

# Caractérisation et localisation de l'endommagement dans les matériaux sous contrainte thermique : application de l'émission acoustique

Florian BONZOMS<sup>a</sup>, Reine REYOY-PRATS<sup>a</sup>, Olivier FAUGEROUX<sup>a</sup>, Stéphane THIL<sup>a</sup>, Alain PROUST<sup>b</sup>, Thierry CHOTARD<sup>c</sup>

<sup>a</sup> Laboratoire PROMES, Perpignan, France ; <sup>b</sup> SAS Mistras Group, Sucy-en-Brie, France ;

<sup>c</sup> laboratoire IRCER, Limoges, France

Courriels : [florian.bonzoms@promes.cnrs.fr](mailto:florian.bonzoms@promes.cnrs.fr), [reine.reyo@promes.cnrs.fr](mailto:reine.reyo@promes.cnrs.fr), [faugeroux@univ-perp.fr](mailto:faugeroux@univ-perp.fr), [stephane.thil@univ-perp.fr](mailto:stephane.thil@univ-perp.fr), [alain.proust@mistrasgroup.com](mailto:alain.proust@mistrasgroup.com), [thierry.chotard@unilim.fr](mailto:thierry.chotard@unilim.fr)

**Résumé** - Le contexte de transition énergétique conduit à améliorer les performances des systèmes de production d'énergie renouvelable, dont les récepteurs des centrales solaires. Dans cette optique, la maîtrise des assemblages en carbure de silicium est cruciale. Le comportement thermomécanique de tels assemblages est encore mal connu. Ici, deux types de brasures sont testés sous flux solaire concentré afin de déterminer leur comportement thermomécanique en conditions sévères.

## Nomenclature

$P_{ph}$	puissance palier haut, W	$t_{pb}$	durée de palier bas, s
$P_{pb}$	puissance palier bas, W	$t_m$	durée de montée, s
$t_{rd}$	durée de la rampe de début, s	$t_{rf}$	durée de la rampe de fin, s
$t_{ph}$	durée de palier haut, s	$n_c$	nombre de cycles
$t_d$	durée de descente, s		

## 1. Introduction

La consommation mondiale d'énergie a atteint près de 600 EJ en 2020, dont 12 % ont été produites à l'aide de ressources renouvelables [1]. 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. Les centrales solaires à concentration (CSP) comptent aujourd'hui 6,2 GW installés dans le monde entier, 1,4 GW en construction et 1,5 GW en projet [2]. Elles ont produit 14 TWh d'électricité en 2020 et devraient produire 240 TWh en 2030 dans le cadre de ce scénario [3]. Parmi les technologies CSP, les centrales cylindro-paraboliques sont les plus répandues. Néanmoins, les centrales à tour sont avantageuses car elles permettent d'obtenir des facteurs de concentration plus élevés et donc des températures de fluide caloporteur plus importantes, de 600 °C à 1 200 °C. Ceci permet un stockage plus aisé ainsi qu'un meilleur rendement de conversion en électricité, conformément au théorème de Carnot.

Afin de pouvoir absorber le flux solaire incident concentré tout en résistant aux fortes sollicitations thermo-mécaniques, les récepteurs de centrales solaires CSP sont souvent constitués d'alliages métalliques à base de nickel, tels que l'Inconel 625 et l'Haystelloy C-276 [4]. Au contact de sels fondus utilisés comme fluide caloporteur, ces métaux sont plus résistants à la corrosion que des aciers inoxydables [5]. Cependant, au-delà de 650 °C environ, ces matériaux peuvent subir une déformation par fluage [6]. L'usage des récepteurs céramiques à base de SiC est également adapté aux centrales CSP [7, 8]. La conductivité thermique et l'absorptivité élevées du SiC permettent une bonne conversion solaire/chaud. Chimiquement inerte jusqu'à 1 400 °C environ et ayant une faible dilatation thermique, des températures supérieures peuvent être envisagées [4, 9]. Ainsi, un meilleur rendement de conversion électrique peut être obtenu.

