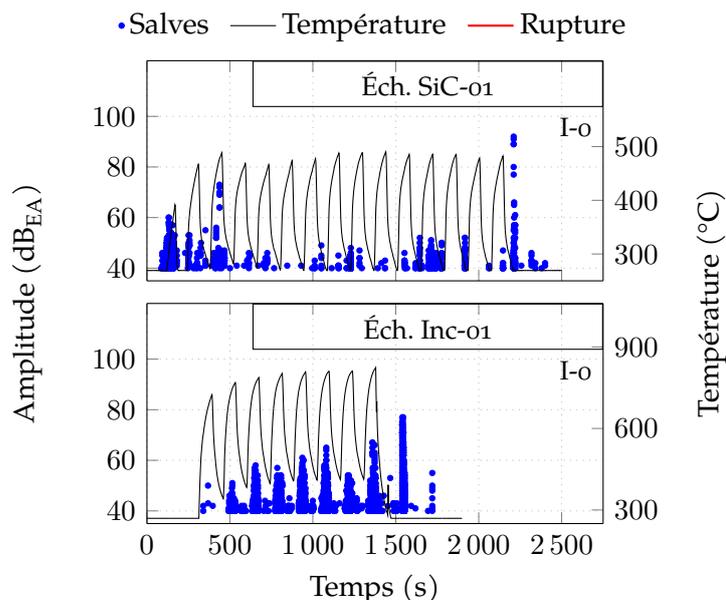


FIGURE 5.14 – Suite de la série de référence de la première campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

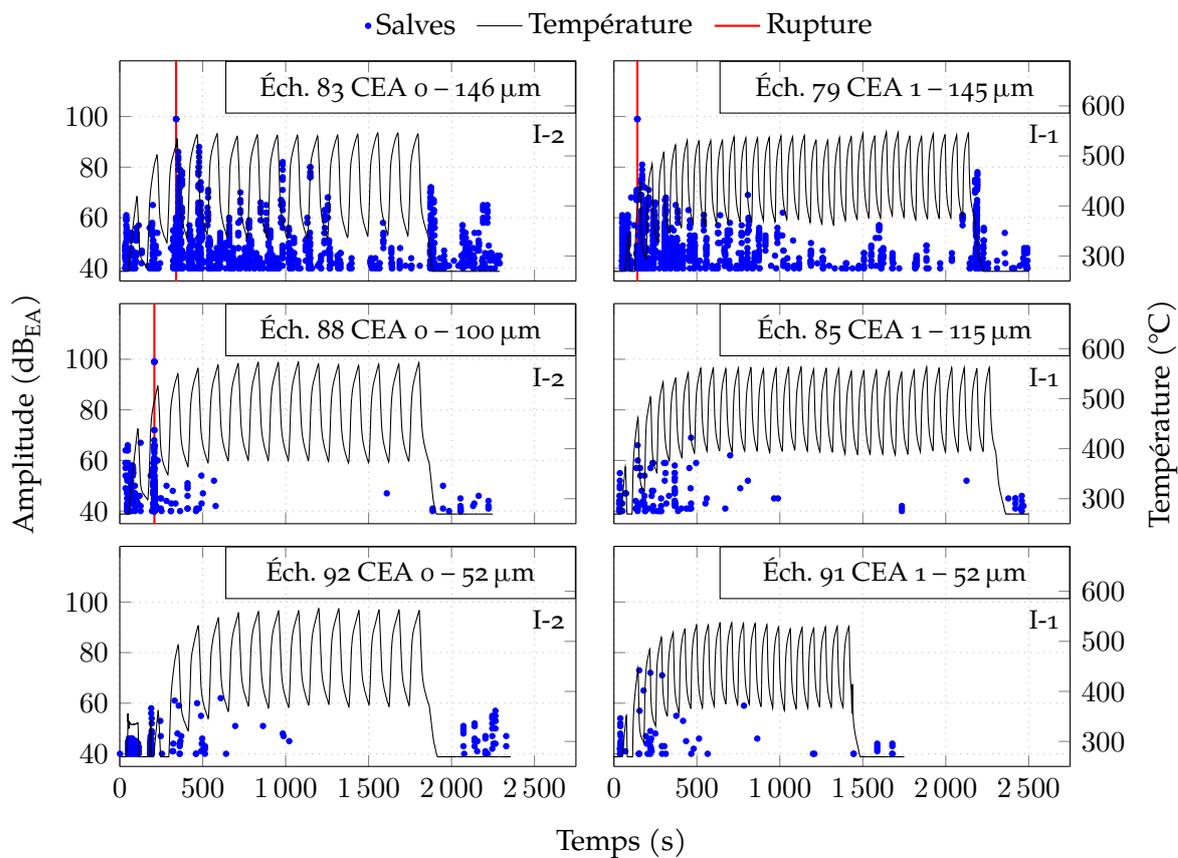


FIGURE 5.15 – Séries complémentaires I-1 et I-2 de la première campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

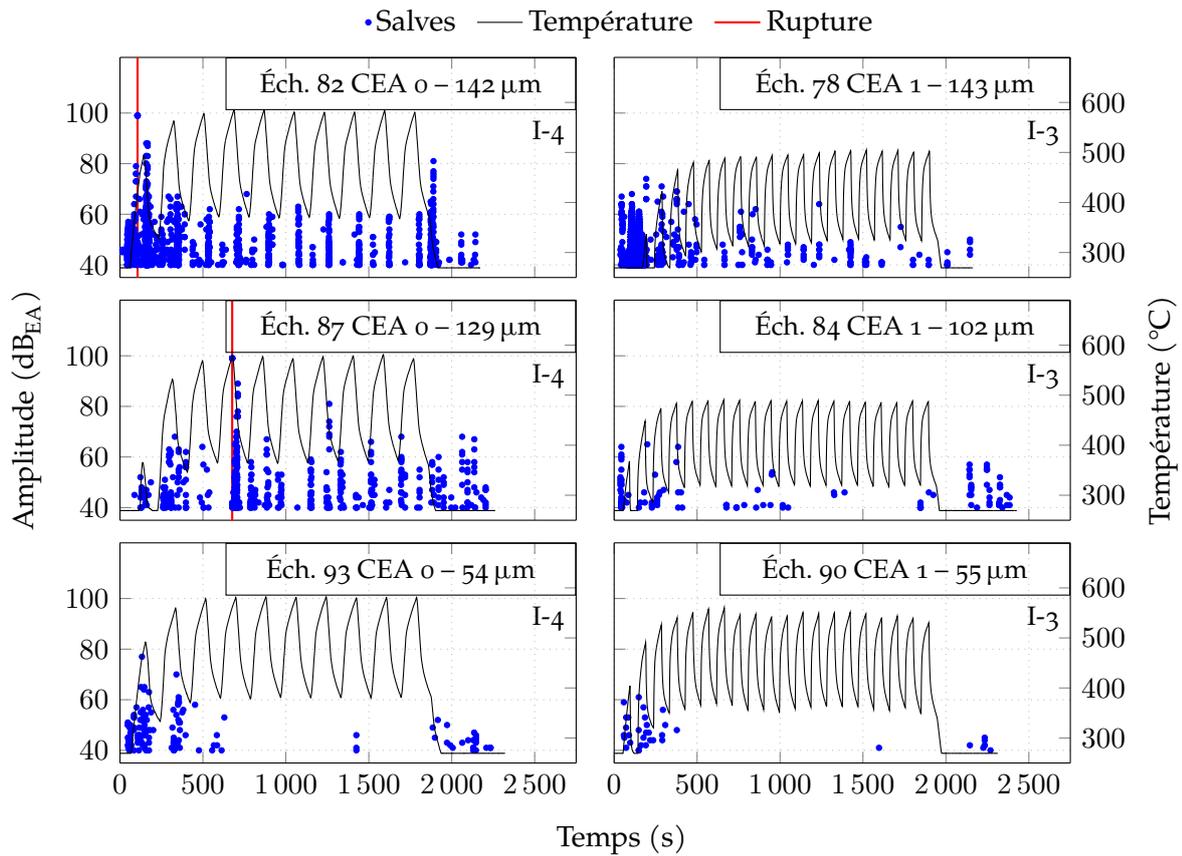


FIGURE 5.16 – Séries complémentaires I-3 et I-4 de la première campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

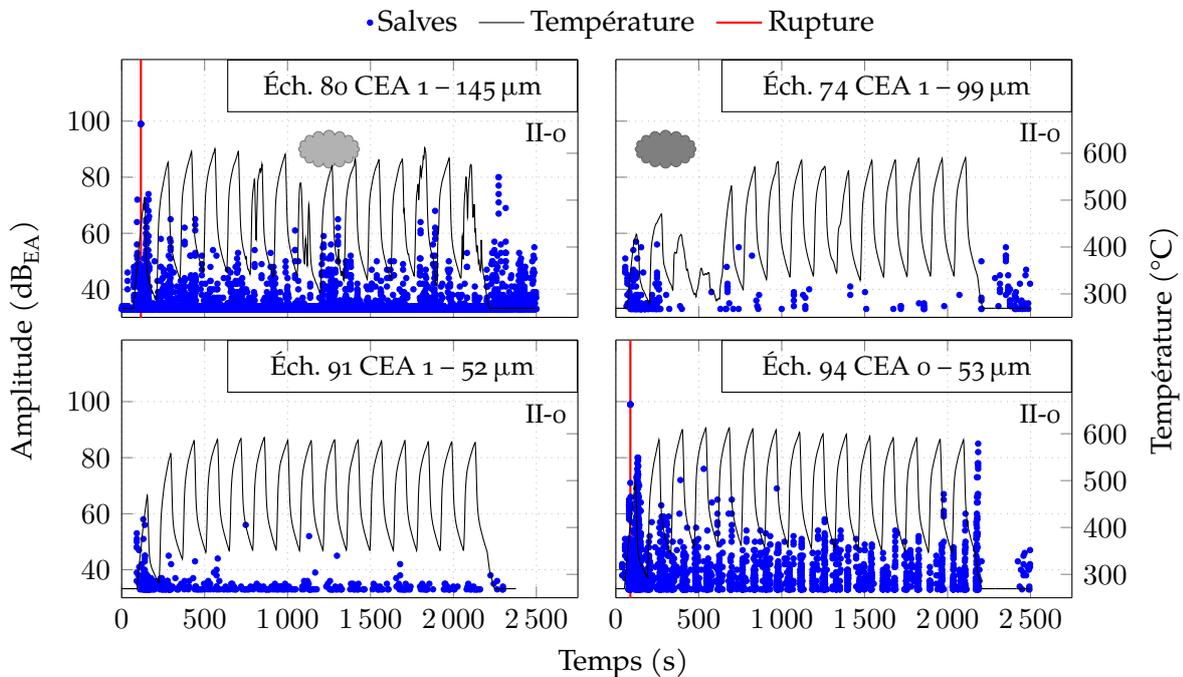


FIGURE 5.17 – Série de référence de la deuxième campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

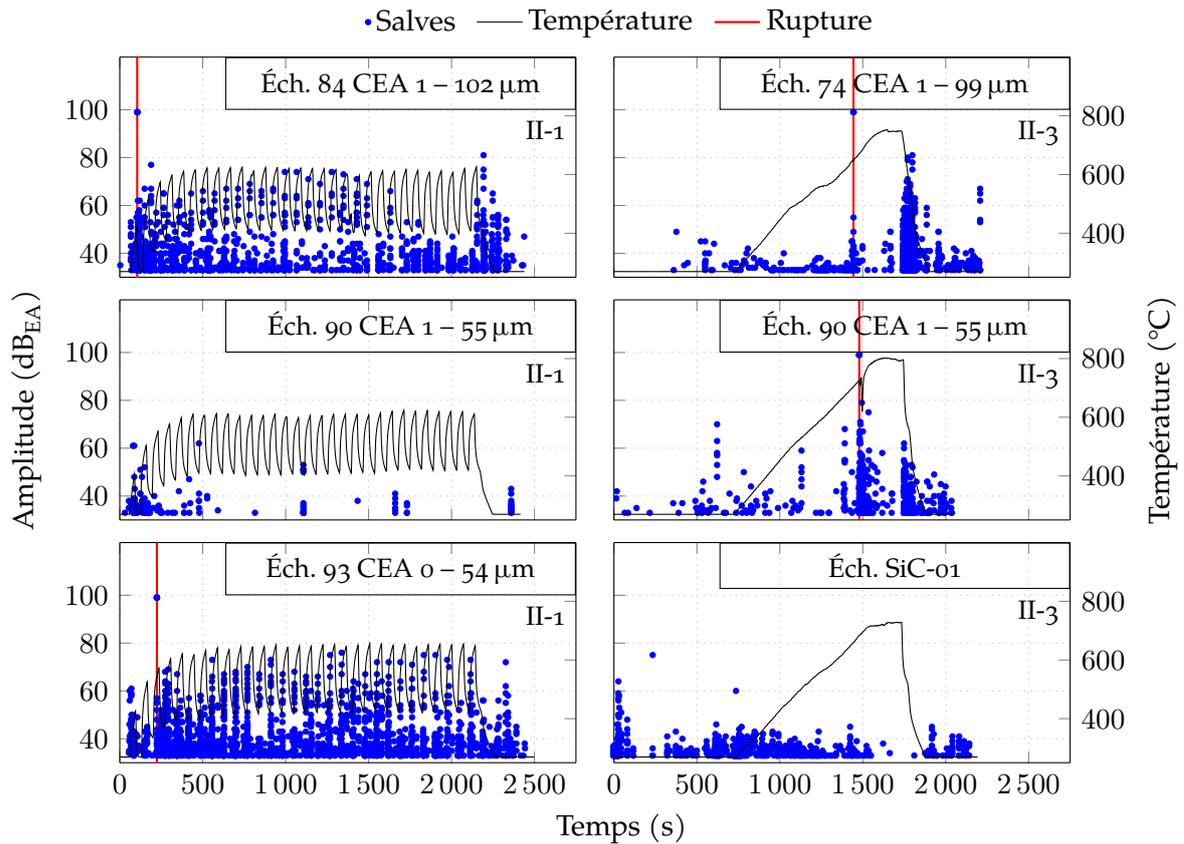


FIGURE 5.18 – Séries complémentaires II-1 et II-3 de la deuxième campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

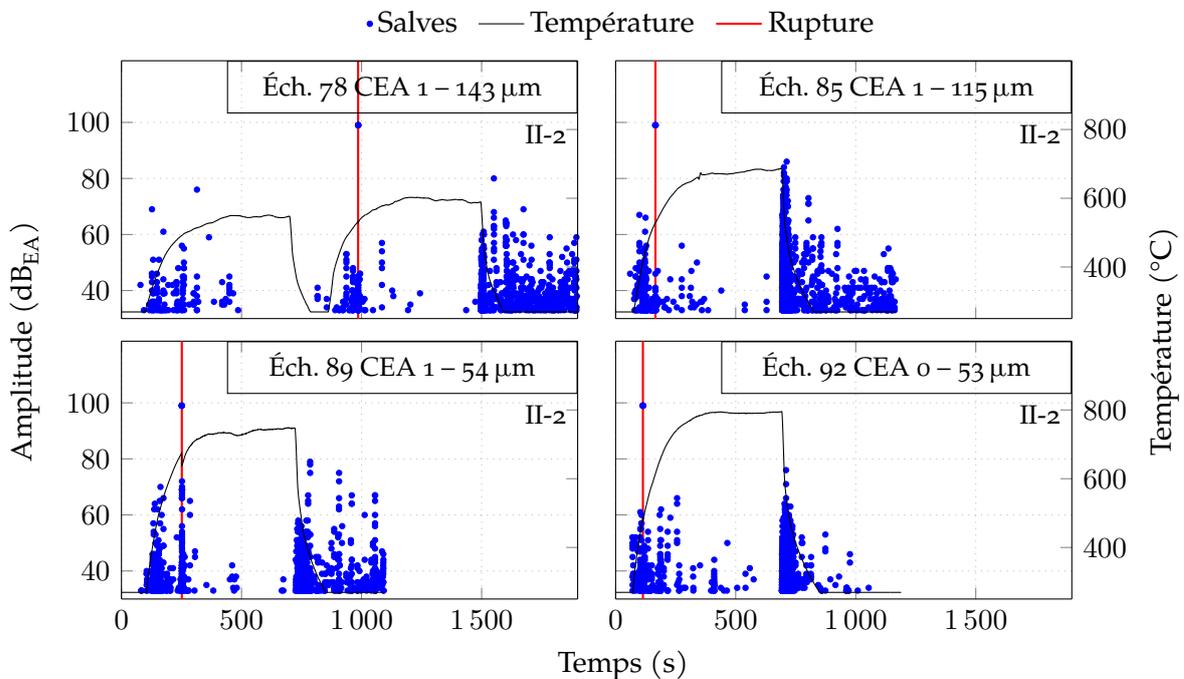


FIGURE 5.19 – Série complémentaire II-2 de la deuxième campagne : amplitude des salves et température mesurée par le pyromètre au cours de l'essai.

présente les résultats des essais sur les échantillons 86 (figure 5.13) et 87 (figure 5.16). La ligne rouge représente le moment de la rupture. Les salves enregistrées après la rupture n'étant pas représentatives des mécanismes d'endommagement provoquant la rupture, elle ne sont pas représentées ici.

