

Mesure de l'émissivité d'éprouvette à hautes températures

Nathanaëlle SONNECK-MUSEUX^{1*}, Emmanuel SCHEER¹ et Mathieu GILLET¹

¹DGA Techniques Aéronautiques – département Matériaux et Technologies aux flux – 10 rue du Four Solaire, BP 59, 66121 Font-Romeu-Odeillo-Via

* (auteur correspondant : nathanaelle.museux@intradef.gouv.fr)

Résumé - L'objectif de ces essais est de déterminer l'émissivité totale hémisphérique d'éprouvettes en TA6V dans la plage 800 – 1600°C. Les essais sont réalisés en exposant une face des éprouvettes à un éclairage solaire concentré. Les mesures à réaliser sont effectuées sur la face opposée. Le Four Solaire de 45 kW de DGA TA à Odeillo, piloté en température à l'aide d'un pyromètre, permet le chauffage des éprouvettes. L'oxydation rapide de la surface des éprouvettes conduit à des émissivités qui augmentent avec la température pour passer par un maximum voisin de 1 aux alentours de 1400°C et qui diminuent ensuite pour des températures plus élevées.

Nomenclature

| | | | |
|---------------------|------------------------------------|-----------------------|---------------------|
| L_{cn} | rayonnement émis par le corps noir | T | température, °C |
| L_m | rayonnement émis | <i>Symboles grecs</i> | |
| ε^*_{T} | émissivité totale hémisphérique | β | angle d'émission, ° |
| ε'_{T} | émissivité totale directionnelle | | |

1. Introduction

Des pièces en alliage de titane et notamment en TA6V constituent des éléments structuraux d'engins spatiaux (satellites, sondes spatiales, ...) et aéronautiques. Ces pièces sont soumises à des contraintes environnementales sévères et strictes : grandes variations de température, indice de résistance aux hautes températures, limitations des déformations dues aux effets thermoélastiques, ... Leur conception ainsi que les technologies utilisées prennent en compte ces impératifs. Le titane de par son faible coefficient de dilatation, sa résistance aux températures jusqu'à 1600°C et surtout sa faible masse volumique, lui permet d'être compétitif pour la réalisation de ces éléments.

De plus, avec l'arrivée sur le marché des imprimantes 3D, ces pièces en alliage de titane deviennent faciles à fabriquer et à moindre coût. Malgré cela, on trouve encore très peu d'information dans la littérature sur les propriétés thermo-optiques de ces matériaux aux hautes températures.

Cette étude s'intéresse donc à l'émissivité totale hémisphérique d'éprouvette en TA6V dans la plage 800 – 1600°C (température limite) et dans la gamme 0,6-40 μm , sachant que l'éprouvette est soumise à un flux de rayonnement solaire.

2. Matériel et Méthode

Nous disposons de 7 éprouvettes en TA6V.

Les émissivités des éprouvettes sont déterminées par une méthode directe.

Elle comporte deux étapes :

- 1 - mesure de la température de surface de l'échantillon : cette valeur permet de calculer le rayonnement émis par un corps noir dans les mêmes conditions (L_{cn});
- 2 - mesure du rayonnement émis par cette surface (L_m).

Par définition, l'émissivité est le rapport L_m/L_{cn} .

2.1. Chauffage des éprouvettes

Les essais sont réalisés à haute température dans un environnement froid en exposant une face des éprouvettes à un éclairage solaire concentré. Les mesures à réaliser sont effectuées sur la face opposée. L'échantillon est maintenu au point focal du Four Solaire par une « mâchoire » sur deux tranches opposées et placé derrière un diaphragme réfrigéré par circulation d'eau, de manière à n'éclairer qu'une des faces.

Le chauffage des éprouvettes est réalisé à l'aide du four solaire de 45 kW (FS45) de DGA (Direction Générale de l'Armement) Techniques Aéronautiques à Odeillo. Il s'agit d'un four solaire à double réflexion à flux paramétrable (Figure 1).