Afin de faciliter la réalisation de récepteurs céramiques de grande taille, il est possible d'assembler plusieurs parties à l'aide de brasures. Cet assemblage peut être à l'origine de points faibles dans la structure mécanique de l'ensemble du récepteur. Il est donc nécessaire de déterminer expérimentalement les conditions pouvant entraîner l'endommagement du matériau [10, 11]. Dans la présente étude, nous nous intéressons à des échantillons de SiC assemblés à l'aide d'une brasure BraSiC®. Ceux-ci ont été soumis à un flux solaire concentré élevé. La tenue de la brasure en fonction de son épaisseur et des chocs thermiques subis a été étudiée grâce à la détection des émissions acoustiques enregistrées pendant le cyclage, à l'aide du dispositif IMPACT [12]. Après avoir présenté le banc expérimental, nous revenons sur la méthode de localisation des contraintes thermiques et mécaniques à l'aide de la détection des émissions acoustiques de l'échantillon, puis nous décrivons les matériaux et les cycles imposés. Ensuite, nous détaillons les résultats obtenus, en nous attardant sur les principales caractéristiques des échantillons ayant été endommagés jusqu'à la rupture.

## 2. Matériel et méthode

### 2.1. Banc expérimental

Le banc IMPACT est un dispositif permettant de déterminer le comportement thermo-mécanique d'un matériau [12]. Ce dispositif accepte des échantillons de 100 mm de diamètre pour une épaisseur de 3 à 5 mm. Les échantillons sont chauffés par voie solaire, à l'aide d'une parabole (figure 1). Un kaléidoscope permet d'homogénéiser le flux solaire sur une surface de 4 cm<sup>2</sup> (figure 2). Le flux résultant est considéré constant sur toute la surface irradiée. L'échantillon est supporté par trois tiges en alumine.

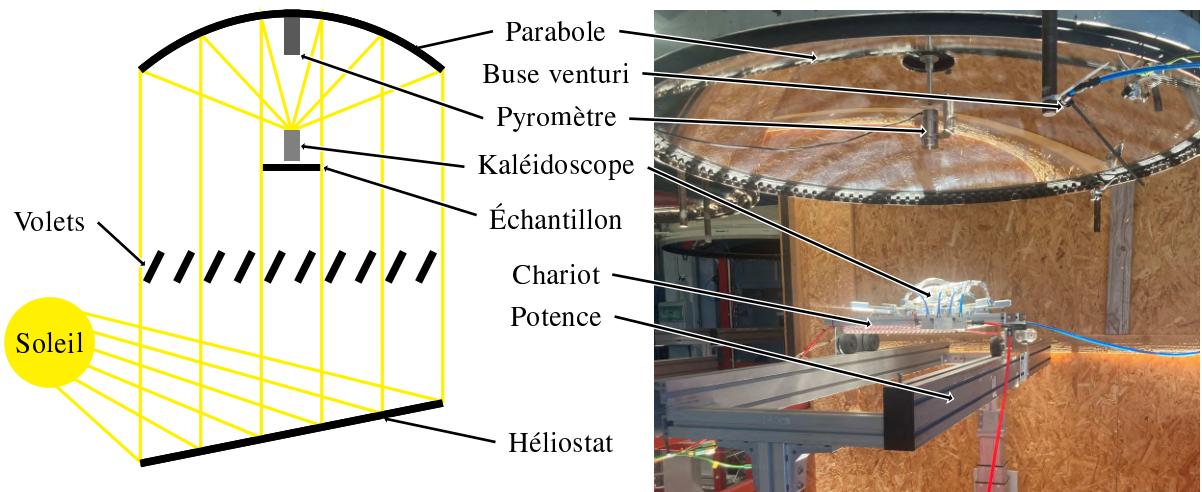


Figure 1 : Schéma de principe et photographie du banc IMPACT.

Six capteurs permettent d'analyser l'émission acoustique (figure 2). Le bord de l'échantillon pouvant atteindre 600 °C, afin d'éviter une surchauffe des capteurs, des guides d'onde en alumine permettent d'éloigner ces derniers de l'échantillon. Un ressort permet d'avoir une pression constante sur le capteur et l'échantillon. La position des guides d'ondes sur l'échantillon permet de récupérer les ondes longitudinales, qui sont les plus rapides (vitesses longitudinale et transversale respectivement de 12,02 km s<sup>-1</sup> et 7,67 km s<sup>-1</sup> dans le SiC [13]). Ceci permet de faciliter la localisation par double triangulation dans l'échantillon. Des cycles de chauffe peuvent être définis, grâce à un module permettant de contrôler la position des volets (représentés figure 1) : en occultant plus ou moins la parabole, il est possible de faire varier le flux solaire atteignant

