



HAL
open science

Modélisation d'un joint viscoplastique pour la filière hydrogène

Laurent Peigat

► **To cite this version:**

Laurent Peigat. Modélisation d'un joint viscoplastique pour la filière hydrogène. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0035 . pastel-00756297

HAL Id: pastel-00756297

<https://pastel.hal.science/pastel-00756297>

Submitted on 22 Nov 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n°432 : Science des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris

Spécialité “ Mécanique des Solides, Matériaux, Procédés ”

présentée et soutenue publiquement par

Laurent PEIGAT

le 19 juin 2012

Modélisation d'un joint viscoplastique pour la filière hydrogène

Directeur de thèse : **Jacques BESSON**
Co-encadrement de la thèse : **Magali REYTIER**

Jury

M. Hassan ZAHOUANI, Professeur, Ecole Centrale de Lyon
M. Helmut KLOCKER, Professeur, Ecole des mines de St Etienne
M. Alexis DESCHAMPS, Professeur, INP PHELMA Grenoble
M. Noel BRUNETIERE, Chargé de recherche, HDR, Institut Pprime
M. Florent LEDRAPPIER, Ingénieur, TECHNETICS GROUP France
Mme Magali REYTIER, Ingénieur, CEA Grenoble
M. Jacques BESSON, Directeur de recherche, Mines ParisTech

Rapporteur
Rapporteur
Président
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur

T
H
È
S
E

Résumé

L'Electrolyse de la Vapeur d'eau à Haute Température (EVHT) est l'un des procédés de production d'hydrogène les plus prometteurs. Dans l'optique d'une économie de l'hydrogène produit par EVHT, de nombreux verrous restent à lever. L'un d'entre eux porte sur l'étanchéité. En effet, dans un EVHT, la gestion des gaz est primordiale. Il faut pouvoir gérer et prévoir dans le temps le comportement des joints afin d'éviter une dégradation des performances. Or, en EVHT, les températures de fonctionnement sont élevées (classiquement autour de 800 °C), des phénomènes de fluage ou de relaxation apparaissent, le différentiel de dilatation thermique entre les cellules électrochimiques en céramique et les interconnecteurs métalliques doit être pris en compte. Enfin, il convient de maintenir l'étanchéité de l'empilement à faible niveau d'effort pour ne pas risquer d'endommager la partie céramique.

L'objet du travail de cette thèse démarre par un constat simple : nous ne disposons pas d'outils de prédimensionnement des joints à haute température permettant de prévoir un débit de fuite. Dès lors que l'on est amené à changer un paramètre de fonctionnement, comme la température, la pression, la stratégie de chargement, la géométrie ou la nature du joint, une nouvelle expérience doit être menée.

A partir d'essais d'étanchéité et de simulations numériques aux éléments finis, un modèle original est proposé. Ce modèle qui a été validé en fonction de différents paramètres expérimentaux permet d'estimer le débit de fuite associé à un joint en FeCrAl selon sa forme, ses conditions de serrage et du temps de maintien. Offrant ainsi la possibilité de concevoir à moindre coût des joints spécifiques pour l'application visée.

Mots clés : Electrolyse de la Vapeur d'eau à Haute Température, EVHT, joint, étanchéité, fluage, calculs aux éléments finis, FeCrAl, modèle d'estimation du débit de fuite.

Abstract

High Temperature Steam Electrolysis (HTSE), is one of the most promising process for hydrogen production. In a hydrogen economy, produced via HTSE, many problems have to be overcome. One of them is related to sealing. Actually, in a HTSE, gas management is very important. The behaviour of the seal has to be predicted in time to avoid a deterioration of the performances. But, in a HTSE, the functioning temperatures are important (typically around 800 °C), creep or relaxation may occur, the difference between the thermal expansion of the ceramic cells and the metallic interconnectors must be taken into account. Finally, the sealing has to be maintained with low efforts to protect the ceramic.

This thesis started from the noticing that we don't have any designing tool for high temperature seals that may help to foresee a leak rate. Since we have to change any experimental parameter, such as the temperature, the pressure, the loading strategy, the geometry or the material of the seal, another experiment has to be done.