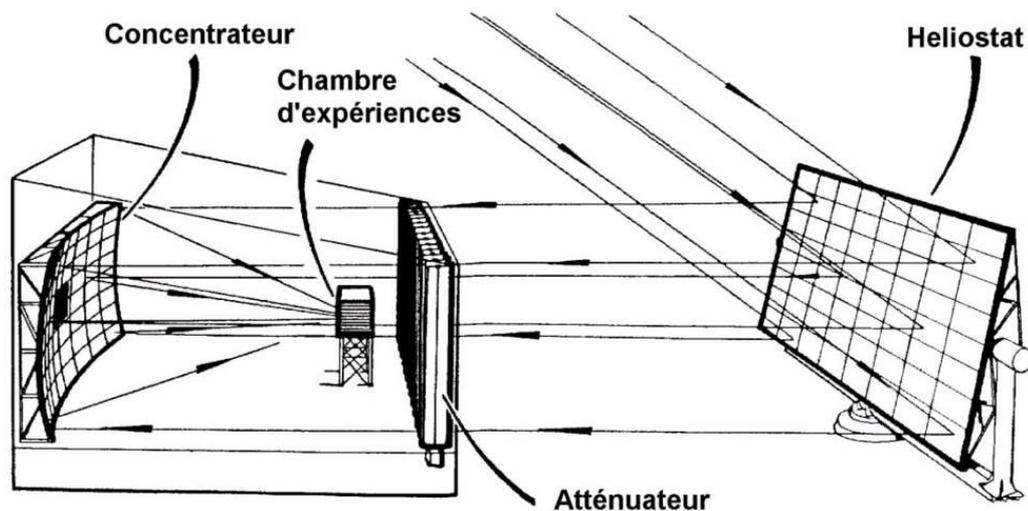


Figure 1 : Schéma de principe du Four Solaire DGA

La distribution spatiale de l'énergie concentrée dans le plan focal est circulaire, avec une intensité constante à 10% près sur un diamètre de 50 mm (Figure 2), soit la moitié du diamètre total de la zone irradiée.

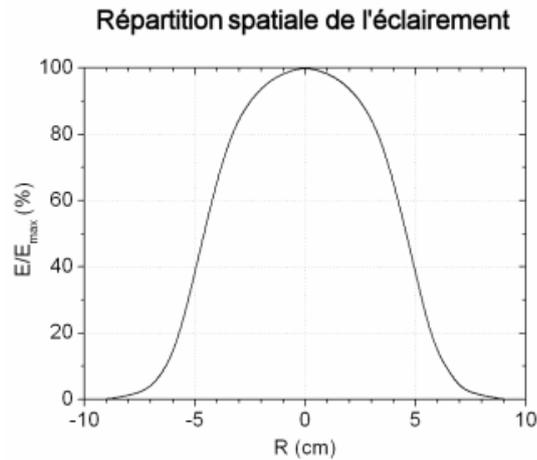


Figure 2 : Répartition spatiale de l'éclairement dans le plan focal (ajustement par polynôme sur données réelles)

Pour cette étude, le modulateur de flux à volets (atténuateur – Figure 1) est asservi de manière à ce que la face exposée de l'éprouvette suive une loi de température de type palier. Dans ce mode de pilotage, le système est piloté en boucle fermée à l'aide d'un pyromètre visant la face exposée. L'émissivité de l'échantillon étant inconnue (ou mal connue), on ne connaît pas la valeur exacte du palier de température imposée en face exposée mais on sait que cette température reste constante pendant la durée des mesures réalisées en face arrière.

Remarque : deux éprouvettes ont été utilisées pour la mise au point du pilotage de l'installation. L'objectif était d'établir un bilan global, englobant l'écart sur la température face exposée (dû à une méconnaissance de l'émissivité) et le gradient de température dans l'épaisseur de l'éprouvette, de manière à obtenir en face arrière un palier de température au niveau souhaité. La température de la surface étudiée reste donc constante, mais doit être déterminée a posteriori. Néanmoins, les essais réalisés sur une des éprouvettes montrent une oxydation du TA6V. La délamination de la pellicule d'oxyde formée, par les modifications cycliques qu'elle entraîne sur l'émissivité apparente de la surface exposée, ne permet pas d'obtenir un réel plateau de température en face arrière mais une température qui varie dans une certaine fourchette autour d'une valeur moyenne. En ajustant les paramètres de l'asservissement [1], il a été possible de réduire l'amplitude de ces variations à environ 2% de la valeur moyenne du plateau.

2.2. Mesure de température

Plusieurs techniques redondantes ont été utilisées pour contrôler ou mesurer la température réelle de la surface étudiée de l'éprouvette.