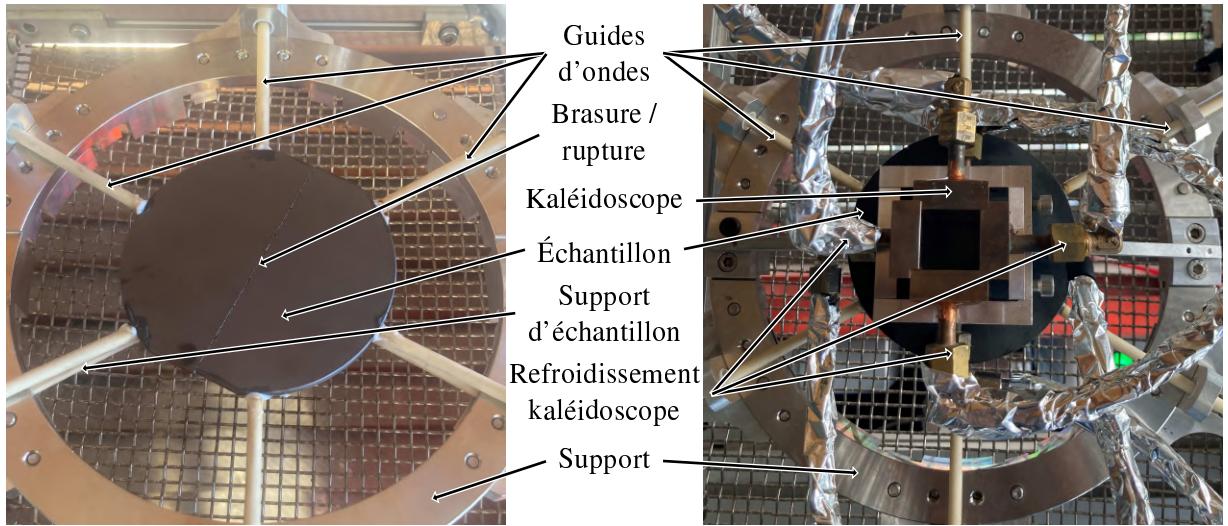


Figure 2 : Échantillon (après rupture) dans son support avec et sans le kaléidoscope, vu de dessus.

l'échantillon. Les expériences ont été conduites sur une parabole de 1,5 m de diamètre (puissance utile de 800 W).

La température de l'échantillon est mesurée par trois thermocouples et un pyromètre. Les thermocouples sont positionnés en face arrière de l'échantillon. Le pyromètre est fixé à la parabole dans son axe (figure 1). Afin d'éviter la surchauffe du kaléidoscope, de l'eau froide circule à l'intérieur (figure 2). Pour éviter que des vapeurs (combustion de poussière, couplant...) encrassent la parabole, une buse venturi souffle un flux d'air en continu entre la parabole et le banc expérimental (figure 1). Ce flux d'air est positionné afin de ne pas créer de parasites au niveau des capteurs d'émission acoustique.

## 2.2. Émission acoustique

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 [14]. 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 de propagation de même fonction de transfert produira un même type de salve. 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 [15].

L'acquisition de l'émission acoustique dépend de plusieurs paramètres qui permettent de bien définir les salves. En effet, il est nécessaire de régler les différentes fenêtres temporelles, le seuil et la vitesse dans le matériau. Cette dernière se mesure directement sur le matériau à l'aide de deux capteurs que l'on espaces d'une distance connue et une source type Hsu-Nielsen [16]. La vitesse moyenne de l'onde dans le matériau est directement calculée :  $v = d/\Delta t$ , avec  $v$  la vitesse (en  $\text{m s}^{-1}$ ),  $d$  la distance entre les deux capteurs (en m) et  $\Delta t$  la différence entre les instants d'arrivées (en s) au niveau des deux capteurs. Le début de la salve correspond au premier dépassement de seuil. La figure 3 montre les trois fenêtres temporelles : PDT (*peak definition time*), HDT (*hit determination time*) et HLT (*hit lockout time*). Dans le cas des échantillons en SiC : PDT = 60  $\mu\text{s}$ , HDT = 60  $\mu\text{s}$  et HLT = 600  $\mu\text{s}$ .