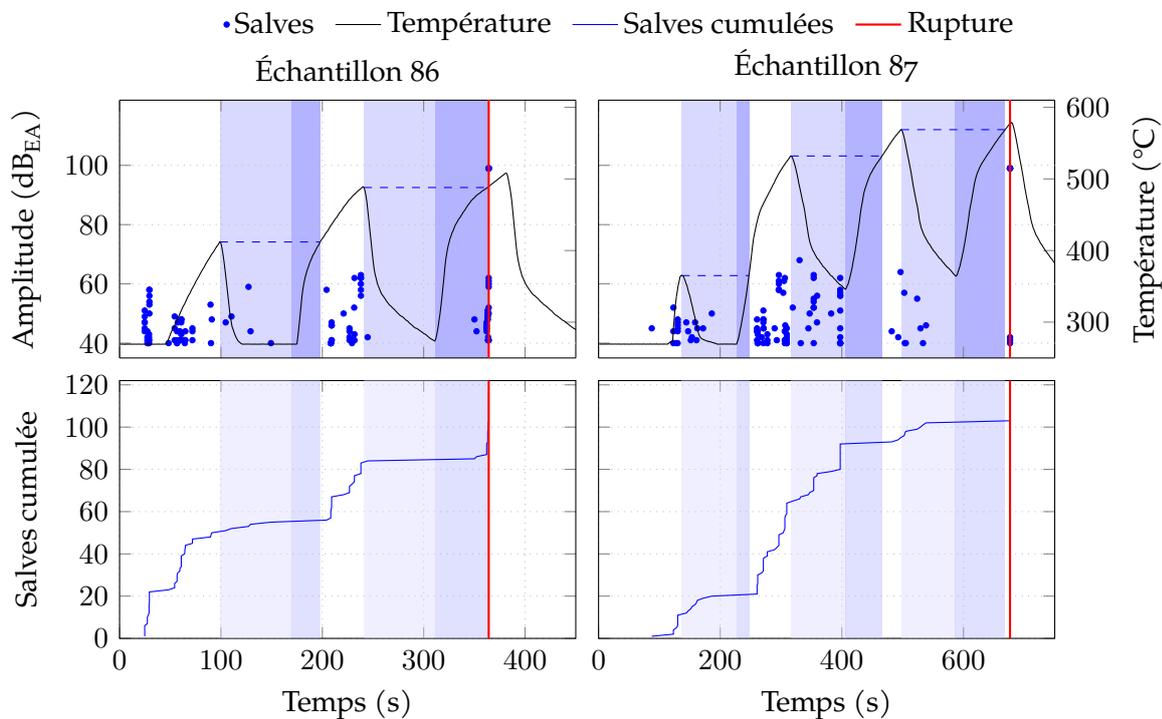


FIGURE 5.20 – Mise en évidence de l'effet Kaiser pour les échantillons 86 (CEA 0 – 99 μm) et 87 (CEA 0 – 129 μm). Les périodes bleu clair correspondent au refroidissement de l'échantillon, les périodes bleu foncé correspondent à la chauffe de l'échantillon jusqu'au seuil de température atteint lors du cycle précédent. Les lignes en pointillés reportent la température maximale d'un cycle sur le cycle suivant.

L'échantillon 86 montre une forte diminution de l'activité acoustique après chaque pic de température. La reprise d'une forte activité acoustique advient lorsque la température au centre de l'échantillon dépasse la température atteinte lors du cycle précédent.

L'échantillon 87 présente un comportement légèrement différent : on observe également une diminution de l'activité acoustique après chaque pic de température, cependant, l'activité acoustique reste non négligeable tant que la phase de refroidissement de l'échantillon n'est pas terminée (zones bleu clair) alors qu'il y a une absence totale d'activité acoustique dans les phases de chauffe (zones bleu foncé), tant que la température ne dépasse pas la température atteinte lors du cycle précédent.

L'hypothèse principale est que les variations de température au sein de l'échantillon produisent des contraintes proportionnelles aux gradients thermiques. Lors de la diminution de température de l'échantillon, due à la diminution du flux incident, le centre de l'échantillon refroidit plus vite que le bord, en raison d'une différence de température plus importante entre la surface de l'échantillon et la température de l'air environnant (voir équations (5.7) et (5.8)). Le gradient thermique au sein de l'échantillon a donc tendance à diminuer. Lors d'un refroidissement, les contraintes internes ont donc tendance à diminuer. Cela se traduit par un comportement des deux échantillons présentés dans la figure 5.20 similaire à celui d'un matériau qui respecte

l'effet Kaiser (section 2.1.6). On retrouve fréquemment ce comportement (figure 5.16 : échantillons 93, 78 et 90; figure 5.17 : échantillon 74, par exemple).

Il est difficile d'appréhender la présence de l'effet Kaiser ou non pour les expérimentations qui ont très rapidement conduit à la destruction de l'échantillon, par exemple l'échantillon 80 lors de la série II-0, visible sur la figure 5.17.

5.3.4.3 Types d'événements

Les salves des essais dont l'amplitude est de 100 dB_{EA} et la durée est la plus importante sont les salves qui ont été générées lors de la rupture des échantillons. Le signal de ces salves est complètement saturé, aussi, l'estimation de l'amplitude pour les salves de la rupture n'est pas correcte : la véritable amplitude est plus importante, mais il est impossible de quantifier dans quelle proportion. La figure 5.21 présente d'autres informations pour l'échantillon 86, choisi à titre d'exemple. On remarque qu'au moment de la rupture, il y a une grande libération d'énergie représentée par l'échelon au niveau de la courbe de l'énergie absolue cumulée. Ces caractéristiques correspondent à la signature acoustique d'une rupture.

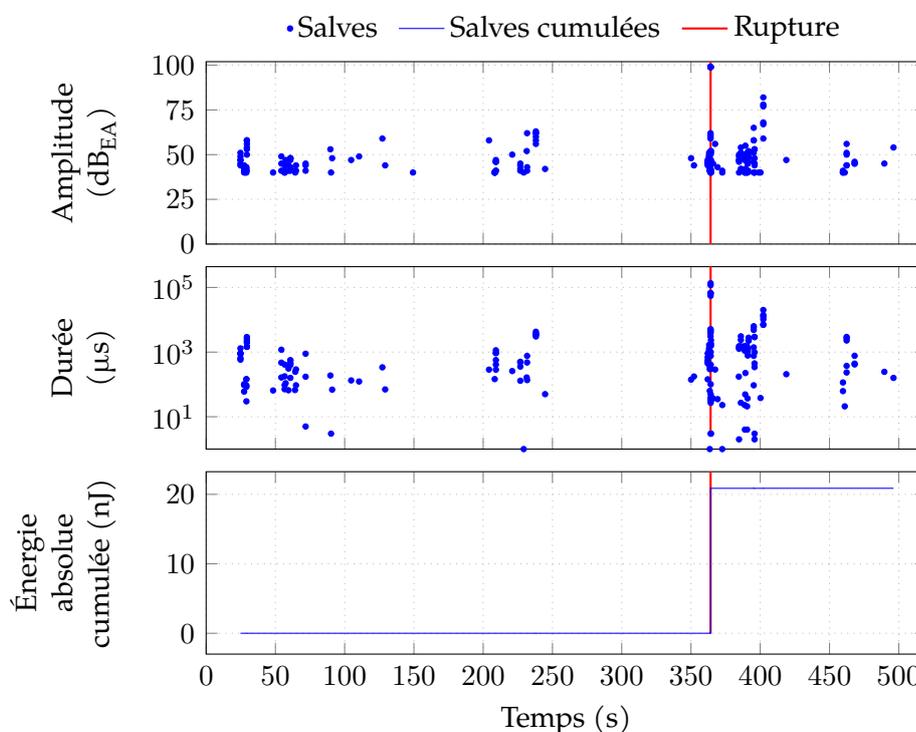


FIGURE 5.21 – Signature acoustique de la rupture d'un échantillon, exemple de l'échantillon 86 lors de la série I-0 visible figure 5.13. La ligne rouge verticale représente le moment de la rupture.

La figure 5.22 présente les graphiques amplitude-durée pour seize essais qui ont conduit à la rupture de l'échantillon. Ce type de représentation graphique permet habituellement de discriminer les populations de salves provenant de phénomènes physiques différents (voir section 3.5.6) [67]. On remarque que, dans la majorité des cas, deux populations de salves sont présentes. La nuance de la brasure ne semble pas avoir d'effet sur la quantité de salves émises ou la ventilation des salves au sein des populations : la population dont les salves ont une durée plus courte possède systématiquement moins de salves.

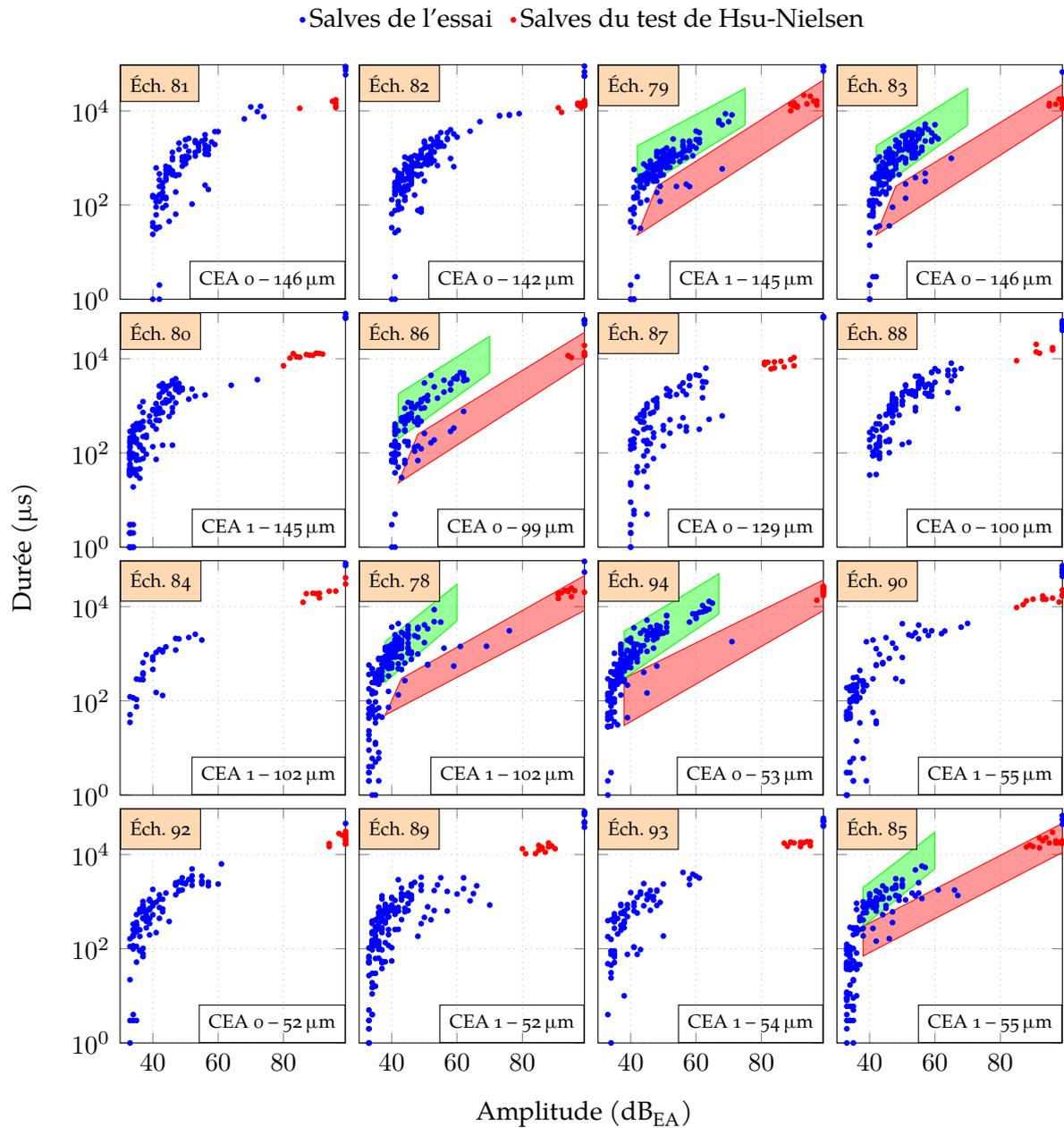


FIGURE 5.22 – Essais thermomécaniques : graphiques durée en fonction de l’amplitude. On remarque que deux populations de salves sont présentes, surlignées en vert et en rouge sur certains graphiques. La population en rouge contient les réponses aux tests de Hsu-Nielsen.

La figure 5.23 montre les représentations graphiques fréquence moyenne- RA pour les six essais présentant deux populations dans la figure 5.22 : un échantillon de chaque couple nuance/épaisseur est présenté. Les salves mises en évidence sur la figure 5.22 ont été surlignées de la même couleur sur la figure 5.23. Les représentations graphiques amplitude-durée et RA -fréquence moyenne permettent tous les deux de discriminer les mêmes populations de salves. On remarque cependant que la discrimination des populations est plus évidente sur les graphiques fréquence moyenne- RA . De la même manière que dans la figure 3.15 (section 3.5.6), les salves générées par les tests de Hsu-Nielsen sont situées dans la population rouge : cette dernière correspond donc à des événements similaires à ceux générés par un test de Hsu-Nielsen. La population verte contient des salves dont la durée est plus longue et le RA plus important que les salves de la population rouge.