2.2.1. Mesure par contact (thermocouple)

Les thermocouples utilisés sont de type B (Pt30%Rh-Pt6%Rh) résistant jusqu'à 1700°C et associés à un conditionneur qui linéarise le signal tension en température. Ils sont introduits dans un trou de 5 mm de profondeur percé au préalable, perpendiculairement au flux, sur la tranche de l'éprouvette en alliage de titane.

2.2.2. Mesure par pyrométrie

Un pyromètre optique infrarouge (Impac) en bande 8-14 μm permet de suivre en continu les évolutions de température au centre de l'éprouvette (Figure 3). Il s'agit d'un simple contrôle de stabilité puisque l'émissivité n'est pas connue et fixée à 1 par défaut. Ce pyromètre permet d'opérer dans la gamme 900°C à 1600°C.

2.2.3. Mesure par pyrorélectométrie bi-chromatique

Les méthodes pyrorélectométriques consistent à utiliser une source de rayonnement pour déterminer à la fois la réflectivité d'une surface et la valeur de son émission propre [2]. En effet, dans le cas de corps opaques, l'émissivité peut être déterminée indirectement par la mesure de la réflectivité en éclairant la surface avec un rayonnement connu à une longueur d'onde donnée. Le système bi-chromatique est basé sur l'analyse des luminances émises et réfléchies à deux longueurs d'ondes différentes mais voisines (ici 1,30 et 1,55 μm).

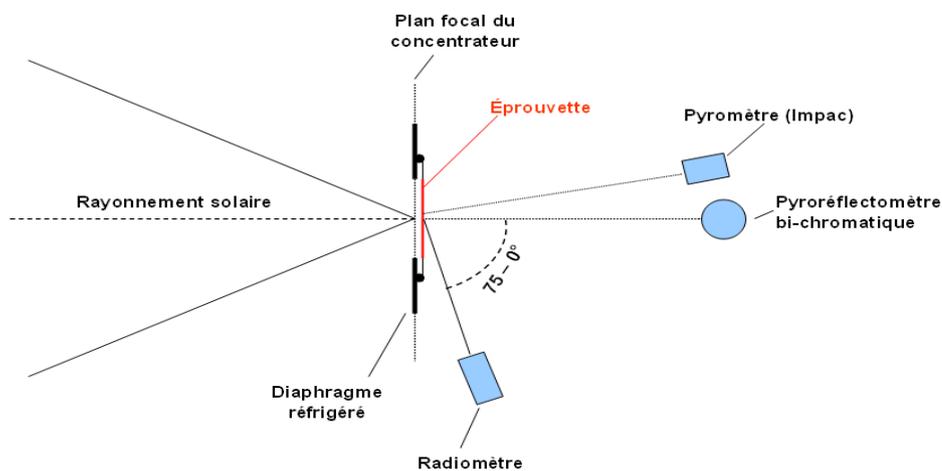


Figure 3 : Représentation schématique du banc de mesure

2.3. Mesure du rayonnement émis par la surface étudiée

2.3.1. Radiométrie

Le radiomètre (RAD40) est essentiellement constitué d'un détecteur pyroélectrique placé au foyer d'une optique à miroir permettant de viser une zone de 3 mm de diamètre à 450 mm de distance (Figure 3). L'appareil délivre un signal continu proportionnel à la luminance intégrée sur la bande spectrale 0,6-40 μm . Différentes gammes sont disponibles, dont une pouvant atteindre 2000°C.

2.3.2. Indicatrice d'émission

Le radiomètre est monté sur un banc goniométrique dont le déplacement s'effectue dans un plan perpendiculaire à la surface de l'éprouvette. Les mesures sont réalisées entre 0 et 75° (par pas de 5°), par rapport à la normale, angle limite imposé par le champ de visée du radiomètre et la taille des éprouvettes.

Le pyroreflectomètre bi-chromatique étant placée à la normale de l'échantillon, la mesure de température à 0° est gênée par le passage du radiomètre à ce point.

2.4. Calcul de l'émissivité

Le rapport des luminances (L_m/L_{cn}), pour une température T mesurée par le pyroréfectomètre et pour un angle d'émission donné, est, par définition, l'émissivité directionnelle de l'éprouvette. Cette valeur est donnée avec une incertitude maximale de $\pm 0,09$. Cette dernière tient compte des incertitudes sur la mesure de la température d'une part et sur l'étalonnage du radiomètre devant le corps noir d'autre part.