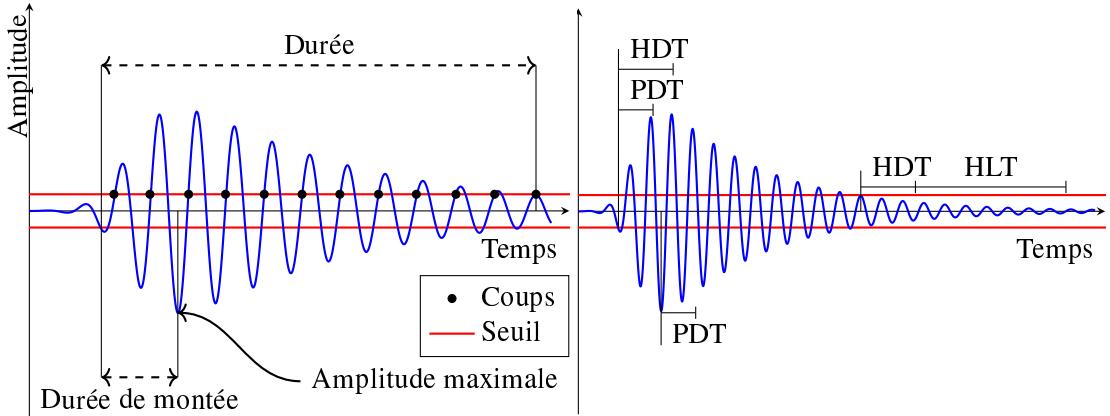


Figure 3 : Exemple de descripteurs sur une salve et définition des fenêtres temporelles.

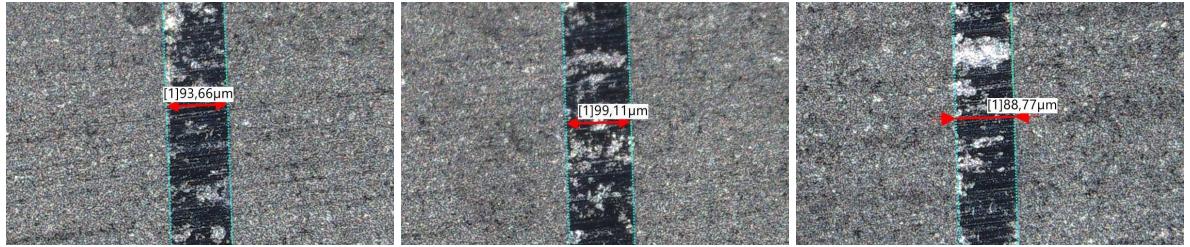
L'intérêt principal de cette méthode est de pouvoir opérer *in situ* et suivre en temps réel l'endommagement d'un matériau. Cette méthode présente aussi l'avantage de couvrir un large spectre dimensionnel de défauts, en plus de permettre leur localisation [12].

### 2.3. Échantillons testés

Les échantillons se décomposent en quatre types : un échantillon d'Inconel 625, deux échantillons de SiC homogène, neuf échantillons en SiC brasés CEA 0 et neuf brasés CEA 1. Ces échantillons sont des disques de 100 mm de diamètre avec 4 mm d'épaisseur pour les échantillons en SiC et 5 mm pour ceux en Inconel 625. L'échantillon d'Inconel 625 est dans un état oxydé avant essai. On ajoutera que les échantillons de SiC homogène (Yasmine 1 et Yasmine 2) ainsi que l'échantillon d'Inconel (Inconel 1) ont déjà subi des essais sur le banc IMPACT [12].

Les brasures de type BraSiC® sont composées de silicium accompagné d'un élément métallique [17]. Elles sont dites non réactives, c'est-à-dire qu'aucun composé autre que celui du substrat de brasage ou de la brasure ne se forme. Il n'y a pas de formation de produit de réaction à l'interface SiC/brasure et la dissolution des éléments du SiC dans l'alliage est très limitée aux températures de brasage (maximum 1 450 °C) [17]. Une étude a montré que des liaisons covalentes se forment à l'interface SiC/BraSiC [18] ce qui laisse présager une grande résistance de l'interface.