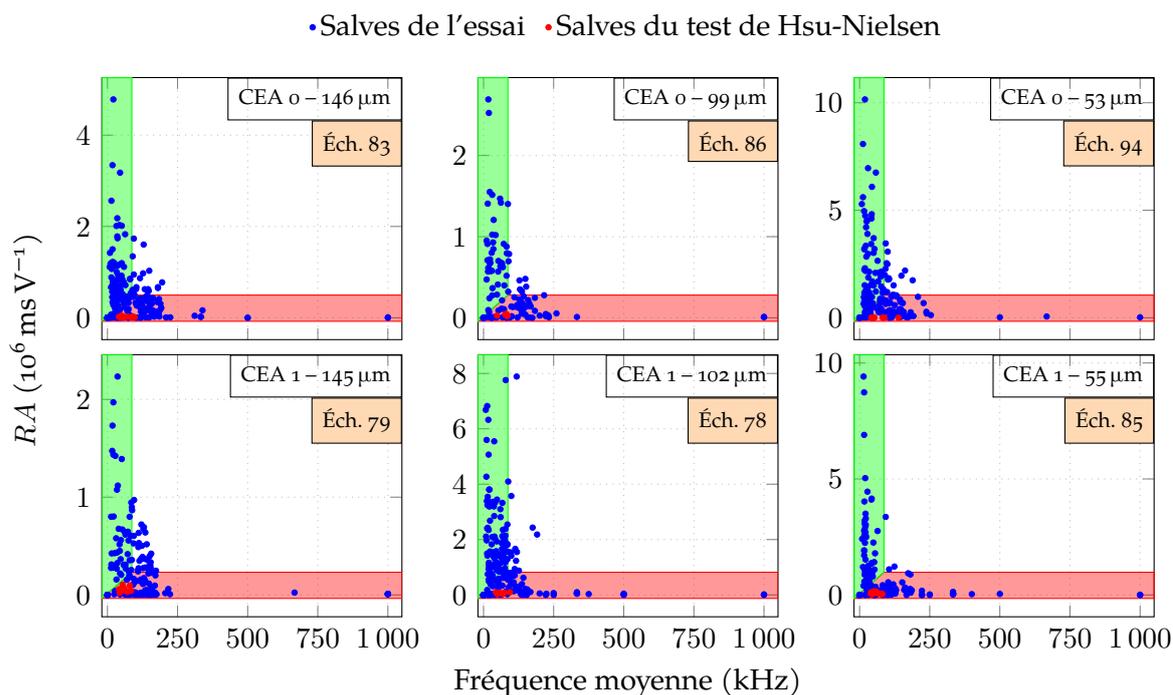


FIGURE 5.23 – Essais thermomécaniques : graphiques RA en fonction de la fréquence moyenne. On remarque que deux populations de salves sont présentes, surlignées en vert et en rouge. La population en rouge contient les réponses aux tests de Hsu-Nielsen. Les populations ont été mises en évidence avec la même couleur que dans la figure 5.22.

Ces deux populations possèdent des caractéristiques particulières :

- une population, que l'on nommera *population A*, correspond à des événements relativement brefs, avec un RA faible et une fréquence moyenne élevée ; ils sont similaires à des cassés de mine ;
- une deuxième population, appelée *population B*, correspond à des événements de plus longue durée avec un RA élevé et une fréquence moyenne plus faible.

Cela montre qu'il existe au moins deux phénomènes physiques à l'origine de l'endommagement du matériau. De la même manière que dans la section 3.7.2, les salves de la population *A* sont susceptibles de correspondre à des micro-fissurations en mode I (ouverture), alors que les salves de la population *B* correspondraient plutôt à des micro-fissurations en mode II (cisaillement) [74, 75, 76]. L'hypothèse est en effet que la

fissuration par cisaillement devrait provoquer une réponse plus complexe en induisant une friction locale entre les fronts de fissure (population *B*). La fissuration par traction pure devrait provoquer une réponse plus simple et un *RA* plus faible (population *A*). On remarque sur la [figure 5.22](#) que la population *B* contient beaucoup plus de salves que la population *A*. Lors des essais de flexion quatre points, la population *B*, quand elle existait, contenait peu de salves. Cela peut s'expliquer par le principe même de la flexion quatre points : la partie centrale de l'échantillon se retrouve en flexion pure et les efforts tranchants sont nuls. Lors des essais thermomécaniques, les différentiels de coefficient de dilatation entre différents éléments constitutifs de la brasure ([tableau 1.3](#)) induisent des contraintes complexes. On retrouve donc un mécanisme de rupture plus complexe avec davantage de micro-fissuration en mode II et de friction au sein des micro-fissures.

5.3.4.4 Comportement avant rupture

La [figure 5.20](#) présentait l'activité acoustique de deux échantillons avant rupture. On pouvait y remarquer une diminution de l'activité acoustique avant la rupture, mais cette diminution pouvait être liée à l'effet Kaiser. Aussi, nous nous intéressons ici aux essais des séries II-2 et II-3 ([figure 5.4](#)) qui permettent de ne pas avoir d'effet Kaiser : il n'y a pas de cycle en température, mais un plateau (série II-2) ou une longue rampe (série II-3). La [figure 5.24](#) présente les salves cumulées en fonction du temps, avant la rupture des échantillons. On remarque un petit plateau ou une diminution de l'activité acoustique avant la rupture.

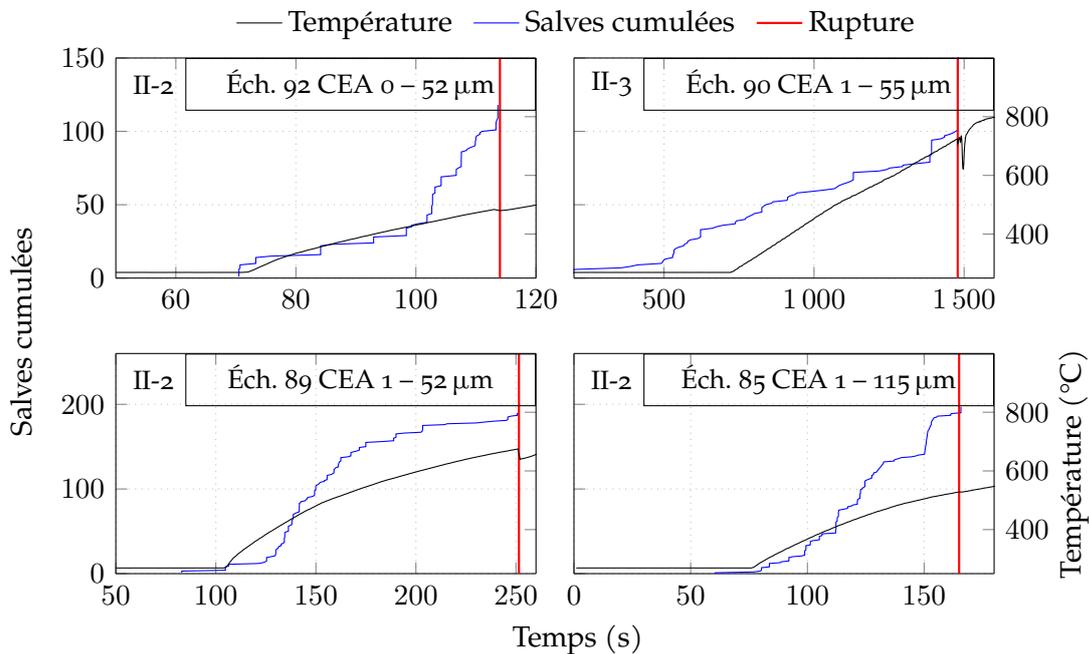


FIGURE 5.24 – Salves cumulées au cours du temps, la ligne rouge représente le moment de la rupture. On remarque une diminution de l'activité acoustique avant la rupture.

Ce phénomène est connu pour les essais de résistance à la fatigue des matériaux pour des matériaux ductiles [59, 60] ou dans les composites à matrice céramique [83, 84]. Si une diminution de l'activité acoustique n'est pas flagrante sur tous les échantillons, on remarque sur la [figure 5.25](#) que l'énergie absolue cumulée, par contre, a tendance à davantage marquer ce phénomène de plateau avant la rupture.

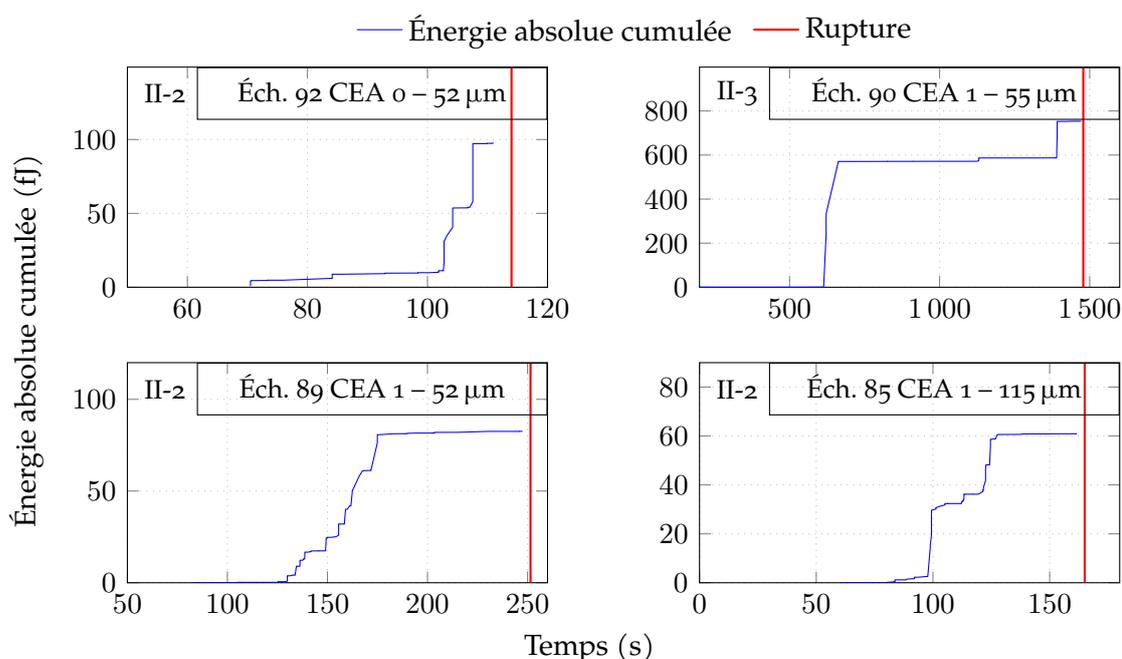


FIGURE 5.25 – Énergie absolue cumulée au cours du temps, la ligne rouge représente le moment de la rupture. On remarque une diminution de l'activité acoustique avant la rupture.

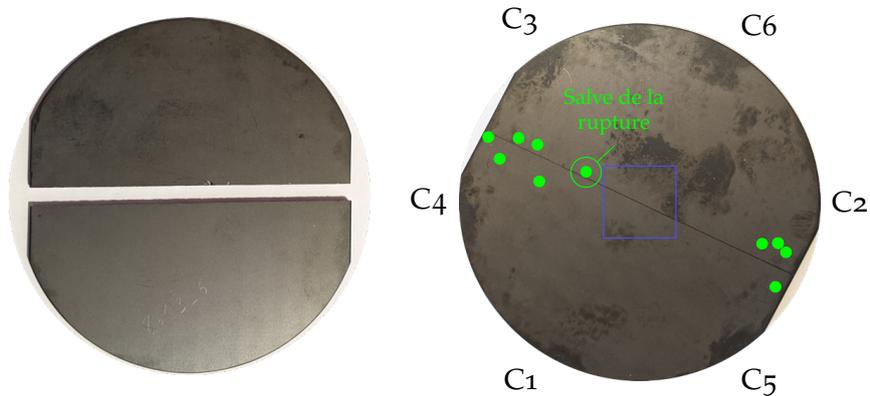
Une hypothèse plausible qui expliquerait ce phénomène serait que la concentration des contraintes due à l'apparition de microfissures au sein du matériau bloquerait la création de nouvelles microfissures. Ce phénomène bloquerait la libération progressive d'énergie mécanique au sein du matériau, qui la stockerait sous forme d'énergie élastique. La contrainte dans le matériau continuerait donc à augmenter, avec une apparition de plus en plus lente des défauts, jusqu'à ce que la contrainte locale dépasse la contrainte à la rupture du matériau, conduisant à sa rupture.

5.3.5 Localisation des événements acoustiques et observations

La majorité des échantillons qui ont cassé se sont simplement séparés au niveau de la brasure, comme par exemple dans la [figure 5.26a](#). Ces échantillons présentent peu d'événements acoustiques au centre et davantage proche des bords (voir [figure 5.26b](#)), cependant, tous les événements localisés sont situés proche de la brasure. On appellera cela la rupture de *type I*.

L'échantillon 83 ([figure 5.27](#)) a rompu dans la brasure mais la fissure a été déviée dans le carbure de silicium. Cependant, cet échantillon s'est séparé en deux morceaux seulement. Les salves sont localisées, pour cet échantillon, sous le kaléidoscope. On appellera cela la rupture de *type II*.

L'autre partie des échantillons qui ont cassé (échantillons 88, 89, 90, 92, 93) se sont brisés en plusieurs morceaux : deux exemples sont visibles sur la [figure 5.28](#). Les événements correspondant à la rupture sont cependant localisés au niveau de la brasure, sauf pour l'échantillon 88. En effet, sur ce dernier, la rupture a été localisée au niveau de la fissure dans le carbure de silicium et non dans la brasure. On remarque que, avant la rupture, des événements acoustiques ont été localisés au niveau des fissures. Les autres échantillons qui se sont brisés possèdent une fissure sur toute la



(a) Échantillon 79, mise en évidence de la fissure.

(b) Localisation des événements acoustiques l'échantillon 79, le carré au centre représente le bord du kaléidoscope.

FIGURE 5.26 – Mise en évidence de la fissure et localisation des événements acoustiques pour l'échantillon 79.

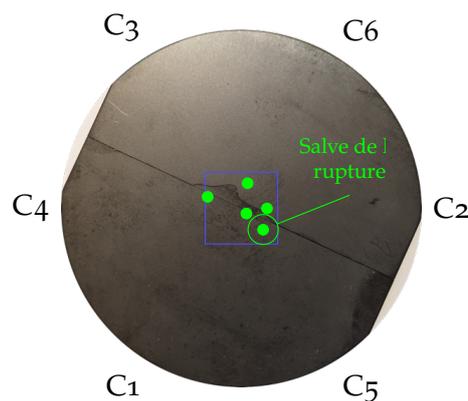


FIGURE 5.27 – Localisation des événements acoustiques l'échantillon 83, le carré au centre représente le bord du kaléidoscope.

longueur de la brasure. On appellera cela la rupture de *type III*. Ce type de rupture a été observé sur des échantillons dont l'épaisseur de brasure est inférieure à $55\ \mu\text{m}$ (sauf pour l'échantillon 88). Il a été montré lors des analyses précédentes que les brasures les plus fines conduisent aux assemblages les plus résistants. Il faut donc plus d'énergie pour rompre un échantillon dont la brasure est fine. La durée de la rupture correspond à la durée mise par la fissure pour se propager et traverser l'échantillon. Quel que soit le type d'échantillon en présence, cette durée dépend donc principalement de la taille de l'échantillon. L'énergie de la rupture est donc libérée de manière plus brutale pour les échantillons dont la brasure est fine (davantage d'énergie pour une durée équivalente), ce qui aurait tendance à davantage briser les échantillons.