From sealing tests and finite element method, an original model is presented. This model that has been validated for different experimental parameters allows to estimate the leak rate of a FeCrAl seal depending on its shape, the loading conditions and tightening time. This may help to design specific low cost seals for the desired applications.

Keywords: High Temperature Steam Electrolysis, HTSE, seal, sealing, creep, finite element method, FeCrAl, leak rate prediction.

Remerciements

Je pose la dernière pierre à l'édifice de cette thèse, car s'ils débutent le manuscrit de thèse, les remerciements en constituent, en général, l'épilogue mais aussi le réel achèvement et aboutissement de cet exercice qui se mue parfois en épreuve. A la fois physique et psychologique puisque l'on passe par tous les états, d'état de l'art en états d'âmes.

Je tiens tout d'abord à remercier M. Helmut Klocker et M. Hassan Zahouani d'avoir bien voulu juger mon travail. Merci à M. Alexis Deschamps d'avoir présidé le jury. Egalement aux autres membres du jury, M. Noel Brunetiere et Florent Ledrappier pour leur intérêt porté à cette thèse.

Un grand merci à mes deux encadrants, Magali Reytier et Jacques Besson. Leurs connaissances tout comme leur soif de découvrir de nouvelles choses m'ont été très précieuses tout au long de ces trois années. Le bon déroulement de cette thèse leur doit beaucoup.

Au CEA où j'ai pu bénéficier d'un excellent cadre de travail, des personnes ultra compétentes, des équipements dédiés et des ressources importantes. Merci aux différents laboratoires qui m'ont accueilli, le LTH avec Philippe Bucci devenu ensuite LCTA, puis Julie Mougin. Des remerciements aussi pour les membres du projet EMAIL : Garlock avec Florent Ledrappier, Lionel Bruguier, Michel Lefrançois, Jean-François Juliaa, les Mines de Paris avec Jacques Besson et Pierre Bérard. Ce travail collaboratif m'a beaucoup enrichi et permis d'appréhender la gestion de projet avec plusieurs acteurs.

Des remerciements aux personnes qui m'auront apporté de l'aide, un peu d'écoute, des idées, du temps, des critiques : Pierre, Bruno, Christian, Gatien, Laurent, Guilhem.

Ces années au CEA m'ont aussi permis de participer à une association, AITAP qui est chargée de la bonne intégration des jeunes chercheurs dans le centre et les aide à préparer leur avenir. J'ai ainsi pu côtoyer énormément de gens, d'horizons et de nationalités très diverses, et c'est ce qui fait la très grande force et richesse d'un centre de recherche. Merci donc à tous ceux que j'ai pu croiser lors des différentes sorties et qui ont contribué à faciliter le déroulement de mon doctorat, je pense à David, Séb, Giorgio, Matteo, Karine, Yulia, Santi, Martin, Benoit, Julien*2, Alexis, Thomas, Mathieu, Franz, Radek, Maroun, Malek, Gabriel, Diane, Thibaud, Alp, Kavita, Emre, Jan, Isa, Paolo... Il y a eu tellement de monde que je vais bien en oublier quelques uns, désolé !

Je remercie aussi tous les gens que j'ai fréquenté au jour le jour, les gens du LTH, LCTA du LEED. Vous avez rendu ces trois années plus agréables pendant les repas,

les pauses mais aussi les sorties (qui continuent). Jorge, Benoit, Le Minh, Timo, Julie, Sylvain, Luc, Quentin, Benjamin, Florent, Aurore, Audrey, Elise*2, José, Nico, Achraf, Basile, Christelle, Alexis, Amélie, ... Là aussi toutes mes excuses pour les oublis !

Enfin je dédie ce travail à mon père. Lui qui m'aura toujours poussé, quelles que soient les circonstances, à me dépasser, à ne pas lâcher pour que je réussisse. Je pense que tu es fier de moi. Je le dédie aussi à ma mère qui a eu un courage infini malgré les épreuves, à mon frère même s'il n'a toujours pas saisi ce que j'avais bien pu faire ces trois années. A Agnieszka pour m'avoir supporté et d'avoir été à mes côtés jusqu'à cette interminable fin, en dépit des changements d'humeur contaminant étrangement les doctorants en phase terminale, de rédaction.