Trois exemplaires de chaque type d'échantillon sont disponibles. Deux brasures différentes sont considérées (CEA 0 et CEA 1) avec, pour chaque type de brasure, trois épaisseurs visées : 50, 100 et 140 µm. Des observations au microscope optique ont permis de mesurer l'épaisseur réelle de la brasure. Ces observations ont mis en exergue une différence d'épaisseur de brasure entre les bords et le centre de l'échantillon. La figure 4 montre les mesures effectuées sur l'échantillon 8674. Ce phénomène se retrouve sur tous les échantillons de manière plus ou moins importante. En effet, la variation moyenne de l'épaisseur de la brasure est de 10 µm. Sur les brasures de faible épaisseur (50 µm visés), cette variation peut alors représenter jusqu'à 22 % de variation par rapport à la plus grande épaisseur mesurée sur l'échantillon. Le tableau 1 donne l'épaisseur au centre et le type de brasure pour chaque échantillon. Compte tenu du procédé de fabrication, on fait l'hypothèse que cette variation d'épaisseur n'influe pas sur la résistance des échantillons.



(a) Épaisseur (bord 1) : 93,66  $\mu\text{m}$  (b) Épaisseur (centre) : 99,11  $\mu\text{m}$  (c) Épaisseur (bord 2) : 88,77  $\mu\text{m}$

Figure 4 : Clichés au microscope optique avant passage sur le banc IMPACT de l'échantillon 8674, pour mesure de l'épaisseur de la brasure. En (a) et (c) des mesures proches du bord de l'échantillon, en (b) une mesure au centre de l'échantillon (au niveau de la zone irradiée).

Référence du cycle	$t_{rd}$ (s)	$t_{ph}$ (s)	$t_d$ (s)	$t_{pb}$ (s)	$t_m$ (s)	$t_{rf}$ (s)	$n_c$ (-)	$P_{ph}$ (W)	$P_{pb}$ (W)
I	20	60	10	60	10	20	15	800	200
II	20	30	5	30	5	20	30	850	300
III	30	45	15	45	15	30	15	850	300
IV	30	45	2	45	2	30	20	850	300
V	30	60	30	60	30	20	10	850	300

Tableau 1 : Récapitulatif des échantillons et des cycles réalisés.

## 2.4. Cycles

Les cycles réalisés, illustrés par la figure 5, sont décrits dans le tableau 1 pour chaque type de cycles. Une première série d'essais a été réalisée comme référence (référence I dans le tableau 1). Les cycles réalisés sur cette série sont proches de ceux qui avaient été réalisés sur les échantillons de SiC homogène [12]. Des cycles d'amplitude légèrement plus faible ont été ensuite réalisés, avec des variations sur la durée de chaque cycle.

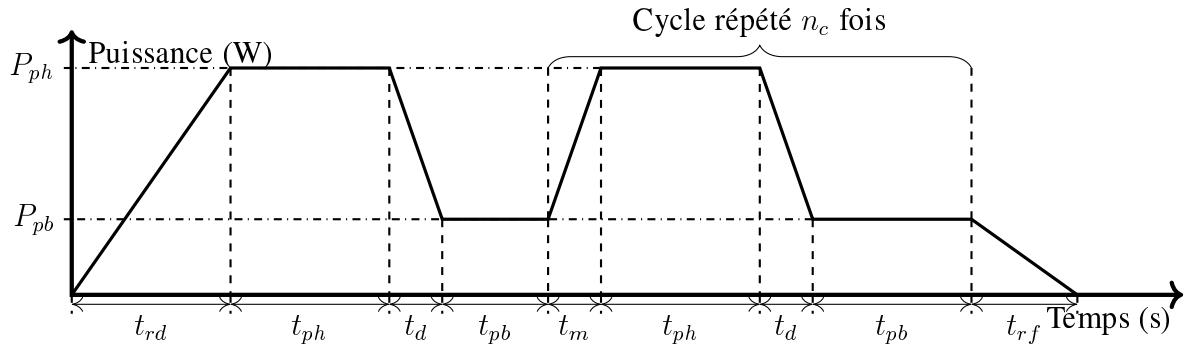


Figure 5 : Schéma descriptif des cycles réalisés.