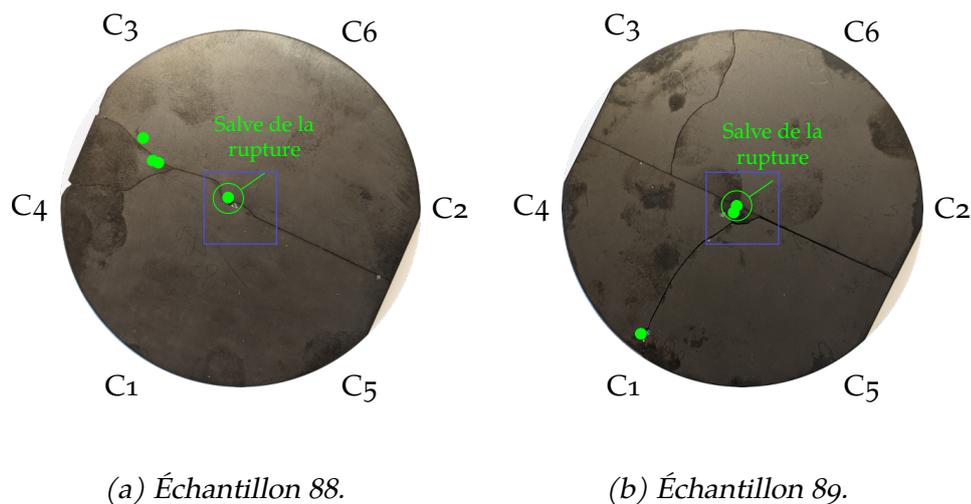
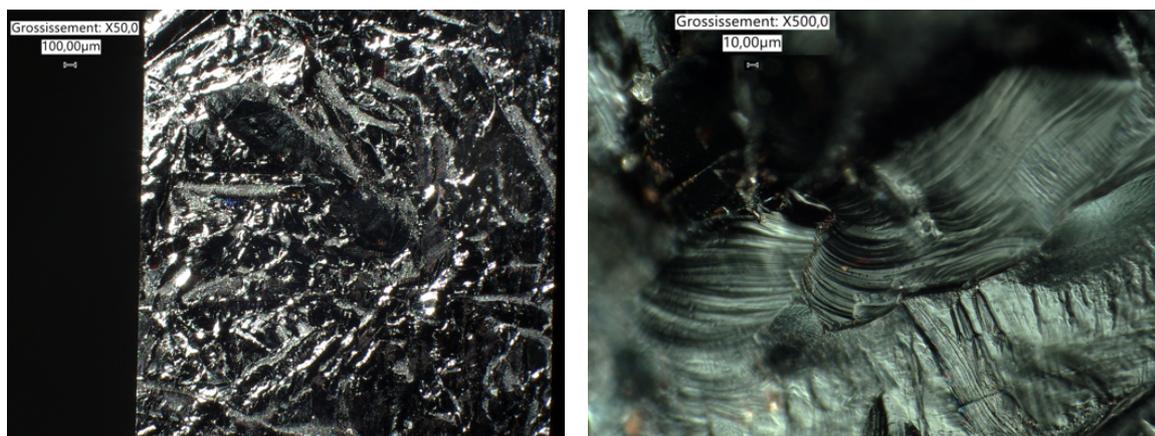


FIGURE 5.28 – Localisation des événements acoustiques pour deux échantillons qui ont cassé en plusieurs morceaux, le carré au centre représente le bord du kaléidoscope.

On remarque sur les figures 5.26b, 5.27 et 5.28 que la rupture est systématiquement localisée à proximité de la zone où le gradient thermique est maximal, c'est à dire proche du bord du kaléidoscope (voir les résultats de modélisation section 5.2.3). En effet, un gradient thermique élevé va induire d'importants différentiels de dilatation des matériaux constitutifs de la brasure. De plus, la rupture est toujours détectée à proximité de la brasure. On peut donc en conclure que les zones les plus favorables pour l'amorce de la rupture sont à proximité de l'intersection de la brasure et du bord du kaléidoscope.

Après observation au microscope optique, on constate que le faciès de rupture sur les échantillons des essais thermomécaniques est similaire à celui qui avait été observé lors des essais de flexion quatre points (voir figure 3.21). Un exemple est donné sur la figure 5.29 : on retrouve une surface très brillante et de la striation (comparer par exemple à figure 3.21 pour la flexion quatre points). Cela montre que les mécanismes de rupture dues aux contraintes d'origine thermomécanique sont similaires à ceux des ruptures provoquées en flexion quatre points.

On remarque sur la figure 5.29 que le faciès de rupture est brillant, dû à la présence de brasure. L'interface entre la brasure et le carbure de silicium n'est jamais observable, la rupture dans la brasure est donc systématiquement cohésive. Les salves correspondant à la rupture sont localisées à proximité du bord du kaléidoscope, mais jamais au niveau du bord du kaléidoscope. La rupture ne semble donc pas être localisée dans les zones où le gradient thermique est maximal, mais plutôt à leurs alentours (voir les



(a) Faciès de rupture dans la brasure.

(b) Striation dans la brasure.

FIGURE 5.29 – Échantillon 87 : front de fissure observé au microscope optique. Le faciès de rupture est le même que pour les essais de flexion quatre points.

résultats de modélisation, [figure 5.6](#)).

Pour récapituler, il a été observé trois types de rupture :

- la rupture de *type I* : les échantillons se sont simplement rompu en deux dans la brasure,
- la rupture de *type II* : les échantillons se sont rompu en deux dans la brasure mais la fissure a été déviée dans le carbure de silicium,
- la rupture de *type III* : les échantillons se sont rompu en plus de deux morceaux, la fissure a été déviée de la brasure.

Le [tableau 5.5](#) concatène les résultats des observations des échantillons qui ont cassé lors des essais. La brasure CEA 0 semble dévier davantage la fissure de la brasure : quatre échantillons brasés CEA 0 ont fissuré dans le carbure de silicium (grisés dans le tableau) dont trois qui se sont brisés en plus de deux morceaux. Pour la brasure CEA 1, ce phénomène s'est produit uniquement pour les épaisseurs de brasure les plus faibles, sur deux échantillons. Cela pourrait s'expliquer par le différentiel de coefficient de dilatation thermique des éléments constitutifs de la brasure, qui est plus important pour la brasure CEA 0 que pour la brasure CEA 1. Cela générerait donc des contraintes plus importantes au sein des échantillons brasés CEA 0, qui auraient tendance à se fissurer davantage aux joints des grains de la brasure (pour rappel, la brasure est composée d'une phase eutectique – disiliciure – dans une matrice de silicium) : la phase eutectique aurait tendance à davantage dévier la fissure.

5.4 Bilan du comportement thermomécanique

Cette partie fait le bilan des observations réalisées lors des essais thermomécaniques et fait le lien avec les résultats des essais de flexion quatre points.

5.4.1 Type de rupture

La rupture dans la brasure est systématiquement cohésive (voir les [sections 3.6](#) et [5.3.5](#)) pour les essais de flexion quatre points et les essais thermomécaniques réalisés à l'aide du banc IMPACT. Les essais thermomécaniques ont cependant conduit à

Échantillon	Type de rupture	Nombre de salves localisées avant rupture
81 CEA 0 – 146 μm	I	4
82 CEA 0 – 142 μm	I	2
83 CEA 0 – 146 μm	II	4
86 CEA 0 – 99 μm	I	6
87 CEA 0 – 129 μm	I	0
88 CEA 0 – 100 μm	III	3
92 CEA 0 – 52 μm	III	2
93 CEA 0 – 54 μm	III	1
94 CEA 0 – 53 μm	I	9
78 CEA 1 – 143 μm	I	3
79 CEA 1 – 145 μm	I	10
80 CEA 1 – 145 μm	I	11
74 CEA 1 – 99 μm	I	0
84 CEA 1 – 102 μm	I	1
85 CEA 1 – 115 μm	I	3
89 CEA 1 – 52 μm	III	2
90 CEA 1 – 55 μm	III	1

TABLEAU 5.5 – Récapitulatif des observations des échantillons cassés lors des essais thermomécaniques. En gris les échantillons dont la rupture n'est pas de type I.

l'éclatement de certains échantillons. Les échantillons brasés CEA 0 ont eu davantage tendance à se fissurer dans le carbure de silicium que les échantillons brasés CEA 1.

Les observations microscopiques réalisées montrent que les profils de rupture obtenus lors des essais thermomécaniques sont très proches de ceux obtenus lors des essais de flexion quatre points. On retrouve effectivement des faciès de rupture en clivage au sein de la brasure.

Le faciès de rupture due à des contraintes d'origine thermique montre donc les mêmes caractéristiques que ceux obtenus lors d'essais purement mécaniques. On peut donc faire comme autre hypothèse qu'il n'existe pas d'effet directement lié à la température du matériau dans le processus de rupture autre que celui de la dilatation thermique : la dégradation des échantillons serait uniquement due aux déformations induites par le gradient de température qui existe, lors des essais thermomécaniques, entre le centre et le bord extérieur de l'échantillon.

L'observation des faciès de rupture des essais thermomécaniques au microscope électronique à balayage aurait permis de mieux caractériser les faciès de rupture, notamment de confirmer l'hypothèse selon laquelle le différentiel de coefficient de dilatation thermiques des éléments constitutifs de la brasure serait à l'origine d'une partie, au moins de l'endommagement des échantillons. Ces observations n'ont toutefois pas pu être réalisées faute d'accès à un microscope électronique à balayage pouvant accepter des échantillons de 10 cm de diamètre.

5.4.2 Mécanismes mis en jeu

L'analyse de l'émission acoustique montre qu'au moins deux phénomènes relativement distincts sont à l'origine de l'endommagement des échantillons. En effet, on retrouve, à l'instar des essais de flexion quatre points, deux populations de salves différentes sur pratiquement tous les essais (voir [section 5.3.4.3](#)). Une population, que l'on a nommée *population A*, correspond à des événements relativement brefs, avec un *RA* faible et une fréquence moyenne élevée. La deuxième population, *population B*, correspond à des événements de plus longue durée avec un *RA* élevé et une fréquence moyenne plus faible. Les salves de la population *A* correspondent à des micro-fissurations en mode I (ouverture), alors que les salves de la population *B* correspondent plutôt à des micro-fissurations en mode II (cisaillement). Notre hypothèse est basée sur le fait que la fissuration par cisaillement devrait provoquer une réponse plus complexe en induisant une friction locale entre les fronts de fissure (population *B*). La fissuration par traction pure devrait provoquer une réponse plus simple et un *RA* plus faible (population *A*). Lors des essais thermomécaniques, les différentiels de coefficient de dilatation entre différents les éléments constitutifs de la brasure (voir [section 1.4.2](#)) induisent des contraintes complexes dues à la répartition relativement aléatoire de la phase eutectique dans la matrice de silicium. On retrouve donc un mécanisme de rupture plus complexe avec davantage de micro-fissuration en mode II et de friction au sein des micro-fissures.

La [figure 5.30](#) représente la répartition des salves au sein des deux populations identifiées pour les essais thermomécaniques et de flexion quatre points. On remarque que un peu plus de 30 % des salves ne sont pas classées dans une population précise : ces salves sont celles dont l'amplitude et la durée sont faible, afin d'éviter une sur-représentation d'une population il a été choisi de les conserver indéterminées. Les essais de flexion quatre points conduisent à une répartition relativement homogène entre les salves de la population rouge (36 %) et celles de la population verte (32 %), contrairement aux essais thermomécaniques qui conduisent à une forte représentation de la population verte (63 % des salves). L'observation de l'état des contraintes planes à l'aide du cercle de Mohr montre que la contrainte totale est maximale pour quand les contraintes de cisaillement équilibrent les contraintes de traction/compression [85] ce qui explique cette répartition homogène des populations de salves pour les essais de flexion quatre points, de plus, ces observations confirment que les essais thermomécaniques conduisent à des contraintes plus complexes avec davantage d'endommagement en cisaillement.

5.4.3 Condition de rupture

D'un point de vue purement mécanique, il a été montré dans la [section 3.7](#) que la contrainte à la rupture dépend principalement de l'épaisseur de la brasure : plus la brasure est fine, plus la contrainte à la rupture est élevée. Par ailleurs, de la même manière que pour la contrainte à la rupture, les brasures les plus fines conduisent à des déformations à la rupture plus importantes (la déformation maximale atteinte au moment de la rupture est de l'ordre de 0,03 %).

D'un point de vue thermique, la température au centre des échantillons au moment de la rupture dépend principalement de la nuance de brasure (voir [section 5.3.3](#)). En effet, pour la brasure CEA 0 l'épaisseur de brasure n'a pas de grande influence sur la température à la rupture. Cependant, pour la brasure CEA 1, les températures atteintes

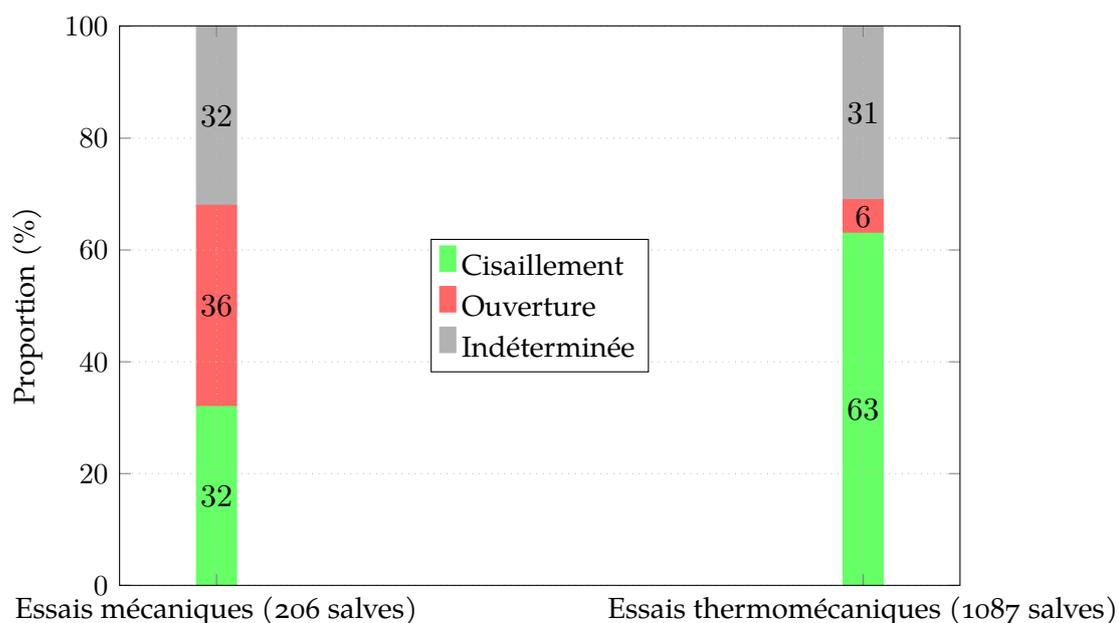


FIGURE 5.30 – Distribution des salves avant rupture pour les essais de flexion quatre points et les essais thermomécaniques.

sont plus importantes pour les faibles épaisseurs de brasure, avec une température à la rupture de l'ordre de 700 °C pour une épaisseur de brasure de 50 µm, tandis que pour une épaisseur de 145 µm elle est de l'ordre de 500 °C. Cependant, la différence de température maximale au sein des échantillons au moment de la rupture joue un rôle plus significatif que la température au centre de l'échantillon. On retrouve par ailleurs le comportement obtenu lors des essais mécaniques : la brasure CEA 1 résiste à de plus fortes différences de température maximale que la brasure CEA 0 et les brasures les plus fines sont les plus résistantes.