A mon père.

Contents

Résumé	1
Abstract	3
Remerciements	5
Contents	7
List of Figures	13
Liste des symboles	19
Introduction	1
1 Contexte général de l'étude	7
1.1 L'EVHT, principe de fonctionnement	7
1.1.1 Histoire de l'invention de l'électrolyse	7
1.1.2 Les différents types d'électrolyseurs	8
1.1.3 Description d'un EVHT	9
1.2 Les différents types de joints pour l'EVHT	11
1.3 Modélisation de l'étanchéité	12
2 Partie expérimentale	15
2.1 Description des moyens d'essai	16
2.1.1 La presse	16
2.1.2 Le four	17
2.1.3 La mesure du déplacement	18
2.1.4 La mesure de fuite	20
2.2 Protocole expérimental	21
2.2.1 Le joint	22
2.2.1.1 Matériau du joint	22
2.2.1.2 Traitement thermique du FeCrAl	22

2.2.1.3	Mesures de rugosité	24
2.2.2	Mise en place	26
2.2.2.1	Réglage de l'alignement	26
2.2.2.2	Contrôle de l'étanchéité	29
2.2.2.3	Mise en place de l'échantillon	30
2.2.2.4	Mise à température	31
2.2.2.5	Mise au contact et réglage des palpeurs	31
2.2.2.6	Paramétrage de l'essai	31
2.2.2.7	Envoi du gaz	32
2.3	Les différents essais réalisés	32
2.3.1	Essai type	32
2.3.2	Gamme de fuite	34
2.3.3	Gamme d'effort	34
2.3.4	Effet de différents paramètres expérimentaux sur le débit de fuite	34
2.3.4.1	Effet de la géométrie	34
2.3.4.2	Effet du chargement	35
2.3.4.3	Carte des débits de fuite	36
2.3.4.4	Effet de la rugosité des rondelles	37
2.4	Contrôle des déformées post-essais	39
2.4.1	Suivi de la déformée en cours d'essai	39
2.4.2	Contrôle de la déformée post-mortem	40
2.5	Conclusion	43
3	Simulations des essais d'étanchéité	45
3.1	Description des simulations	46
3.1.1	Loi de comportement	46
3.1.1.1	Les portées	46
3.1.1.2	Le joint	46
3.1.2	Maillage	47
3.1.3	Conditions aux limites	49
3.1.4	Chargement	49
3.1.5	Détermination du coefficient de frottement	50
3.2	Les différents champs mécaniques	53
3.2.1	Contrainte axiale σ_{zz}	53
3.2.1.1	Calcul de la longueur de contact	53
3.2.1.2	Cartes des champs de contrainte	54
3.2.1.3	Evolution des champs de contrainte	56
3.2.2	Déformation plastique cumulée p	58
3.2.2.1	Cartes des champs de déformation plastique cumulée	58
3.2.2.2	Evolution des champs de déformation plastique cumulée	60