## 3. Résultats

Les résultats obtenus sont décrits dans cette partie : le tableau 2 récapitule les expériences réalisées, la figure 7 présente un exemple de salves enregistrées lors d'une expérience, et la figure 6 des clichés pris au microscope électronique. Tous les échantillons qui sont allés jusqu'à la rupture ont cassé dans la brasure. On peut voir sur la figure 6a que la ligne de fracture est sortie de la brasure sans que l'interface ne dévie la ligne de fracture. On remarque aussi que la rupture suit l'interface à certains endroits (en haut de la figure 6b), ce qui pourrait laisser penser

Brasure CEA 0				Brasure CEA 1			
Ref.	Épaisseur (µm)	Ref. cycle	Casse	Ref.	Épaisseur (µm)	Ref. cycle	Casse
8694	53	I	non	8689	52	I	non
8692	52	III	non	8691	52	II	non
8693	54	V	non	8690	55	IV	non
8686	99	I	oui	8674	99	I	non
8688	100	III	oui	8685	115	II	non
8687	129	V	oui	8684	102	IV	non
8681	146	I	oui	8680	145	I	non
8683	146	III	oui	8679	145	II	oui
8682	142	V	oui	8678	143	IV	non

Tableau 2 : Récapitulatif des expériences réalisées.

à une rupture adhésive (décollement de la brasure). Cependant la partie de gauche a été observée au niveau de la tranche (figure 6c) et on distingue clairement qu'il s'agit de la brasure. En effet une rupture dans le SiC présente un faciès très différent (figure 6d). On peut donc conclure que cela ne correspond pas à une rupture adhésive mais à une rupture cohésive (rupture dans la brasure).

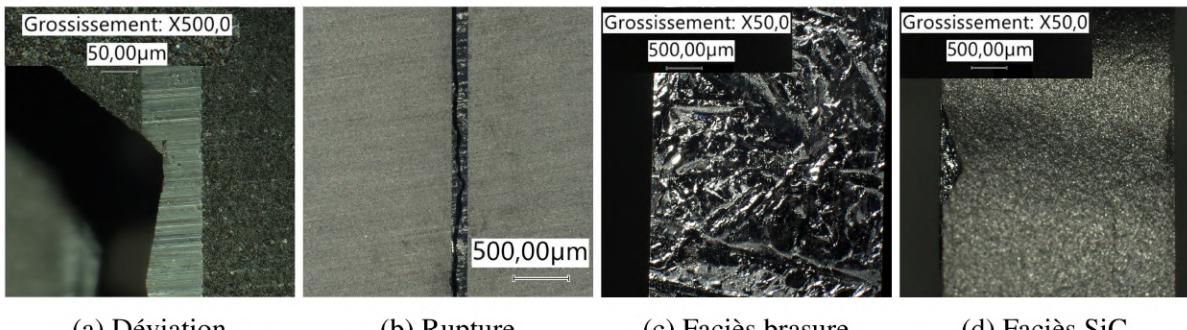


Figure 6 : Clichés au microscope optique après essai sur IMPACT. En (b) l'échantillon 8687, en (c) le 8687 au niveau de la tranche, en (d) le 8688 sur la tranche, en (a) le 8688.

D'un autre côté, les échantillons qui ont cassé sont majoritairement des échantillons brasés CEA 0, et dont la brasure présente une forte épaisseur. En effet, on peut noter dans le tableau 2 qu'aucun échantillon dont l'épaisseur de brasure est inférieure ou égale à 55 µm n'a cédé. Il serait intéressant de réaliser des essais sur des épaisseurs de brasure intermédiaires (60 à 90 µm) pour déterminer l'épaisseur critique qui conduit à la rupture. Les hypothèses principales qui expliquent ce comportement sont qu'une épaisseur fine de brasure limite les écarts de température entre la brasure et le SiC, et que plus la brasure est fine, moins la déformation totale est importante. En effet, les coefficients de dilatation thermique de la brasure et du SiC sont différents. Du côté de l'émission acoustique, les événements de la rupture ont été localisés au niveau de la brasure, plus fréquemment à mi-chemin entre le bord du kaléidoscope et le bord de l'échantillon. La figure 7 montre les salves enregistrées au cours de l'essai pour l'échantillon 8687. La ligne rouge verticale correspond à la rupture. Du point de vue des salves cumulées, on remarque qu'il y a moins de salves lors du dernier cycle avant rupture. De plus, on remarque un effet Kaiser en température : tant que la température n'atteint pas la température maximale du cycle précédent, il n'y a pas, ou peu, d'émission acoustique. Ce phénomène est fréquent en fatigue des matériaux. Les salves enregistrées après la rupture sont suspectées d'être dues aux frottements entre les deux parties de l'échantillon.