Plus un matériau fragile est de grande dimension, plus il y a de chance de trouver un défaut critique au sein de ce matériau qui conduirait à favoriser la rupture par concentration des contraintes locales. La brasure étant un matériau fragile, ce phénomène pourrait expliquer pourquoi les brasures les plus fines sont les plus résistantes. La détermination du module de Weibull des différentes nuances de brasure pourrait permettre de confirmer cette hypothèse. Cependant, un grand nombre d'essais mécaniques aurait été nécessaire pour déterminer le module de Weibull de chaque nuance de brasure (au moins dix essais de chaque couple nuance/épaisseur de brasure).

L'événement acoustique correspondant à la rupture est systématiquement situé à proximité de la zone où le gradient thermique est maximal (voir [section 5.3.5](#)). Un gradient thermique élevé va conduire à des différentiels de dilatation au sein du matériau important. Cette observation corrobore donc l'hypothèse des différentiels de coefficient de dilatation thermique des différentes brasures (voir [section 5.3.3](#)).

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons vu que d'un point de vue thermomécanique, dans un assemblage de type SiC/BraSiC®/SiC, le point faible est la brasure, et non l'interface BraSiC®/SiC. La rupture est systématiquement cohésive, avec parfois des déviations de

la fissure dans le carbure de silicium.

Une modélisation du champ de température a été réalisée. Les isothermes forment des cercles concentriques, nonobstant la forme carrée de la zone chauffée. Par ailleurs, le gradient thermique est maximal au niveau des limites du kaléidoscope. Enfin, le modèle numérique nous a permis d'estimer la température au bord de l'échantillon : il en ressort que la résistance des échantillons semble liée à la différence de température maximale rencontrée au sein de l'échantillon.

Le mécanisme de rupture de tels assemblages, vis-à-vis des contraintes d'origine thermique, est lié à au moins deux phénomènes : la fissuration en ouverture et la fissuration en cisaillement. La complexité des contraintes d'origine thermique générées lors des essais thermomécaniques conduisent à davantage de fissuration en cisaillement que de fissuration en ouverture.

Il a été remarqué que l'activité acoustique, vis-à-vis de l'énergie absolue cumulée, diminuait avant la rupture. Ce résultat serait à confirmer en réalisant un plus grand nombre d'essais de type rampe, comme la série II-3, ou encore des essais cycliques beaucoup plus longs : une série de même type que la série I-3 avec 100 à 200 répétitions du cycle au lieu de 20. Si la rupture intervient lors de ces essais, il sera possible de caractériser plus finement le comportement avant rupture. Si les échantillons ne se rompent pas, il faudra augmenter petit à petit la valeur de la consigne de flux maximal P_{ph} ; l'idéal étant que la rupture de l'échantillon survienne vers la fin de la série afin d'obtenir un maximum de salves d'émission acoustique avant la rupture.

Une piste a été explorée pour la mise au point d'un modèle de prévision de la rupture. Les essais réalisés ont montré que la méthode d'approche proposée n'était pas la bonne mais que la prévision de la rupture à l'aide de la diminution de l'activité acoustique était possible. La méthode proposée [section 6.2.1](#) semble plus pertinente. Cependant, des essais complémentaires devront être réalisés afin de confirmer, ou non, la diminution de l'activité acoustique avant rupture et ainsi de faciliter le développement d'un modèle.

Chapitre 6

Conclusion générale

6.1 Bilan général

Les assemblages brasés de carbure de silicium possèdent des propriétés intéressantes pour réaliser des récepteurs de centrale solaire à concentration. Cependant leur comportement fragile est un frein à leur utilisation. Les brasures de type BraSiC® sont prometteuses mais leur comportement thermomécanique est encore mal connu.

Il est donc nécessaire de développer des techniques de diagnostic *in situ* et de d'étouffer notre compréhension de leur comportement face aux sollicitations thermiques sous flux solaire concentré. Le banc IMPACT a été conçu afin de caractériser les matériaux dans des conditions d'utilisation sévères, similaires à celles d'un récepteur de centrale solaire à tour. Une étude préliminaire des assemblages de type SiC/BraSiC®/SiC a été conduite en flexion quatre points avec le suivi de l'émission acoustique, puis la caractérisation thermomécanique a été réalisée sur le banc IMPACT.

D'un point de vue mécanique, les assemblages de type SiC/BraSiC®/SiC présentent un comportement fragile avec un domaine plastique quasi-inexistant (déformation plastique de l'ordre de 10^{-4} %). La brasure CEA 1 admet des déformations et des contraintes plus importantes à la rupture que la brasure CEA 0. Du point de vue des essais thermomécaniques, la résistance des assemblages dépend principalement de l'écart de température maximal que l'on trouve sur l'échantillon (dans notre cas la différence de température entre le centre et le bord de l'échantillon). Les contraintes internes sont relatives aux variations de température au sein des échantillons. Les essais réalisés à l'aide d'un four solaire d'une puissance nominale de 850 W on conduit à la rupture d'un seul échantillon brasé CEA 1, alors que six échantillons brasés CEA 0 ont rompu. De plus, les échantillons brasés CEA 1, à épaisseur de brasure équivalente, résistent à des différences de température maximales au sein de l'échantillon plus importante que les échantillons brasés CEA 0. Donc, les essais de flexion quatre points comme les essais thermomécaniques conduisent à une même observation : les échantillons brasés CEA 1 sont plus résistants que ceux brasés CEA 0. La résistance des assemblages dépend, pour une même nuance de brasure, de l'épaisseur de la brasure : plus la brasure est fine plus elle est résistante. Enfin, pour les épaisseurs de brasures de 50 à 150 μm , le point faible des assemblages est la brasure, mais pas l'interface entre la brasure et le carbure de silicium.

Globalement, au niveau de l'émission acoustique, les essais mécaniques en charge-décharge ont démontré que le matériau respecte l'effet Kaiser. Ce comportement se retrouve lors des essais thermomécaniques, dans ce cas, l'effet Kaiser est respecté

vis-à-vis des variations de température des échantillons. Par ailleurs, les essais thermomécaniques ont conduit à une activité acoustique beaucoup plus importante que les essais de flexion quatre points.

L'analyse plus fine des résultats d'émission acoustique a montré que deux populations de salves étaient présentes lors des essais de flexion quatre points et des essais thermomécaniques. Elles semblent décrire deux phénomènes d'endommagement différents : un phénomène plutôt bref donnant lieu à des salves du même type que celle générées avec un test de Hsu-Nielsen, ce phénomène correspondrait à de la fissuration en mode I (ouverture) et un autre phénomène plus long, donnant lieu à des salves plus longues, qui correspondrait à de la fissuration en mode II (cisaillement). Le phénomène d'endommagement majoritaire lors des essais de flexion quatre points est la fissuration en mode I, alors que pour les essais thermomécaniques le mécanisme d'endommagement majoritaire est la fissuration en mode II. Ce résultat est cohérent vue la répartition des contraintes au sein des échantillons (relatif au champ de température) lors des essais thermomécaniques. Des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur les échantillons de flexion quatre points afin d'observer les mécanismes d'endommagement possible. L'analyse des fractographies a montré trois mécanismes d'endommagement du matériau : de la décohésion entre les phases de la brasure, de la fissuration dans la phase eutectique minoritaire (disiliciure) et de la fissuration de la matrice de silicium. La chronologie de l'endommagement n'est cependant pas connue. La confrontation des résultats d'émission acoustique avec les fractographies montre qu'un des phénomènes d'endommagement n'a pas été détecté lors des essais. Plusieurs hypothèses expliquent cette non-détection. Premièrement, du faïençage de la phase eutectique avait été observé lors du refroidissement de certaines brasures [38], un des mécanismes peut ne pas s'être produit pendant les essais de flexion mais au moment de la conception des échantillons. Ensuite, un des mécanismes peut être minoritaire et donc ne pas générer suffisamment d'activité acoustique pour discriminer une population de salves qui correspondrait à ce mécanisme. Enfin, deux mécanismes peuvent avoir des signatures acoustiques proches, la discrimination des populations est difficile car les populations peuvent être confondues. Des observations complémentaires des échantillons au microscope optique ont montré que le faciès de rupture des essais de flexion quatre points était similaire à celui obtenu lors des essais thermomécaniques.

La localisation des événements acoustiques lors des essais thermomécaniques montre que la rupture intervient proche de la zone où le gradient thermique est maximal, mais jamais exactement dans cette zone. Les événements qui ont été localisés sont toujours au niveau de fissures dans l'échantillon.

La rupture des échantillons possède une signature acoustique bien distincte des autres phénomènes. Les salves générées lors de la rupture ont une durée importante, de l'ordre de $10^5 \mu\text{s}$. Le signal est saturé en amplitude, ce qui fausse le calcul d'une partie des descripteurs, comme l'énergie absolue. Cependant, même si ce dernier est faussé, les salves générées par la rupture possèdent une énergie absolue très importante de l'ordre de 2 nJ.

L'analyse des signaux d'émission acoustique avant rupture n'a pas permis de détecter de signe avant-coureur de la rupture lors des essais de flexion quatre points. Cependant, les essais thermomécaniques ont permis d'observer une diminution de l'activité acoustique, vis-à-vis de l'énergie absolue cumulée au cours du temps. Ce paramètre semble être un candidat potentiel pour réaliser un modèle de prévision de la rupture.

Dans l'optique de réaliser des récepteurs solaire en carbure de silicium assemblés par brasage, quelques paramètres découlent de ces observations et sont à prendre en compte. En effet, au vu des performances des différentes nuances de brasure, l'utilisation de la nuance CEA 1 semble plus adéquate que la nuance CEA 0. En outre, les brasures doivent être les plus fines possible. L'observation des différents essais thermomécaniques montre que les variations brutales de température du récepteur doivent être évitées au maximum. Enfin, la différence maximale de température au sein d'un élément en carbure de silicium brasé devrait être inférieure à 200 °C. Le suivi de l'état du récepteur peut être réalisé en temps réel à l'aide de l'émission acoustique : une adaptation du banc IMPACT est envisageable, il conviendra cependant de dimensionner les guides d'ondes en fonction de la température du récepteur. De plus le nombre de capteurs d'émission acoustique ainsi que leur positionnement devront être adaptés à la forme et aux dimensions du récepteur.

Ce travail a permis d'améliorer notre compréhension du comportement thermomécanique des assemblages brasés de carbure de silicium. Cependant, des travaux complémentaires permettraient d'affiner les résultats obtenus. En effet, l'observation au microscope électronique des échantillons rompus sur le banc IMPACT n'a pas pu être réalisée lors de cette thèse : la visualisation des faciès de rupture permettrait de visualiser les mécanismes d'endommagement, donc de confirmer, ou non, les hypothèses réalisées. La réalisation d'essais thermomécaniques de longue durée permettrait d'affiner notre compréhension des mécanismes d'endommagement : des séries de cycles réalisés avec un flux visé pour les paliers hauts de 1000 W environ et un nombre de cycles supérieur à 100, ce qui conduirait à des séries dont la durée serait de plusieurs heures. Ce type d'essais est plus délicat à réaliser, cependant, ils sont nécessaires à la compréhension de l'endommagement en fatigue du matériau. Par ailleurs, l'analyse des données gagnerait à être davantage travaillée, notamment à l'aide des outils de l'intelligence artificielle, pour faciliter la discrimination de populations de salves et les mécanismes d'endommagement. L'entraînement de tels outils nécessite un grand nombre de données pour éviter les phénomènes de sous-apprentissage. Le modèle devrait être capable de classer les salves (bruit de fond, fissuration en mode I ou II, décohéation...) et de détecter des signes pouvant indiquer une rupture imminente. Enfin, le banc IMPACT est un outil unique de caractérisation thermomécanique des matériaux qui a été amélioré au cours des différents travaux réalisés. Il serait cependant intéressant de le faire évoluer davantage, notamment pour le suivi du champ de température ainsi que du champ de déformation de l'échantillon. Les travaux futurs doivent contribuer à le faire évoluer encore et encore afin qu'il devienne un outil universel permettant de prévoir la rupture de structures complexes. Ce banc et toutes les méthodes d'exploitations des mesures fournies seront une base solide de toute réflexion menée pour le développement d'un outil de diagnostic *in situ* industrialisable.

6.2 Perspectives

6.2.1 Piste d'élaboration d'un modèle de prévision de la rupture

Une piste prometteuse serait d'exploiter la diminution de l'activité acoustique que l'on observe avant la rupture, sur l'essai réalisé dans la thèse précédente [2], mais aussi dans des travaux sur la résistance en fatigue de divers matériaux [59, 60, 83], ou encore lors de ce travail (voir [section 5.3.4.4](#)). La diminution de l'activité acoustique à l'aide

du cumul des salves est moins flagrante que la diminution de l'énergie absolue libérée (voir [section 5.3.4.4](#)). Une étude sur la prévision de la durée de vie des composites céramiques à matrice céramique soumis à des essais de fatigue a montré que l'utilisation d'un coefficient d'émission était envisageable [83]. Ce coefficient est défini comme le rapport de l'énergie absolue libérée sur une période temporelle sur l'énergie libérée lors du chargement initial. Dans notre cas, il n'y a pas de chargement initial. On pourrait donc, par exemple, se focaliser sur l'étude de la libération d'énergie par le matériau, en utilisant un taux de comptage de l'énergie absolue :

$$\Psi_{abs} = \frac{\Delta E_{abs}}{\Delta t} \quad (6.1)$$

où ΔE_{abs} est la somme de l'énergie absolue des salves enregistrées pendant un intervalle de temps Δt . Ce taux de comptage représente une fenêtre glissante où l'on somme l'énergie absolue des salves. L'analyse de la courbe de Ψ_{abs} au cours de l'expérience peut amener à déceler les plateaux mentionnés dans la [section 5.3.4.4](#) et ainsi donner l'estimation de la durée de vie restante du matériau.

De plus, il serait intéressant que le modèle prenne en compte un paramètre représentatif de l'état de contrainte du matériau. Dans notre cas, on pourrait par exemple avoir une mesure de la température du bord de l'échantillon. Cela permettrait de calculer en temps réel la différence maximale de température, ΔT , au sein de l'échantillon. Il serait possible, par exemple, de prendre en compte les minima locaux de Ψ_{abs} seulement si ΔT est au-dessus d'une valeur critique (voir [section 5.4.3](#)).

6.2.2 Raffinement de la caractérisation

La caractérisation des mécanismes d'endommagement a été réalisée dans ce travail à l'aide de méthodes bi-paramétriques (voir [section 5.3.4.3](#)). La [figure 6.1](#) montre la pertinence de groupes déterminés à l'aide de deux algorithmes de classification non-supervisée : les K-moyennes et la recherche de groupe. Les essais de regroupement montrent que le λ de Wilk est correct pour un nombre de groupe supérieur à 1, cependant les deux autres indices de fiabilités, Davies et Bouldin et le critère de Tou ne sont pas satisfaisant quelque soit le nombre de groupes déterminés. Ces méthodes paraissent donc, en l'état, peu pertinentes et nécessiteraient plus d'investigations. Cependant, les contraintes temporelles de la thèse n'ont pas permis de pousser davantage les investigations dans ce sens.