3.3	Lien calcul-essai	62
3.3.1	Cas où une seule géométrie est considérée	62
3.3.1.1	Lien entre le débit de fuite et la longueur de contact	62
3.3.1.2	Lien entre le débit de fuite et la contrainte de von Mises	63
3.3.1.3	Lien entre le débit de fuite et la contrainte axiale σ_{zz}	64
3.3.1.4	Lien entre le débit de fuite et la déformation plastique cumulée p	65
3.3.1.5	Conclusion	66
3.3.2	Cas où plusieurs géométries sont considérées	67
3.3.2.1	Lien entre le débit de fuite et la longueur de contact	67
3.3.2.2	Lien entre le débit de fuite et la déformation plastique cumulée p	68
3.3.2.3	Conclusion	69
3.4	Conclusion	69
4	Modélisation de l'étanchéité	71
4.1	Loi de Darcy et cinétique du bouchage des rugosités	71
4.1.1	Généralités sur les écoulements gazeux	71
4.1.1.1	Nombre de Reynolds	71
4.1.1.2	Nombre de Mach	72
4.1.1.3	Nombre de Knudsen	72
4.1.1.4	Libre parcours moyen	73
4.1.2	Régime d'écoulement	75
4.1.2.1	La température	75
4.1.2.2	La pression	75
4.1.2.3	La constante spécifique du gaz	76
4.1.2.4	La viscosité	76
4.1.2.5	La longueur caractéristique	76
4.1.2.6	Le nombre de Knudsen	77
4.1.3	Loi de Darcy	78
4.1.4	Cas particuliers	80
4.1.4.1	Fluide incompressible	80
4.1.4.2	Petite longueur de contact	81
4.2	Le fluage	81
4.2.1	Généralités sur le fluage	81
4.2.2	Mécanismes de déformation en fluage	82
4.2.2.1	Le fluage-dislocation	82
4.2.2.2	Le fluage-diffusion	83
4.2.3	Mécanismes de l'endommagement en fluage	83
4.2.3.1	La germination	83
4.2.3.2	La croissance	84
4.2.3.3	La coalescence	84

4.2.4	Modèles d'endommagement	84
4.2.4.1	L'approche locale	84
4.2.4.2	Mesure de l'endommagement de fluage	84
4.2.4.3	Paramètres de l'endommagement de fluage	85
4.3	Choix des paramètres du modèle de fuite	85
4.3.1	Cas particuliers	86
4.3.1.1	Fuite infinie	86
4.3.1.2	Fuite nulle	86
4.3.1.3	En déchargeant	87
4.4	Stratégie d'optimisation	88
4.4.1	Données expérimentales	88
4.4.2	Données numériques	89
4.4.3	Algorithme de résolution	89
4.4.4	Stratégie d'optimisation	91
4.5	Résultats	92
4.5.1	Les paramètres du modèle	92
4.5.2	Le calcul de D_{noeud}	93
4.5.3	Comparaison entre le débit de fuite expérimental et le modèle	97
4.6	Conclusion	98
5	Validation du modèle et étude de cas	101
5.1	Effet de l'historique de chargement	101
5.1.1	Chargement croissant	101
5.1.1.1	Résultats expérimentaux	101
5.1.1.2	Résultats numériques	102
5.1.1.3	Résultats du modèle	109
5.1.2	Chargement décroissant	111
5.1.2.1	Résultats expérimentaux	111
5.1.2.2	Résultats numériques	112
5.1.2.3	Résultats du modèle	119
5.2	Effet de la pression	121
5.2.1	Résultats expérimentaux	122
5.2.2	Résultats du modèle	123
5.3	Discussion sur les résultats expérimentaux	124
5.3.1	Contrôle des palets par profilométrie	124
5.3.2	Effet sur les essais à chargement variable	126
5.3.2.1	Chargement croissant	126
5.3.2.2	Chargement décroissant	127
5.3.3	Effet sur les essais à pression variable	127
5.3.4	Conclusion	128
5.4	Effet de la géométrie du poreux	128
5.4.1	Résultats expérimentaux avec le bossage D20	129

5.4.2	Résultats numériques	130
5.4.3	Validation du modèle sur cette nouvelle géométrie	133
5.5	Effet de la température	134
5.5.1	Résultats expérimentaux	135
5.5.2	Résultats numériques	135
5.5.3	Résultats sur le modèle	138
5.6	Effet de la nature du gaz	140
5.6.1	Essais sous hélium et argon hydrogéné	140
5.6.1.1	Résultats expérimentaux	140
5.6.1.2	Résultats numériques	141
5.6.1.3	Résultats du modèle	141
5.6.2	Le modèle et l'hydrogène	142
5.7	Effet de la géométrie	143
5.7.1	Avec la géométrie "rondelle kenol"	143
5.7.1.1	Résultats expérimentaux	143
5.7.1.2	Résultats numériques	144
5.7.1.3	Résultats du modèle	151
5.7.2	Avec la géométrie "delta"	153
5.7.2.1	Résultats expérimentaux	153
5.7.2.2	Résultats numériques	154
5.7.2.3	Résultats du modèle	157
5.8	Conclusion	158
Conclusion et perspectives		161
Annexes		165
A Optimisation de la taille de maille		167
A.1	Influence de la taille de maille sur les champs mécaniques locaux	167
A.1.1	Influence de la taille de maille sur σ_{zz}	167
A.1.2	Influence de la taille de maille sur p	170
A.2	Influence de la taille de maille sur le modèle	172
A.2.1	Influence de la taille de maille sur $D_{nœud}$	172
A.2.2	Influence de la taille de maille sur le débit de fuite	174
A.3	Conclusion	175
B Influence du frottement		177
B.1	Influence du frottement sur les champs mécaniques locaux	177
B.1.1	Influence du frottement sur σ_{zz}	178
B.1.2	Influence du frottement sur p	179