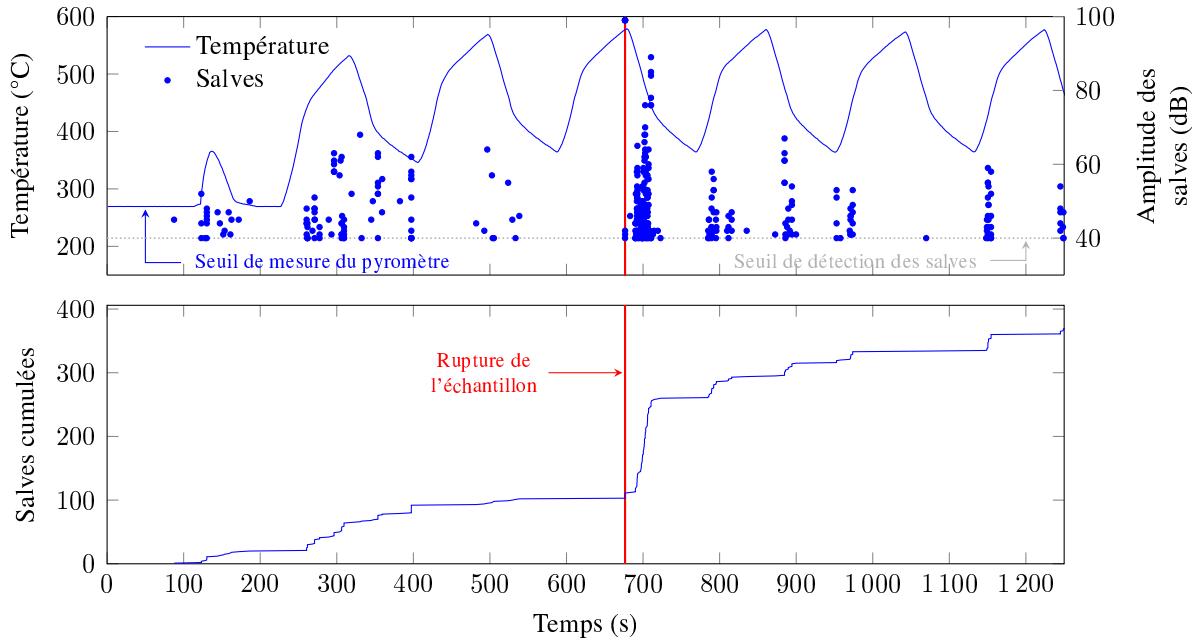


Figure 7 : Échantillon 8687, en haut les salves d'émission acoustique enregistrées et la température du pyromètre, en bas les salves cumulées. On remarque un plateau au niveau des salves cumulées, avant la rupture.

## 4. Conclusion

On peut conclure que l'interface brasure / SiC n'est pas le point faible des assemblages. En effet, l'interface ne dévie pas la ligne de fracture quand cette dernière la traverse. Cela concorde avec des résultats obtenus lors d'essais mécaniques [11]. De plus, la brasure CEA 0 est moins résistante d'un point de vue thermomécanique que la brasure CEA 1. Les erreurs de localisation des événements acoustiques ne permettent pas de dire si la rupture a eu lieu dans la brasure ou juste à côté. Cependant la plupart des échantillons ont rompu dans la brasure, qui constitue donc le point faible de ces assemblages. Le « plateau » visible au niveau des salves cumulées semble montrer un comportement caractéristique avant rupture.

Pour finir, les assemblages SiC / BraSiC® permettent de réaliser des pièces de grande taille nécessaires pour les installations de production énergétique. Cependant, le comportement de ces assemblages semble présager d'une utilisation délicate en situation réelle pour la brasure CEA 0, au moins pour les fortes épaisseurs. La brasure CEA 1, ainsi que les brasures de faibles épaisseurs, vont nécessiter davantage d'investigations. Une prochaine campagne d'essais est prévue sur une parabole de 2 m de diamètre, de puissance utile plus importante que l'actuelle, ce qui devrait permettre de faire subir des contraintes plus importantes aux échantillons. Ainsi il sera possible de confirmer les résultats obtenus lors de cette première campagne d'essais.