La [figure 6.2](#) présente les représentations graphiques utilisées dans ce travail avec l'ajout d'une troisième variable sous la forme d'une échelle de couleur :

$$\frac{\log\left(\frac{tdm}{A(mV)}\right)}{\log(f_m)} \quad (6.2)$$

avec tdm le temps de montée en μs , A (mV) l'amplitude du signal en mV et f_m la fréquence moyenne en kHz. On remarque, sur les représentations graphiques durée-amplitude (à gauche sur la [figure 6.2](#)), que des salves sont colorés en violet au sein de la population verte. On retrouve ces salves, sur les représentations graphiques de droite, proches de la frontière entre les populations vertes et rouge. On peut supposer qu'il s'agit d'une troisième population de salves, qui traduit donc la présence d'un troisième mécanisme d'endommagement.

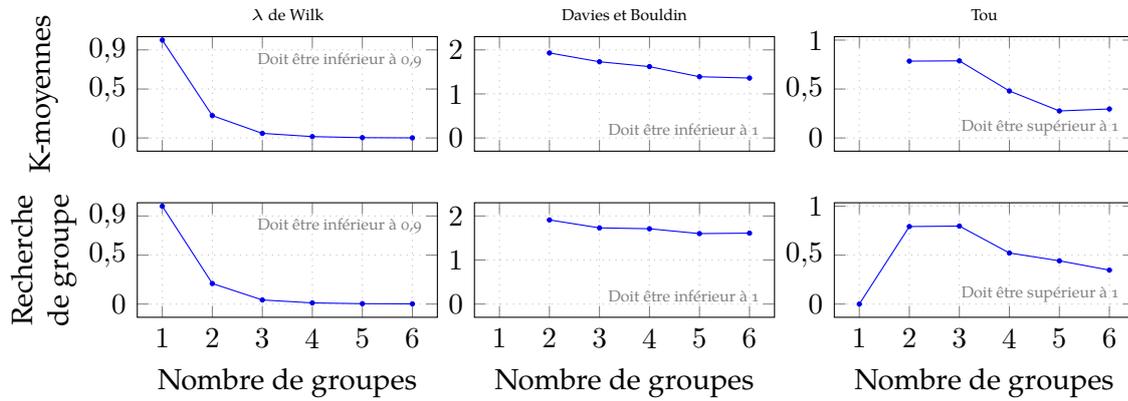


FIGURE 6.1 – Indicateurs de fiabilité des essais de classifications non-supervisée réalisés avec deux algorithmes et le logiciel Noéris (concaténation de 8 essais thermomécaniques, 1261 salves).

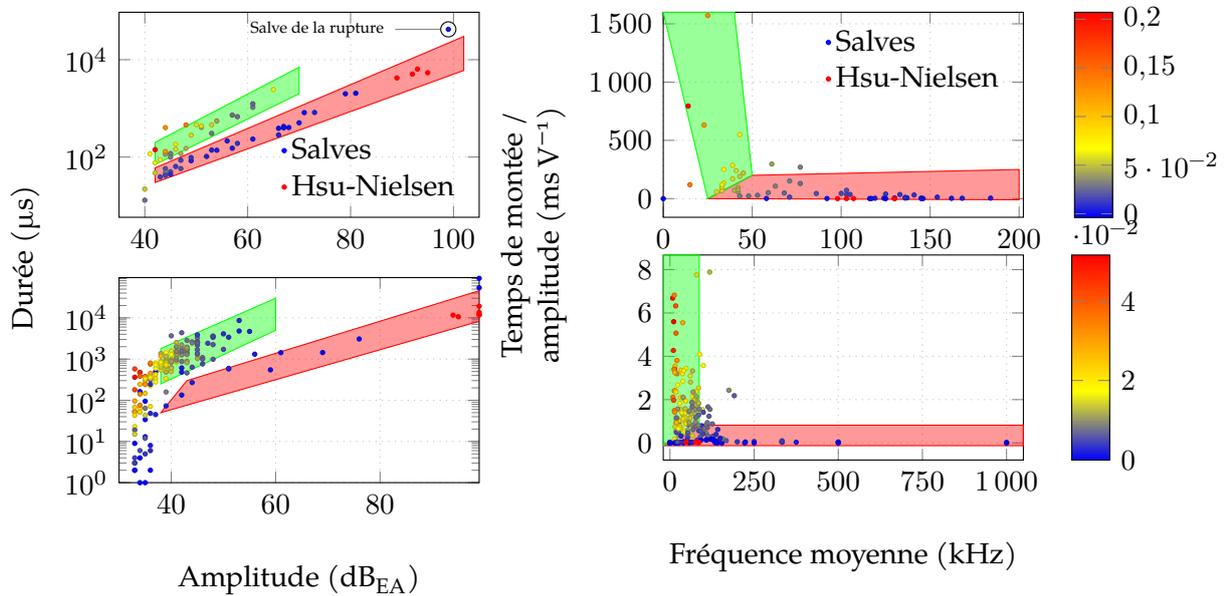


FIGURE 6.2 – Essais de détermination plus fine des groupes avec la prise en compte d'un troisième paramètre.

6.2.3 Pistes d'amélioration du banc IMPACT

Le banc IMPACT est un outil qui permet de faire de la caractérisation thermo-mécanique des matériaux à l'aide du suivi de l'émission acoustique. Il a été élaboré, développé et amélioré lors d'une série de thèses : celle-ci est la troisième [1, 2]. Ce banc est ainsi devenu de plus en plus pratique et performant. Quelques pistes d'amélioration sont tout de même envisageables.

Le positionnement du chariot (voir [section 4.4.6](#)) est délicat : même si une butée le stoppe quand le haut du kaléidoscope est au foyer du four, il n'existe pas de système de maintien de cette position. Un indexeur, qui immobiliserait le chariot dans la bonne position sans risque de déplacement intempestif, serait le bienvenu.

Le phénomène d'écho énoncé [section 4.4.6.2](#) n'est pas sensé avoir d'incidence sur l'interprétation des résultats. Ces échos ont été atténués par l'utilisation d'un couplant acoustique résistant aux hautes températures. Cependant, il reste préférable d'obtenir le signal le moins bruité possible.

Les salves générées lors de la rupture des échantillons sont saturées en amplitude et ne sont donc pas correctement décrites par leur descripteurs. Ajouter un septième capteur d'émission acoustique dont le gain du préamplificateur serait nettement inférieur aux autres ($20 \text{ dB}_{\text{EA}}$ ou moins) permettrait d'enregistrer correctement la salve de la rupture, et donc de calculer les descripteurs de cette salve sur un signal qui ne serait pas saturé.

La mesure de la température de l'échantillon est perfectible : les thermocouples créent des puits de chaleur et obtenir un bon contact thermique avec l'échantillon est difficile. Par ailleurs, leur position actuelle ne permet pas de mesurer la température du bord de l'échantillon. Dans l'idéal, des mesures de température en face arrière le long d'un rayon de l'échantillon permettraient d'obtenir le champ de température d'un échantillon isotrope. Ces mesures peuvent être réalisées à l'aide d'une série de thermocouples : dans ce cas, le maintien d'un bon contact thermique entre les thermocouples et l'échantillon est délicat. Une autre solution serait de positionner une caméra thermique sous l'échantillon afin d'enregistrer en temps réel le champ de température de la face arrière. Cette technique possède plusieurs avantages par rapport aux thermocouples :

- elle est non intrusive et ne risque donc pas d'altérer le champ de température de l'échantillon (et donc de générer des contraintes non maîtrisées),
- elle possède une meilleure définition spatiale,
- elle ne pose pas de problème de contact,
- elle est plus facilement comparable à la mesure de température en face avant par le pyromètre.

La mesure de la température de l'air à proximité de l'échantillon donnerait également la possibilité d'estimer plus facilement les pertes convectives.

Le module de régulation du flux incident qui a été conçu est également perfectible. Son pilotage nécessite aujourd'hui de recompiler le code Arduino®. Il est possible d'ajouter une interface réseau dans le programme : les variables définissant les séries de cycles pourraient être ajustées plus facilement, potentiellement en temps réel. L'acquisition du signal du pyromètre à l'aide du module de régulation permettrait de piloter les séries de cycles par rapport à des niveaux de température au lieu des niveaux de puissance.

L'étude de flexion quatre points a exposée que la rupture survenait quand la contrainte locale dépassait la contrainte à la rupture du matériau. La loi de Hooke

(annexe B) indique que, dans un matériau purement élastique, la contrainte évolue de manière linéaire vis-à-vis de la déformation. Pour des échantillons de carbure de silicium brasés, la déformation maximale à la rupture est de l'ordre de 0,03 %. Le suivi du champ de déformation de l'échantillon permettrait de déterminer le champ de contrainte lors des essais thermomécaniques.

Bibliographie

- [1] Antoine BOUBAULT. "Étude du vieillissement de matériaux sous haut flux solaire concentré – Application aux récepteurs surfaciques des centrales solaires thermodynamiques". Thèse de doct. Université de Perpignan Via Domitia, 18 mars 2013.
- [2] Yasmine LALAU. "Étude du comportement thermomécanique de matériaux sous irradiation solaire concentrée : développement expérimental et modélisation". Thèse de doct. Université de Perpignan Via Domitia, 2017.
- [3] IEA. *Net Zero by 2050 - A Roadmap for the Global Energy Sector*. International energy agency, 2021.
- [4] *CSP Projects Around the World*. SolarPACES. 2021. URL : www.solarpaces.org/csp-technologies/csp-projects-around-the-world/ (visité le 08/12/2021).
- [5] Piotr BOJEK et Bahar HEYMI. *Renewable Power*. IEA. URL : www.iea.org/reports/renewable-power (visité le 08/12/2021).
- [6] Sotirios KARELLAS et Tryfon C. ROUMPEDAKIS. "Solar Thermal Power Plants". Dans : *Solar Hydrogen Production*. Elsevier, 2019, p. 179-235. DOI : [10.1016/B978-0-12-814853-2.00007-2](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814853-2.00007-2).
- [7] Omar BEHAR, Abdallah KHELLAF et Kamal MOHAMMEDI. "A Review of Studies on Central Receiver Solar Thermal Power Plants". Dans : *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 23 (juill. 2013), p. 12-39. DOI : [10.1016/j.rser.2013.02.017](https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.02.017).
- [8] Hani BELTAGY et al. "Theoretical and Experimental Performance Analysis of a Fresnel Type Solar Concentrator". Dans : *Renewable Energy* 101 (fév. 2017), p. 782-793. DOI : [10.1016/j.renene.2016.09.038](https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.09.038).
- [9] Mohamed ABBAS et al. "Dish Stirling Technology : A 100 MW Solar Power Plant Using Hydrogen for Algeria". Dans : *International Journal of Hydrogen Energy* 36.7 (avr. 2011), p. 4305-4314. DOI : [10.1016/j.ijhydene.2010.12.114](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2010.12.114).
- [10] Gourav MOONKA, Harsh SURANA et Hemant Raj SINGH. "Study on Some Aspects of Stirling Engine : A Path to Solar Stirling Engines". Dans : *Materials Today : Proceedings* 63 (2022), p. 737-744. DOI : [10.1016/j.matpr.2022.05.107](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.05.107).
- [11] A. FERNÁNDEZ-GARCÍA et al. "Parabolic-Trough Solar Collectors and Their Applications". Dans : *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 14.7 (sept. 2010), p. 1695-1721. DOI : [10.1016/j.rser.2010.03.012](https://doi.org/10.1016/j.rser.2010.03.012).
- [12] Mark BOLINGER, Ryan WISER et Eric O'SHAUGHNESSY. "Levelized Cost-Based Learning Analysis of Utility-Scale Wind and Solar in the United States". Dans : *iScience* 25.6 (juin 2022). DOI : [10.1016/j.isci.2022.104378](https://doi.org/10.1016/j.isci.2022.104378).
- [13] Nikolay BELYAKOV. "Solar Energy". Dans : *Sustainable Power Generation*. Elsevier, 2019, p. 417-438. DOI : [10.1016/B978-0-12-817012-0.00031-1](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817012-0.00031-1).

- [14] David K. FORK et al. "Life Estimation of Pressurized-Air Solar-Thermal Receiver Tubes". Dans : *Journal of Solar Energy Engineering* 134.4 (1^{er} nov. 2012). DOI : [10.1115/1.4007686](https://doi.org/10.1115/1.4007686).
- [15] Jean-François SACADURA. *Transferts thermiques : initiation et approfondissement*. Paris : Lavoisier Tec & Doc, 2015.
- [16] W. PLATZER et C. HILDEBRANDT. "Absorber Materials for Solar Thermal Receivers in Concentrating Solar Power (CSP) Systems". Dans : *Concentrating Solar Power Technology* (2012), p. 469-494. DOI : [10.1533/9780857096173.3.469](https://doi.org/10.1533/9780857096173.3.469).
- [17] Marco MEUCCI. "Radiometric Measurements for Assessing the Performances of High-Temperature Solar Absorbers". Thèse de doct. Firenze : Universita Degli Studi Firenze, mars 2017.
- [18] M. BOUGOIN et al. "A New Technological Step for Sic Mirrors Preparing OTOS". Dans : *International Conference on Space Optics — ICSO 2014*. International Conference on Space Optics 2014. Sous la dir. de Bruno CUGNY, Zoran SODNIK et Nikos KARAFOLAS. Tenerife, Canary Islands, Spain : SPIE, 17 nov. 2017, p. 38. DOI : [10.1117/12.2304098](https://doi.org/10.1117/12.2304098).
- [19] M. SCHALLES et G. BLUMRÖDER. "Calculation of the Effective Emissivity of Blackbodies Made of Alumina". Dans : *Measurement Science and Technology* 23.7 (1^{er} juill. 2012), p. 074023. DOI : [10.1088/0957-0233/23/7/074023](https://doi.org/10.1088/0957-0233/23/7/074023).
- [20] R. LO FRANO et al. "Characterization of the Thermal Conductivity for Ceramic Pebble Beds". Dans : *Journal of Physics : Conference Series* 655 (16 nov. 2015), p. 012057. DOI : [10.1088/1742-6596/655/1/012057](https://doi.org/10.1088/1742-6596/655/1/012057).
- [21] MERSEN. *BOOSTEC® SiC Silicon carbide material*. 2020. URL : <https://www.mersen.com/sites/default/files/publications-media/gs-boostec-sic-silicon-carbide-mersen.pdf#page=1&zoom=auto,-214,848> (visité le 04/07/2022).
- [22] Philip G. NEUDECK. "Progress in Silicon Carbide Semiconductor Electronics Technology". Dans : *Journal of Electronic Materials* 24.4 (avr. 1995), p. 283-288. DOI : [10.1007/BF02659688](https://doi.org/10.1007/BF02659688).
- [23] Michel BOUGOIN et Jérôme LAVENAC. "The SiC Hardware of the Sentinel-2 Multi Spectral Instrument". Dans : *International Conference on Space Optics — ICSO 2012*. International Conference on Space Optics 2012. Sous la dir. d'Errico ARMANDILLO, Nikos KARAFOLAS et Bruno CUGNY. Ajaccio, Corsica, France : SPIE, 20 nov. 2017, p. 109. DOI : [10.1117/12.2309175](https://doi.org/10.1117/12.2309175).
- [24] Michel BOUGOIN et al. "Full-SiC EUCLID's Very Large Telescope". Dans : *International Conference on Space Optics — ICSO 2018*. International Conference on Space Optics - ICSO 2018. Sous la dir. de Nikos KARAFOLAS, Zoran SODNIK et Bruno CUGNY. Chania, Greece : SPIE, 12 juill. 2019, p. 60. DOI : [10.1117/12.2535980](https://doi.org/10.1117/12.2535980).
- [25] Jérôme LAVENAC et al. "The SiC Structure of the EUCLID NISP Instrument". Dans : *International Conference on Space Optics — ICSO 2016*. International Conference on Space Optics 2016. Sous la dir. de Nikos KARAFOLAS, Bruno CUGNY et Zoran SODNIK. Biarritz, France : SPIE, 25 sept. 2017, p. 32. DOI : [10.1117/12.2296060](https://doi.org/10.1117/12.2296060).
- [26] Waloddi WEIBULL. "A Statistical Distribution Function of Wide Applicability". Dans : *Journal of Applied Mechanics* 18.3 (1^{er} sept. 1951), p. 293-297. DOI : [10.1115/1.4010337](https://doi.org/10.1115/1.4010337).