B.2	Influence du frottement sur le modèle	180
B.2.1	Influence du frottement sur D_{nceud}	180
B.2.2	Influence du frottement sur le débit de fuite	181
B.3	Conclusion	182
C	Champs mécaniques locaux	185
C.1	Bossage fin	186
C.1.1	Cartes des champs mécaniques	186
C.1.1.1	Contrainte axiale	186
C.1.1.2	Déformation plastique cumulée	187
C.1.2	Evolution des champs mécaniques	188
C.1.2.1	Contrainte axiale	188
C.1.2.2	Déformation plastique cumulée	189
C.2	Bossage moyen n°1	191
C.2.1	Cartes des champs mécaniques	191
C.2.1.1	Contrainte axiale	191
C.2.1.2	Déformation plastique cumulée	193
C.2.2	Evolution des champs mécaniques	194
C.2.2.1	Contrainte axiale	194
C.2.2.2	Déformation plastique cumulée	195
C.3	Bossage large	197
C.3.1	Cartes des champs mécaniques	197
C.3.1.1	Contrainte axiale	197
C.3.1.2	Déformation plastique cumulée	199
C.3.2	Evolution des champs mécaniques	200
C.3.2.1	Contrainte axiale	200
C.3.2.2	Déformation plastique cumulée	201
	Bibliography	203

List of Figures

0.0.1	Illustration de l'augmentation de la consommation d'énergie par région (a) et par type (b) [Agency 10]	1
0.0.2	Evolution du prix du baril de pétrole en dollars [Agency 10]	2
0.0.3	Evolution des émissions de gaz à effet de serre (en Mt de CO ₂) [Agency 10]	2
0.0.4	La filière hydrogène	5
1.1.1	Les pionniers de l'électrolyse	7
1.1.2	Configuration du concept tubulaire et matériaux usuels [Siemens 08]	9
1.1.3	Schéma de principe d'un motif élémentaire d'une pile à combustible (à gauche) et d'un EVHT (à droite)	10
1.3.1	Contact réel (1) ou modélisé avec une surface somme (2) [O'Callaghan 87]	13
1.3.2	Profil d'une fracture rugueuse d'ouverture variable $h(x, y)$ [Marie 02]	14
2.0.1	Le banc d'essai BAGHERA	15
2.1.1	La presse de BAGHERA	17
2.1.2	Le four	18
2.1.3	La tringlerie et les capteurs LVDT	19
2.1.4	Système de mesure de la déformation	20
2.1.5	La platine de mesure de débit et de pression	21
2.2.1	Vue MEB du FeCrAl à l'état de réception [Bérard 11]	23
2.2.2	Vue MEB du FeCrAl après traitement thermique [Bérard 11]	24
2.2.3	Mesure de Ra [Baker 07]	25
2.2.4	Mesure de Rz [Baker 07]	25
2.2.5	Défauts d'alignement	26
2.2.6	Montage du socle	27
2.2.7	Réglage des défauts d'alignement à l'aide d'une rotuleuse/centreuse	27
2.2.8	Réglage de l'orientation avec un papier Fuji Prescale	28
2.2.9	Réglage de l'orientation avec un capteur Tekscan	29
2.2.10	Test de l'étanchéité de la ligne de gaz	30
2.2.11	Mise en place de l'échantillon	30
2.2.12	Réglage de la température	31
2.2.13	Evolution de la pression et de l'effort	32