L'émissivité totale hémisphérique ε_T^* s'exprime en fonction des émissivités totales directionnelles ε_T' [3] :

$$\varepsilon_T^* = \frac{1}{\pi} \int_{hem} \varepsilon_T'(\beta, \theta) \cos \beta d\omega = \frac{1}{\pi} \int_{\theta=0}^{2\pi} \int_{\beta=0}^{2\pi} \varepsilon_T'(\beta, \theta) \cos \beta \sin \beta d\beta d\theta \quad (1)$$

Avec $d\omega = \sin \beta d\beta d\theta$

Si le corps considéré n'émet pas de façon isotrope, mais respecte seulement la symétrie autour de la normale, il reste :

$$\varepsilon_T^* = 2 \int_{\beta=0}^{\pi/2} \varepsilon_T'(\beta) \cos \beta \sin \beta d\beta \quad (2)$$

avec $\varepsilon_T' = f(\beta)$, émissivité totale en fonction de l'angle d'émission (β) entre 0 et 75° par rapport à la normale.

L'émissivité totale entre 75 et 90° est interpolée à partir des résultats précédents en posant $\varepsilon_T'(90) = 0$.

3. Résultats

Les mesures d'émissivité du TA6V sont perturbées par la formation de couches d'oxydes instables. Globalement, la présence de ces couches d'oxydes conduit à des émissivités très élevées.

Une analyse bibliographique montre, qu'aux niveaux des températures considérés, de nombreux oxydes dont la composition est comprise entre TiO (près de l'interface) et TiO₂ (en surface) peuvent se former. Ces composés s'écrivent sous la forme Ti_nO_{2n-1} avec n compris entre 1 et 9. Les oxydes dont la composition se situe entre Ti₂O₃ et Ti₃O₅ sont décrits comme étant « plus noir que du noir de carbone » [4]. En outre, certaines études montrent qu'associé à ce changement visuel, il existe également un changement de la microstructure du titane lors de son oxydation [5]. Ceux-ci semblent expliquer les valeurs d'émissivité élevées qui sont obtenues.

Les figures suivantes (Figures 4 à 6) représentent les émissivités directionnelles de l'éprouvette n°1 pour les paliers de températures respectifs de 800, 1000 et 1500°C.

L'ensemble des résultats de mesures des émissivités totales hémisphériques est regroupé à la figure 7.

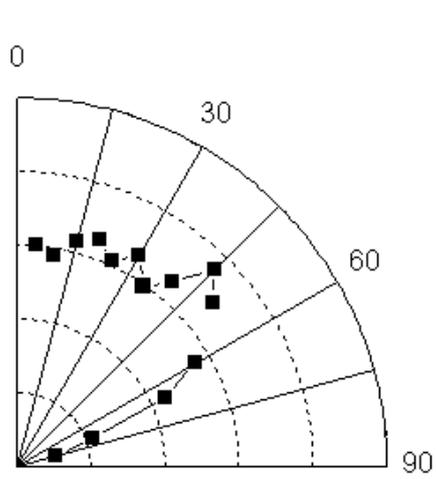


Figure 4 : *Emissivités directionnelles mesurées au palier de température de 800°C*

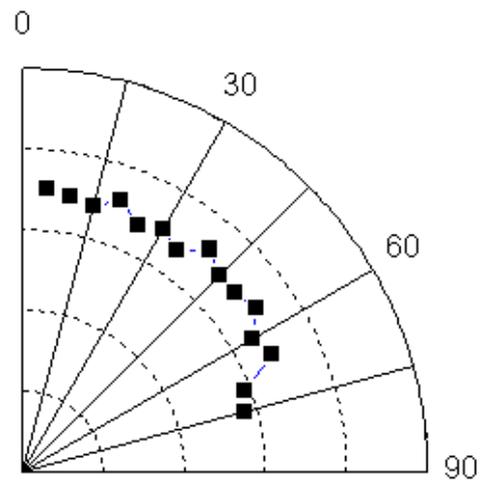


Figure 5 : *Emissivités directionnelles mesurées au palier de température de 1000°C*