- [27] Sébastien GRANGE et Jean-Loup PRENSIER. *Le modèle de Weibull : un critère de rupture probabiliste*. 2006. URL : <https://www.mersen.com/sites/default/files/publications-media/gs-boostec-sic-silicon-carbide-mersen.pdf#page=1&zoom=auto,-214,848>.
- [28] Franck LEVALLOIS, Michel BOUGOIN et Didier CASTEL. "CTE Homogeneity, Isotropy and Reproducibility in Large Parts Made of Sintered SiC". Dans : *International Conference on Space Optics — ICSSO 2012*. International Conference on Space Optics 2012. Sous la dir. d'ERRICO ARMANDILLO, NIKOS KARAFOLAS et BRUNO CUGNY. Ajaccio, Corsica, France : SPIE, 20 nov. 2017, p. 120. DOI : [10.1117/12.2309208](https://doi.org/10.1117/12.2309208).
- [29] J.K. FINK et L. LEIBOWITZ. "Thermal Conductivity of Zirconium". Dans : *Journal of Nuclear Materials* 226.1-2 (oct. 1995), p. 44-50. DOI : [10.1016/0022-3115\(95\)00110-7](https://doi.org/10.1016/0022-3115(95)00110-7).
- [30] Cedric LERAY. "Etude du comportement thermique et thermomécanique des récepteurs solaires sous haut flux radiatif". Université de Perpignan, 2017.
- [31] Franck LEVALLOIS. "Collage structural du carbure de silicium". Thèse de doct. Institut national polytechnique de Toulouse, 1995.
- [32] Magali LAMY. "Etude structurale et chimique par microscopie électronique en transmission d'interfaces SiC/siliciures de Co, Fe ou Ni". Thèse de doct. Institut national polytechnique de Grenoble, 27 jan. 2000.
- [33] Adrien GASSE. "Rôle des interfaces dans le brasage non réactif du SiC par les siliciures de Co et de Cu". Thèse de doct. Grenoble : Institut polytechnique de Grenoble, 1996.
- [34] C. RADO. "Contribution à l'étude Du Mouillage et de l'adhésion Thermodynamique Des Métaux et Alliages Liquides Sur Le Carbure de Silicium". institut national polytechnique de Grenoble, 1997.
- [35] Guiwu LIU et al. "Recent Advances in Joining of SiC-based Materials (Monolithic SiC and SiCf/SiC Composites) : Joining Processes, Joint Strength, and Interfacial Behavior". Dans : *Journal of Advanced Ceramics* 8.1 (mars 2019), p. 19-38. DOI : [10.1007/s40145-018-0297-x](https://doi.org/10.1007/s40145-018-0297-x).
- [36] Cédric LERAY et al. "Design and Proof of Concept of an Innovative Very High Temperature Ceramic Solar Absorber". Dans : *AIP Conference Proceedings* 1850 (2017), p. 140-150. DOI : [10.1063/1.4984375](https://doi.org/10.1063/1.4984375).
- [37] V. CHAUMAT et G. ROUX. *Multi-Staged Brazing Using the BraSiC® Process for the Fabrication of Very Large and / or Complex SiC Based Components*. Technical report. Grenoble : CEA, juin 2013.
- [38] Nguyen LE MINH. "Caractérisation mécanique de jonctions brasées SiC / BraSiC® / SiC et critère de dimensionnement à la rupture". Thèse de doct. Université Pierre et Marie Curie, 2011.
- [39] K. BHANUMURTHY et R. SCHMID-FETZER. "Interface Reactions between Silicon Carbide and Metals (Ni, Cr, Pd, Zr)". Dans : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 32.3-4 (mars 2001), p. 569-574. DOI : [10.1016/S1359-835X\(00\)00049-X](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00049-X).
- [40] Karen MAEX et Marc Van ROSSUM. *Properties of Metal Silicides*. EMIS Datareviews Series ; No. 14. Stevenage : INSPEC, 1995.

- [41] Gilles PEIX. *Contrôles non destructifs par courants de foucault*. 1989. URL : <http://do.cinsa.insa-lyon.fr/polycop/download.php?id=104057&id2=0>.
- [42] MISTRAS. *Le principe de la magnétoscopie*. URL : <https://mistrasgroup.fr/prestation-de-service/controle-non-destructif/methodes-surfaciques/magnetoscopie/> (visité le 06/07/2022).
- [43] COFREND. *Les méthodes d'essais non destructifs : radiographie*. 27 juin 2016. URL : https://www.cofrend.com/jcms/mdc_110681/fr/radiographie-rt (visité le 06/07/2022).
- [44] Aude GANIER et Fabrice MATHÉ. *Le contrôle non destructif par ultrasons*. Avec la coll. de François CARTIER. Sept. 2015. URL : https://www.cea.fr/multimedia/Documents/infographies/Defis-du-CEA_Le-controle-non-destructif_200.pdf.
- [45] ISO12716. *Essais Non Destructifs - Contrôle Par Émission Acoustique - Vocabulaire*. 2001.
- [46] Thomas F. DROUILLARD. "Anecdotal History of Acoustic Emission from Wood". Dans : *Journal of Acoustic Emission*. Acoustic Emission Working Group Meeting. United States, juill. 1990.
- [47] J. VENET. "Etude de la résistance mécanique des bois de mine en fonction des facteurs de la production forestière". Dans : *Revue Forestière Française* 12 (1958), p. 765. DOI : [10.4267/2042/27454](https://doi.org/10.4267/2042/27454).
- [48] Nathalie GODIN, Pascal REYNAUD et Gilbert FANTOZZI. *Émission acoustique et durabilité des composites*. T. 2. ISTE, 2018. 190 p.
- [49] Horace LAMB. "On Waves in an Elastic Plate". Dans : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 93.648 (mars 1917), p. 114-128. DOI : [10.1098/rspa.1917.0008](https://doi.org/10.1098/rspa.1917.0008).
- [50] RILEM TECHNICAL COMMITTEE (MASAYASU OHTSU). "Recommendation of RILEM TC 212-ACD : Acoustic Emission and Related NDE Techniques for Crack Detection and Damage Evaluation in Concrete". Dans : *Materials and Structures* 43.9 (nov. 2010), p. 1187-1189. DOI : [10.1617/s11527-010-9640-6](https://doi.org/10.1617/s11527-010-9640-6).
- [51] AFNOR. *Essais non destructifs - Terminologie - Partie 9 : termes utilisés en contrôle par émission acoustique*. 2017.
- [52] Nelson N. Hsu. "Acoustic Emission Simulator". Brev. 4018084 (United States). 19 avr. 1977.
- [53] Wolfgang SACHSE et Nelson N. Hsu. "Ultrasonic Transducers for Materials Testing and Their Characterization". Dans : *Physical Acoustics*. T. 14. Elsevier, 1979, p. 277-406. DOI : [10.1016/B978-0-12-477914-3.50009-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-477914-3.50009-8).
- [54] Mourad BENTAHAR. "Acoustique non-linéaire : application à la caractérisation ultrasonore de l'endommagement des matériaux hétérogènes et à la prédiction de la durée de vie". Thèse de doct. Institut national des sciences appliquées de Lyon, 2005.
- [55] Michel BOYNARD. *Notions de physique acoustique*. 2013. URL : http://naxos.biomedicale.univ-paris5.fr/diue/wp-content/uploads/2013/05/polyBasesPhysiques_01.pdf (visité le 22/06/2022).

- [56] Xiao DENGHONG et Gao YONG. "Damage Monitoring of Carbon Fiber Reinforced Silicon Carbide Composites under Random Vibration Environment by Acoustic Emission Technology". Dans : *Ceramics International* 46.11 (août 2020), p. 18948-18957. DOI : [10.1016/j.ceramint.2020.04.218](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.218).
- [57] S. MOMON et al. "Unsupervised and Supervised Classification of AE Data Collected during Fatigue Test on CMC at High Temperature". Dans : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 43.2 (2012), p. 254-260. DOI : [10.1016/j.compositesa.2011.10.016](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.10.016).
- [58] Rachid BERBAOUI, Abderrahim EL MAHI et Rachid EL GUERJOUA. "Analyse par émission acoustique de l'endommagement et de la rupture du béton polymère en fluage". Dans : *JNC 16*. Toulouse, 2009.
- [59] Rhys PULLIN et al. "Validation of Acoustic Emission (AE) Crack Detection in Aerospace Grade Steel Using Digital Image Correlation". Dans : *Applied Mechanics and Materials* 24-25 (juin 2010), p. 221-226. DOI : [10.4028/www.scientific.net/AMM.24-25.221](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.24-25.221).
- [60] Lu ZHANG et al. "Acoustic Emission Signatures of Fatigue Damage in Idealized Bevel Gear Spline for Localized Sensing". Dans : *Metals* 7.7 (30 juin 2017), p. 242. DOI : [10.3390/met7070242](https://doi.org/10.3390/met7070242).
- [61] Luc MARCHAND. *Notions d'extensométrie par jauges à résistance électrique*. 2012. URL : https://cours.polymtl.ca/mec6405/Receuil/M6405_Chap2_H06.pdf.
- [62] Thomas LE GALL. "Simulation de l'émission acoustique : aide à l'identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement". Thèse de doct. Institut national des sciences appliquées de Lyon, jan. 2016.
- [63] Karolina Ewa KOZAK. "Influence of Elaboration Conditions on the Thermomechanical Behavior of MAX Phases". Thèse de doct. Limoges : Université de Limoges, 2019.
- [64] *Python : Module Scipy Stats*. URL : <https://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/stats.html> (visité le 25/02/2021).
- [65] Shojiro OCHIAI et al. "Change of Young's Modulus with Increasing Applied Tensile Strain in Open Cell Nickel and Copper Foams". Dans : *Materials Transactions* 51.5 (2010), p. 925-932. DOI : [10.2320/matertrans.M2009384](https://doi.org/10.2320/matertrans.M2009384).
- [66] Niek DE JAGER, Prem PALLAV et Albert J. FEILZER. "The Apparent Increase of the Young's Modulus in Thin Cement Layers". Dans : *Dental Materials* 20.5 (2004), p. 457-462. DOI : [10.1016/j.dental.2003.07.002](https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.07.002). pmid : 15081552.
- [67] M. I. LÓPEZ PUMAREGA. "Relation between Amplitude and Duration of Acoustic Emission Signals". Dans : *AIP Conference Proceedings*. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation : Volume 22. T. 657. Bellingham, Washington (USA) : AIP, 2003, p. 1431-1438. DOI : [10.1063/1.1570299](https://doi.org/10.1063/1.1570299).
- [68] Jean-baptiste SAUVAGE. "Caractérisation et modélisation de l'adhérence dans les assemblages collés". Thèse de doct. Mulhouse : Université de Haute Alsace, 2017.
- [69] André AUTHIER. "Observation Des Dislocations Dans Le Silicium à l'aide Des Rayons X Dans Le Cas de La Transmission Anormale". Dans : *Journal de Physique et le Radium* 21.8-9 (1960), p. 655-659. DOI : [10.1051/jphysrad:01960002108-9065500](https://doi.org/10.1051/jphysrad:01960002108-9065500).

- [70] J. RUSTE. *Microstructure et comportement mécanique Introduction à la mécanique de la rupture*. URL : <http://micro.icaunais.free.fr>.
- [71] K. HAGIHARA et T. NAKANO. "Fracture Behavior and Toughness of NbSi₂-based Single Crystals and MoSi₂(C11b)/NbSi₂(C40) Duplex Crystals with a Single Set of Lamellae". Dans : *Acta Materialia* 59 (juin 2011), p. 4168-4176. DOI : [10.1016/j.actamat.2011.03.040](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.03.040).
- [72] P.N.B. ANONGBA, S. OBERLI et S.G. STEINEMANN. "A Study of the Brittle Fracture Characteristics of CoSi₂ Using Laser Beam Reflections". Dans : *Acta Metallurgica et Materialia* 43.6 (juin 1995), p. 2275-2285. DOI : [10.1016/0956-7151\(94\)00418-8](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)00418-8).
- [73] E. P. GEORGE et al. "Cleavage Fracture in an Al₃ Ti-based Alloy Having the Ll₂ Structure". Dans : *Journal of Materials Research* 4.1 (fév. 1989), p. 78-84. DOI : [10.1557/JMR.1989.0078](https://doi.org/10.1557/JMR.1989.0078).
- [74] D.G. AGGELIS, E.Z. KORDATOS et T.E. MATIKAS. "Acoustic Emission for Fatigue Damage Characterization in Metal Plates". Dans : *Mechanics Research Communications* 38.2 (mars 2011), p. 106-110. DOI : [10.1016/j.mechrescom.2011.01.011](https://doi.org/10.1016/j.mechrescom.2011.01.011).
- [75] Tomoki SHIOTANI, Masayasu OHTSU et Kenji IKEDA. "Detection and Evaluation of AE Waves Due to Rock Deformation". Dans : *Construction and Building Materials* 15.5-6 (juill. 2001), p. 235-246. DOI : [10.1016/S0950-0618\(00\)00073-8](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(00)00073-8).
- [76] A. A. ANASTASSOPOULOS et T P PHILIPPIDIS. "Clustering Methodology for the Evaluation of Acoustic Emission from Composites". Dans : *NDT & E International* 30.2 (1997), p. 108. DOI : [10.1016/s0963-8695\(97\)85511-9](https://doi.org/10.1016/s0963-8695(97)85511-9).
- [77] Georges-Louis LECLERC. *Histoire naturelle générale et particulière, supplément*. T. 1. 1774.
- [78] S. N. PICHKOV, D. A. ZAKHAROV et V. V. SHEMYAKIN. "Acoustic Emission Signal Attenuation in the Waveguides Used in Underwater AE Testing". Dans : 10th European Conference on Non-Destructive Testing. Moscow, août 2010, p. 12.
- [79] MISTRAS. *AEwin Software Users Manual*. 2011.
- [80] BOOSTEC. *Propriétés Du Carbure de Silicium Boostec* ®. 2020.
- [81] Amirkoushyar ZIABARI, Zhixi BIAN et Ali SHAKOURI. "Adaptive Power Blurring Techniques to Calculate IC Temperature Profile under Large Temperature Variations". Dans : (oct. 2022), p. 7.
- [82] Olivier FAUGEROUX. "Caractérisation thermophysique de revêtements de protection thermomécanique par méthode photothermique impulsionnelle". Thèse de doct. Perpignan : Université de Perpignan Via Domitia, 2001.
- [83] Emmanuel MAILLET 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". Dans : *Comptes Rendus des JNC 17*. JNC. Poitier, 2011.
- [84] Emmanuel MAILLET et al. "Analysis of Acoustic Emission Energy Release during Static Fatigue Tests at Intermediate Temperatures on Ceramic Matrix Composites : Towards Rupture Time Prediction". Dans : *Composites Science and Technology* 72.9 (mai 2012), p. 1001-1007. DOI : [10.1016/j.compscitech.2012.03.011](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.03.011).