LIST OF FIGURES

2.3.1	Schéma d'un essai type	33
2.3.2	Profilométrie laser des différents bossages utilisés	33
2.3.3	Effet de la géométrie sur le débit de fuite, à effort fixe	35
2.3.4	Effet de l'effort sur le débit de fuite, à géométrie fixe	36
2.3.5	Carte de l'étanchéité	37
2.3.6	Effet de la rugosité sur le débit de fuite	38
2.4.1	Déplacement des palpeurs au cours d'un essai sur bossage fin à 3 N.mm^{-1}	39
2.4.2	Déplacement des palpeurs en fonction de la force appliquée pour des essais à blanc à température ambiante	40
2.4.3	Marquage des rondelles après essai suivant le bossage et le chargement .	41
2.4.4	Essai Ba10-201 : 10 h à 10 N.mm^{-1} sur le bossage moyen n°2	41
2.4.5	Profilométrie laser des joints pour tous les types d'essai	43
3.0.1	Schéma des différentes parties du calcul	45
3.1.1	Lissage du profil réel du bossage moyen n°2	47
3.1.2	Élément QUAD8 sous intégré	48
3.1.3	Maillage des différentes géométries	48
3.1.4	Conditions aux limites	49
3.1.5	Schéma des différentes forces s'exerçant sur le modèle	50
3.1.6	Détermination du coefficient de frottement	51
3.1.7	Comparaison entre la déformée calculée et mesurée	52
3.2.1	Calcul de la longueur de contact	54
3.2.2	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts	55
3.2.3	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts	57
3.2.4	Champs de p au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts	59
3.2.5	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts	61
3.3.1	Débit de fuite en fonction de la longueur de contact	63
3.3.2	Débit de fuite en fonction de la contrainte de von Mises moyenne	64
3.3.3	Débit de fuite en fonction de la contrainte axiale σ_{zz} moyenne	65
3.3.4	Débit de fuite en fonction de la déformation plastique cumulée p moyenne	66
3.3.5	Débit de fuite en fonction de la longueur de contact	68
3.3.6	Débit de fuite en fonction de la déformation plastique cumulée p moyenne	69
4.1.1	Les différents régimes d'écoulement et les principaux modèles en fonction du nombre de Knudsen [Colin 08]	73
4.1.2	Classification des différents modèles de collision [Pitakarnnop 09]	75
4.1.3	Etats de surface [Marie 02]	77
4.1.4	Section de passage	79

4.2.1	Les différentes phases du fluage [Goffe 03]	82
4.2.2	Les mécanismes de germination [Journaux 99]	83
4.3.1	Influence du paramètre β sur la valeur de $p^{\beta+1}$	87
4.3.2	Evolution du débit de fuite à chargement décroissant	88
4.4.1	Algorithme de résolution	90
4.4.2	Stratégie d'optimisation	91
4.5.1	Calcul de $\lambda \left(\frac{ \sigma_{zz} }{\sigma_{ref}} \right)^\alpha \left(\frac{p}{p_0} \right)^\beta$ en un nœud du contact	93
4.5.2	$D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement pour les quatres géométries aux trois efforts	94
4.5.3	$D_{nœud}$ en fonction de la position pour les quatres géométries aux trois efforts	96
4.5.4	Comparaison entre l'aire de $D_{nœud}$ pour deux géométries	97
4.5.5	Comparaison entre le débit de fuite mesuré et calculé avec les coefficients identifiés	98
5.1.1	Effet d'un chargement croissant sur le débit de fuite	102
5.1.2	Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), (d) et (g), comparaison entre les mesures et le calcul (b), (e) et (h) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c), (f) et (i)	103
5.1.3	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries	104
5.1.4	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries	106
5.1.5	Champs de p au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries	107
5.1.6	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries	108
5.1.7	$D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries	110
5.1.8	Influence d'un chargement croissant sur le modèle	111
5.1.9	Effet d'un chargement décroissant sur le débit de fuite	112
5.1.10	Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), (d) et (g), comparaison entre les mesures et le calcul (b), (e) et (h) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c), (f) et (i)	113
5.1.11	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries	114
5.1.12	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries	116
5.1.13	Champs de p au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries	117