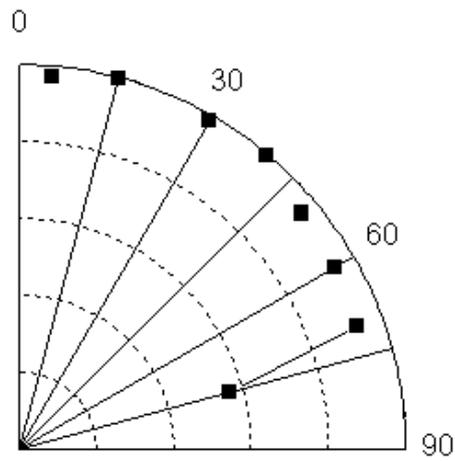


Figure 6 : *Emissivités directionnelles mesurées au palier de température de 1500°C*

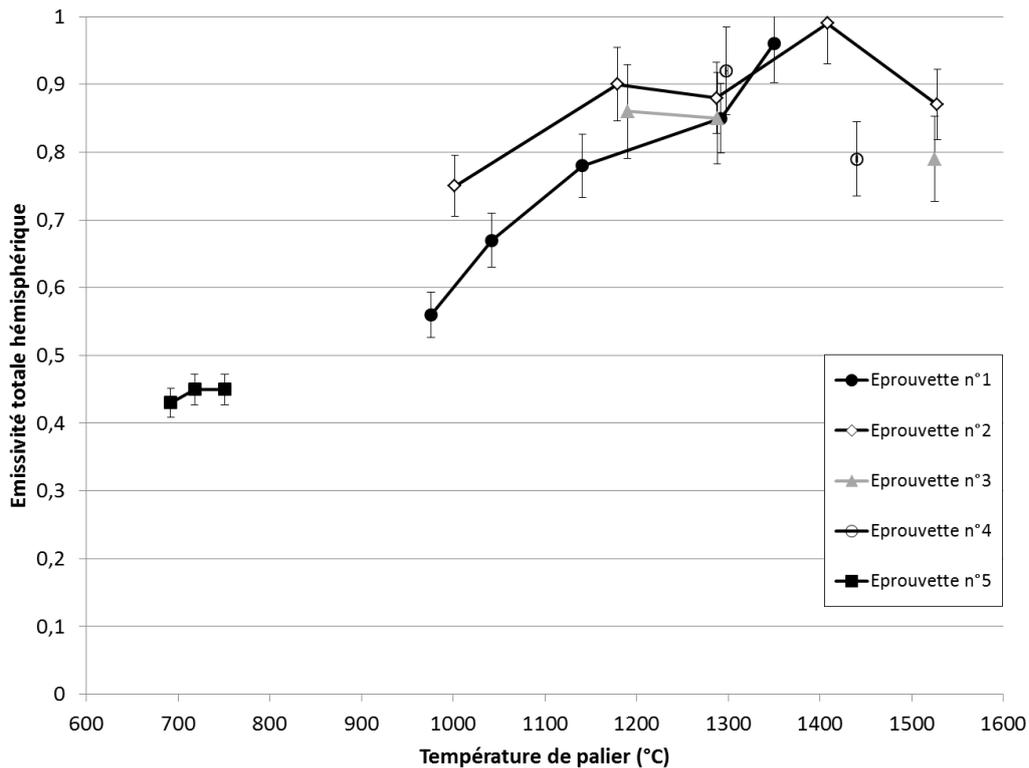


Figure 7 : Résultats de mesures d'émissivité totale hémisphérique

On constate une tendance commune à l'ensemble des évolutions. Les émissivités augmentent avec la température pour passer par un maximum aux alentours de 1400°C, puis diminuent pour des températures plus élevées. Ceci est à relier à la nature des oxydes formés : les oxydes apparaissant au-dessus de 1400°C ne sont plus noirs mais jaunes puis blancs (dans le visible).

La mesure à 1400°C pose problème dans la mesure où l'on obtient dans certains cas une émissivité apparente légèrement supérieure à 1. Ceci peut être dû à une certaine semi-transparence des couches d'oxydes formées, le radiomètre visant une strate légèrement plus chaude que le pyroréfectomètre. La mesure de température est effectivement le « point noir » de cette étude. En effet, la comparaison du rayonnement émis par le corps noir (L_{cn}) aux différentes températures mesurées par les différentes techniques, montre une grande dispersion (Figure 9). La mesure par pyroréfectométrie est néanmoins toujours supérieure aux autres. Le thermocouple quant à lui donne toujours une température inférieure ; cela s'explique par l'existence d'un gradient de température entre le centre de l'éprouvette (zone visée par le radiomètre) et la position du thermocouple (placé plus proche du bord) et/ou également par l'existence d'un mauvais contact entre le thermocouple et le matériau (dilatation des deux matériaux à hautes températures). Enfin, le pyromètre est lui dépendant de l'émissivité du matériau, il ne peut donc être utile qu'à titre indicatif, bien que sa mesure soit toujours plus proche de celle du thermocouple que de celle du pyroréfectomètre.