## Références

- [1] IEA, « Net Zero by 2050 - A Roadmap for the Global Energy Sector », rap. tech., International energy agency, 2021.
- [2] « CSP Projects Around the World ». [www.solarpaces.org/csp-technologies/csp-projects-around-the-world/](http://www.solarpaces.org/csp-technologies/csp-projects-around-the-world/).
- [3] P. BOJEK et B. HEYMI, « Renewable Power ». [www.iea.org/reports/renewable-power](http://www.iea.org/reports/renewable-power).

- [4] C. K. HO, « Advances in central receivers for concentrating solar applications », *Solar Energy*, vol. 152, p. 38–56, août 2017.
- [5] C. Q. GÓMEZ, F. P. GARCÍA, A. ARCOS, L. CHENG, M. KOGIA et M. PAPELIAS, « Calculus of the defect severity with EMATs by analysing the attenuation curves of the guided waves », *Smart Structures and Systems*, vol. 19, no. 2, p. 195–202, 2017.
- [6] T. W. NEISES, M. J. WAGNER et A. K. GRAY, « Structural Design Considerations for Tubular Power Tower Receivers Operating at 650°C », in *ASME 2014 8th International Conference on Energy Sustainability*, (Boston, Massachusetts, USA), American Society of Mechanical Engineers, juin 2014.
- [7] V. CASALEGNO, L. FERRARI, M. JIMENEZ FUENTES, A. DE ZANET, S. GIANELLA, M. FERRARIS et V. M. CANDELARIO, « High-Performance SiC-Based Solar Receivers for CSP : Component Manufacturing and Joining », *Materials*, vol. 14, août 2021.
- [8] A. ORTONA, T. FEND, H. YU, K. RAJU, P. FITRIANI et D. YOON, « Tubular Si-infiltrated SiCf/SiC composites for solar receiver application—Part 1 : Fabrication by replica and electrophoretic deposition », *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 132, p. 123–130, jan. 2015.
- [9] K. M. ARMIJO, M. WALKER, J. CHRISTIAN, D. MADDEN, M. STAVIG, S. OLIVERIO et H. FEINROTH, « Thermal shock resistance of multilayer silicon carbide receiver tubes for 800°C molten salt concentrating solar power application », in *SOLARPACES 2019 : International Conference on Concentrating Solar Power and Chemical Energy Systems*, (Daegu, South Korea), 2020.
- [10] L. M. NGUYEN, O. GILLIA, E. RIVIÈRE et D. LEGUILLO, « Mechanical properties and failure criterion of silicon-based joints », *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol. 31, no. 2, p. 107–117, 2010.
- [11] V. CHAUMAT, G. ROUX et F. GRENOBLE, « Multi-staged brazing using the BraSiC ® process for the fabrication of very large and / or complexe SiC based components. », rap. tech., CEA, Grenoble.
- [12] Y. LALAU, *Étude Du Comportement Thermomécanique de Matériaux Sous Irradiation Solaire Concentrée : Développement Expérimental et Modélisation*. Thèse doctorat, Université de Perpignan, 2017.
- [13] D. E. GRADY, « Shock-wave strength properties of boron carbide and silicon carbide », *Journal De Physique. IV : JP*, vol. 4, no. 8, 1994.
- [14] ISO12716, « Essais non destructifs - Contrôle par émission acoustique - Vocabulaire », 2001.
- [15] N. GODIN, P. REYNAUD et G. FANTOZZI, *Émission Acoustique et Durabilité Des Composites*, vol. 2. ISTE, 2018.
- [16] AFNOR, « Essais non destructifs - Terminologie - Partie 9 : Termes utilisés en contrôle par émission acoustique », 2017.
- [17] N. LE MINH, *Caractérisation Mécanique de Jonctions Brasées SiC / BraSiC ® / SiC et Critère de Dimensionnement à La Rupture*. Thèse doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris, 2011.
- [18] M. LAMY, *Etude structurale et chimique par microscopie électronique en transmission d'interfaces SiC/siliciures de Co, Fe ou Ni*. Thèse doctorat, Institut national polytechnique de Grenoble, Grenoble, jan. 2000.