- [85] Shuguang LI. "A Reflection on the Mohr Failure Criterion". Dans : *Mechanics of Materials* 148 (sept. 2020), p. 103442. DOI : [10.1016/j.mechmat.2020.103442](https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103442).
- [86] Isaac NEWTON. *Principia*. Dunod, 2006.
- [87] Daniel COUTELIER. "Contribution à l'amélioration des lois de comportement pour la simulation numérique du choc sur les structures composites du domaine des transports". Dans : *Recherche - Transports - Sécurité* 23.90 (30 mars 2006), p. 29-40. DOI : [10.3166/rts.90.29-40](https://doi.org/10.3166/rts.90.29-40).

Annexes

A Caractéristiques du carbure de silicium Boostec



PROPRIÉTÉS DU

CARBURE DE SILICIUM BOOSTEC®

GÉNÉRAL

- SiC fritté
- Matériau léger
- Stabilité thermomécanique exceptionnelle
- Absence de fatigue mécanique
- Faible coefficient de dilatation
- Grande rigidité
- Excellente résistance à la corrosion et à l'abrasion
- Conductivité thermique élevée, proche de celle de l'aluminium

CARACTÉRISTIQUES

	Température	Valeur typique	Unité
Masse volumique théorique	20°C	3,21	10 ³ kg/m ³
Masse volumique apparente	20°C	3,15	10 ³ kg/m ³
Porosité totale (entièrement fermée)	20°C	1,5	%
Coefficient de dilation thermique	-200°C	0,08	10 ⁻⁶ /°C
	20°C	2,2	10 ⁻⁶ /°C
	500°C	4,8	10 ⁻⁶ /°C
	1 000°C	6,0	10 ⁻⁶ /°C
Conductivité thermique	-200°C	163	W/m.K
	20°C	180	W/m.K
	500°C	66	W/m.K
	1 000°C	39	W/m.K
Chaleur spécifique	-200°C	42	J/kg.K
	20°C	680	J/kg.K
	500°C	1 040	J/kg.K
	1 000°C	1 180	J/kg.K
Résistance aux chocs thermiques (ΔTc)		325	°C
Température limite d'utilisation			
<i>sous air</i>		1 450	°C
<i>sous gaz neutre</i>		1 800	°C
Dureté Vickers (charge 500g)	20°C	22	GPa
Flexion biaxiale (DIN EN 2188-1 & 5)	20°C		
<i>Résistance à la rupture</i>		400	MPa
<i>Module de Weibull</i>		11	
Résistance mécanique			
<i>Traction</i>	20°C	210	MPa
<i>Compression</i>	20°C	3 000	MPa
Ténacité K_{1C} (Méthode SENB)	20°C	4	MN.m ^{-3/2}
Module d'Young	-200°C à 1 000°C	420	GPa
Module de cisaillement	-200°C à 1 000°C	180	GPa
Coefficient de Poisson	-200°C à 1 000°C	0,16	
Résistivité électrique			
- 0,01 V/mm	20°C / 200°C	10 ⁵ / 10 ³	Ω.m
- 100 V/mm	20°C	10 ³	Ω.m
Emissivité	-200°C à 300°C	0,7	
Dégazage (ESA EC SS-Q-70-02A)			
- TML (perte de masse totale)		0,01	%
- CVCM (matériau volatil condensable collecté)		0,00	%

Les informations contenues dans ce document sont données à titre purement indicatif et ne sauraient engager la responsabilité de MERSEN BOOSTEC pour quelque cause que ce soit. En raison de l'évolution constante des techniques et des normes, nous nous réservons le droit de modifier à tout moment, les caractéristiques et spécifications mentionnées dans cette fiche produit. Toute copie, reproduction ou traduction, intégrale ou partiellement, est strictement interdite sans l'accord écrit préalable de MERSEN BOOSTEC.

MERSEN BOOSTEC
 ZAE Céram' Innov Pyrénées
 65460 Bazet
 FRANCE
 Tel : +33 5 62 33 45 00
mersen.com
boostec@mersen.com

caractéristiques typiques rev : 01 20190313

B Glossaire de résistance des matériaux

Contrainte

Dans le domaine de la résistance des matériaux, et plus généralement en mécanique des milieux continus, la contrainte mécanique représente les forces internes du matériau que les particules élémentaires qui le constituent exercent les unes sur les autres. D'un point de vue pratique, la contrainte représente l'intensité d'une force par unité de surface. Elle s'exprime en pascal, noté Pa (N m^{-2} ou encore $\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-2}$ dans le système international). La contrainte est homogène à une pression. La contrainte normale à une surface est appelée contrainte normale ou simplement contrainte, on la distingue de la contrainte tangentielle à cette surface qui est appelée contrainte de cisaillement.

Déformation

Elle représente la transformation mécanique continue d'un corps d'une configuration de référence à une autre. La déformation désigne le déplacement relatif des particules du corps par rapport au corps lui-même, par exemple : la déformation d'un barreau métallique lors d'une essai de traction. Dans ce cas, elle est appelée déformation de l'ingénieur, et par simplicité le terme « déformation » est simplement utilisé. Elle est calculée comme :

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (\text{B.1})$$

où ε est la déformation, l_0 la longueur d'origine du barreau et l la longueur du barreau en traction. Cette grandeur ne possède pas d'unité, elle est habituellement exprimée en %.

Fibre

Dans une poutre, la fibre représente un cylindre de matière d'une section infinitésimale qui suit la courbure moyenne de la poutre. Pour une poutre sollicitée en flexion pure, on appelle *fibre neutre* la fibre qui passe par le centre de gravité de chaque section de la poutre, cette dernière ne subit pas de contrainte ; la fibre la plus interne par rapport à la courbure se trouve en compression et la fibre la plus externe, appelée *fibre tendue*, est en tension.

Force

En 1687, Isaac Newton donne une définition de la force : « La force imprimée (vis impressa) est l'action par laquelle l'état du corps est changé, soit que cet état soit le repos, ou le mouvement uniforme en ligne droite. » [86]. Une force est une action mécanique exercée sur un corps, qui lui imprime une accélération ou le déforme. Elle est caractérisée par :

- son point d'application,
- sa direction,
- son sens,
- son intensité.

Par conséquent, une force est représentée mathématiquement par un vecteur. L'unité de l'intensité de la force est une unité dérivée du système international : le newton, noté N (kg m s^{-2} dans le système international).

Loi de Hooke

Elle caractérise le comportement d'un matériau dans son domaine élastique lors d'une sollicitation uniaxiale à du module de Young :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (\text{B.2})$$

où σ est la contrainte normale à la sollicitation et E le module de Young. La déformation élastique est donc linéaire par rapport à la contrainte.

Module de Young

Aussi appelé module d'élasticité, le module de Young est une caractéristique du matériau qui dépend, entre autres, de la température. Il représente la contrainte mécanique nécessaire qui amènerait à un allongement de 100 % du matériau. Il correspond à la dérivée de la courbe contrainte-déformation au point d'abscisse 0. Le module de Young représente donc la rigidité d'un matériau et est exprimé en pascal (Pa).

Plasticité

Elle représente la capacité du matériau à se déformer de manière irréversible. Les matériaux fragiles ne se déforment pas de manière plastique.

Poutre

On appelle poutre un corps dont une dimension est grande par rapport aux deux autres.

Modes de ruptures

On appelle mode de rupture un mécanisme de création ou de propagation d'une fissure dans un matériau. La [figure B.1](#) montre les trois modes de rupture ou de propagation de fissure : ouverture, cisaillement et vissage.

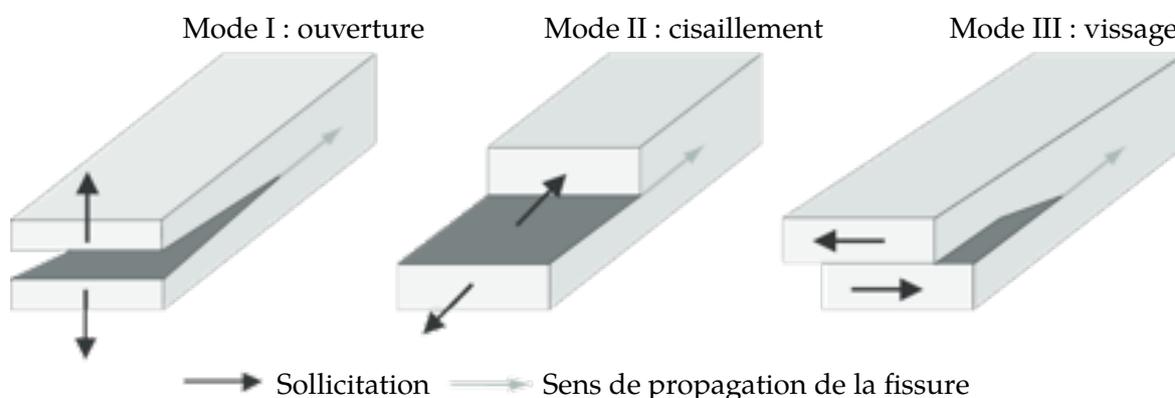


FIGURE B.1 – Différents modes de rupture [87].

Élasticité

C'est une propriété intrinsèque des matériaux. L'élasticité correspond à la capacité des matériaux à retrouver leur configuration de référence après avoir subi une déformation. Tous les matériaux possèdent un domaine élastique : tant que la déformation ne dépasse pas un certain niveau, le matériau retourne à sa configuration de référence après relâchement de la contrainte. Au-delà de son domaine élastique, un matériau fragile se rompra alors qu'un matériau ductile se déformera de manière plastique : ce dernier ne retourne pas à sa configuration de référence après relâchement de la contrainte.

C Mesures des éprouvettes de flexion quatre points

Référence de l'échantillon	Brasure	Épaisseur de la brasure (μm)	h (mm)	b (mm)
1	CEA 1	145	3,86	2,94
2	CEA 1	145	3,88	2,90
3	CEA 1	145	3,86	2,92
4	CEA 1	145	3,86	2,90
5	CEA 1	145	3,84	2,90
6	CEA 1	145	3,84	2,90
7	CEA 1	145	3,86	2,92
40	CEA 1	50	3,86	2,90
41	CEA 1	50	3,86	2,90
42	CEA 1	50	3,84	2,90
43	CEA 1	50	3,84	2,90
44	CEA 1	50	3,90	2,94
20	CEA 1	100	3,90	2,96
21	CEA 1	100	3,90	2,96
22	CEA 1	100	3,88	2,94
23	CEA 1	100	3,90	2,96
24	CEA 1	100	3,90	2,94
25	CEA 1	100	3,88	2,96
10	CEA 0	140	3,92	2,94
11	CEA 0	140	3,86	2,94
12	CEA 0	140	3,90	2,94
13	CEA 0	140	3,90	2,96
14	CEA 0	140	3,88	2,92
30	CEA 0	100	3,90	2,96
31	CEA 0	100	3,90	2,94
32	CEA 0	100	3,90	2,96
33	CEA 0	100	3,88	2,96
34	CEA 0	100	3,88	2,96
35	CEA 0	100	3,90	2,96
50	CEA 0	50	3,88	2,94
51	CEA 0	50	3,86	2,94
52	CEA 0	50	3,86	2,92
53	CEA 0	50	3,86	2,92
54	CEA 0	50	3,86	2,94
55	CEA 0	50	3,86	2,92
56	CEA 0	50	3,86	2,94

Index

- Acquisition, 35, 42
 - déformation, 31
 - émission acoustique, 31
- Analogique
 - entrée, 65, 68, 78
 - filtre, 75
 - sortie, 63
- Clivage, 12, 55, 110
- Compression, 34, 40, 51
- Conductivité thermique, 6, 7, 9, 10, 86
- Déformation, 29, 30, 32, 35, 37, 40, 42
 - jauges, 31, 32
 - permanente, 38, 45, 50, 55
- Diffusivité thermique, 6, 7, 92
- Décohésion, 53
- Effet Kaiser, 51, 53, 55, 102, 105
 - définition, 23
- Eutectique, 11, 12, 52, 53, 94, 111
- Faïençage, 53
- Fenêtres temporelles, 24, 34, 77
- Fissure, 50, 53, 56
 - multiple, 53
- Flexion quatre points, 29, 32
- Forme d'onde, 47, 69
- Guide d'ondes, 24, 66, 68, 78, 93
 - échos, 69
- Isotrope, 29, 34, 37, 40, 120
- Localisation, 19, 26, 70, 106
 - configuration, 77
 - maille, 71
 - planaire, 72
 - triangulation, 72
- Module de Young, 38, 42, 43, 45
- Moment quadratique, 29
- Pyromètre, 65, 74, 89, 92, 94, 95
- Rupture, 35, 42, 55, 56
 - cohésive, 51, 52, 55
 - contrainte, 32, 40, 41
 - déformation, 45
 - détection, 37, 38
 - force, 32
 - type, 51
- Régulation, 63, 64, 73, 75
- Thermocouple, 65, 67, 68, 74, 76, 91, 92, 120
- Thermomécanique
 - caractérisation, 13, 57, 120
 - comportement, 8, 85, 112
 - définition, 6
 - contrainte, 83
 - essai, 70, 105, 109, 111, 121
- Traction, 32, 34, 37, 40, 56

Résumé

Cette thèse s'inscrit, dans un contexte de transition énergétique, dans une démarche d'optimisation des systèmes de production d'énergie renouvelable. L'augmentation des performances des centrales solaires à tour passe par l'amélioration des récepteurs pour atteindre de plus hautes températures ou une plus grande longévité. Le carbure de silicium est un matériau prometteur pour cet usage. Cependant les pièces de grandes dimensions ne peuvent pas être réalisées d'un seul morceau : il est indispensable d'avoir recours à un procédé d'assemblage. Les brasures de type BraSiC[®] ont été développées pour réaliser des assemblages de carbure de silicium supportant des températures de l'ordre de 1000 °C, mais leur comportement thermomécanique est mal connu. La compréhension des mécanismes de rupture ainsi que la connaissance des limites d'utilisation de ces matériaux est essentielle pour pouvoir réaliser des récepteurs fiables. Le banc IMPACT est un outil qui a été développé pour réaliser la caractérisation des matériaux dans des conditions d'utilisation sévères, sous flux solaire concentré. Deux nuances de brasures BraSiC[®] ont été étudiées : CEA 0 et CEA 1. Les résultats montrent que la nuance CEA 1 est plus résistante vis-à-vis des contraintes thermomécaniques. Deux mécanismes d'endommagement des brasures ont été identifiés à l'aide de l'émission acoustique. De plus, une piste prometteuse est avancée pour un modèle prédictif de la rupture.

Abstract

This thesis is part of an approach to optimising renewable energy production systems in the context of the energy transition. In order to increase the performance of solar tower power plants, it is necessary to improve the receivers in order to reach higher temperatures or a longer life span. Silicon carbide is a promising material for this purpose, but large parts cannot be made in one piece: a joining process is required. BraSiC[®] brazing alloys have been developed to produce silicon carbide assemblies that can withstand temperatures of the order of 1000 °C, but their thermomechanical behaviour is poorly understood. The understanding of the failure mechanisms as well as the knowledge of the limits of use of these materials is essential to be able to produce reliable receivers. The IMPACT bench was developed to characterise materials under severe conditions of use, under concentrated solar flux. Two grades of BraSiC[®] braze alloys have been studied: CEA 0 and CEA 1. The results show that the CEA 1 grade is more resistant to thermomechanical stresses. Two damage mechanisms of the braze alloys were identified using acoustic emission. In addition, a promising approach to a predictive fracture model is presented.