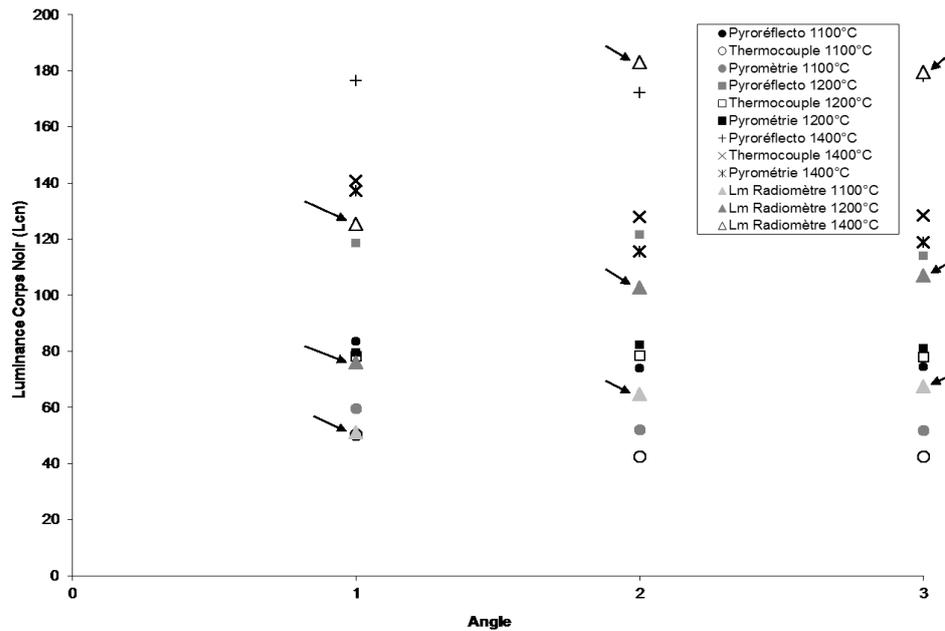


Figure 8 : Comparaison des valeurs de Luminance Corps Noir (L_{cn}) calculées à partir des mesures pyrométriques, pyroréfectométriques et par thermocouple, aux angles 75° (1), 45° (2) et 10° (3) sur l'éprouvette n°2. Les valeurs marquées d'une flèche représentent la Luminance (L_m) mesurée par radiométrie à ces mêmes angles.

4. Conclusion

Ces essais ont permis de mesurer l'émissivité totale hémisphérique du TA6V à haute température et à l'air libre. L'oxydation rapide de la surface des éprouvettes conduit à des émissivités qui augmentent avec la température pour passer par un maximum voisin de 1 aux alentours de 1400°C et qui diminuent ensuite pour des températures plus élevées. La stœchiométrie complexe des couches d'oxydes formées semble à l'origine de cette évolution.

L'environnement gazeux des éprouvettes lors des mesures est différent de celui de celui rencontré par le matériau lors d'une rentrée atmosphérique. Des essais sous atmosphère contrôlée (pression réduite) pourraient permettre de simuler cet environnement et d'observer son influence sur l'oxydation des matériaux en question.

Références

- [1] J-J. Serra, High Temperature Materials Characterization using a Flux and Temperature controlled Solar Furnace, Workshop on Metrology at High Temperature, ESA WPP-020, 1991.
- [2] D.Hernandez, A.Netchaieff, A.Stein, True temperature measurement on metallic surfaces using a two-color pyroréfectometer method, Rev. Sci. Instr., 80 (2009), 1-8.
- [3] R. Siegel, J.R. Howell, McGraw Hill, Thermal Radiation Heat Transfer, (1972), 54-55.
- [4] F. Suzuki, S. Fukushima, T. Mitsui, S. Ohta, Application of lower titanium oxide in cosmetics, J. Soc. Cosmet. Chem., 29 (1978), 59-64.
- [5] H. Garbacz, M. Lewandowska, Microstructural changes during oxidation of titanium alloys, Mat. Chem. Phys. 81 (2003), 542-547.