5.1.14	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries	118
5.1.15	D_{nceud} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries	120
5.1.16	Influence d'un chargement décroissant sur le modèle	121
5.2.1	Effet du changement de pression sur le débit de fuite	122
5.2.2	Influence de la surpression sur le modèle	123
5.2.3	Comparaison entre une dépendance en $(P_e - P_i)$ ou en $(P_e^2 - P_i^2)$	124
5.3.1	Profilométrie laser des bossages avant et après essais	125
5.3.2	Profilométrie laser de l'ensemble de la portée	126
5.3.3	Réglage du parallélisme à l'aide du Teskscan	126
5.3.4	Effet du vieillissement du montage sur les essais à effort croissant	127
5.3.5	Effet du vieillissement du montage sur les essais à effort décroissant	127
5.3.6	Effet du vieillissement du montage sur les essais à pression variable	128
5.4.1	Caractéristiques du nouveau bossage	129
5.4.2	Comparaison entre les débits de fuite des géométries moyen n°1 et D20	130
5.4.3	Maillage et lissage du nouveau bossage D20	130
5.4.4	Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), comparaison entre les mesures et le calcul (b) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c)	131
5.4.5	Champs de σ_{zz} et p au chargement (a) et (e) et après 10 h (c) et (g) pour le bossage D20 à 5 N.mm ⁻¹	132
5.4.6	σ_{zz} et p en fonction du temps de chargement (a) et (c) et de la position (b) et (d) pour le bossage D20 à 5 N.mm ⁻¹	133
5.4.7	D_{nceud} en fonction du temps de chargement (a) et de la position (b) pour le bossage D20 à 5 N.mm ⁻¹	134
5.4.8	Influence du rayon de contact sur le modèle	134
5.5.1	Comparaison entre les essais à 800 et 850 °C	135
5.5.2	Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), comparaison entre les mesures et le calcul (b) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c)	136
5.5.3	Champs de σ_{zz} et p au chargement (a) et (e) et après 10 h (c) et (g) pour le bossage D20 à 850 °C	137
5.5.4	σ_{zz} et p en fonction du temps de chargement (a) et (c) et de la position (b) et (d) pour le bossage D20 à 850 °C	138
5.5.5	D_{nceud} en fonction du temps de chargement (a) et de la position (b) pour le bossage D20 à 850 °C	139
5.5.6	Influence de la température sur D_{nceud} et sur le modèle	139
5.6.1	Comparaison entre les essais avec différents gaz	141
5.6.2	Influence de la nature du gaz sur le modèle	142
5.6.3	Influence de la nature du gaz sur le modèle	143
5.7.1	Caractéristiques de la rondelle kenol	144

5.7.2	Maillage et lissage de la rondelle kenol	144
5.7.3	Evolution de la déformée et comparaison avec la profilométrie laser sur la géométrie rondelle kenol	146
5.7.4	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour les trois efforts	147
5.7.5	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour les trois efforts	148
5.7.6	Champs de p au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour les trois efforts	149
5.7.7	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour les trois efforts	150
5.7.8	$D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour les trois efforts	152
5.7.9	Influence de la géométrie rondelle kenol sur le modèle	153
5.7.10	Caractéristiques du delta	154
5.7.11	Maillage et lissage du delta	155
5.7.12	Evolution de la déformée et comparaison avec la profilométrie	155
5.7.13	Champs de σ_{zz} et p au chargement (a) et (e) et après 10 h de maintien (c) et (g)	156
5.7.14	σ_{zz} et p en fonction du temps de chargement (a) et (c) et de la position (b) et (d) sur la géométrie delta à 3 N.mm^{-1}	157
5.7.15	$D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement (a) et de la position (b) sur la géométrie delta à 3 N.mm^{-1}	158
5.7.16	Influence de la géométrie delta sur le modèle	158
A.1	σ_{zz} à différents temps en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}	169
A.2	p à différents temps en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}	171
A.1	$D_{nœud}$ à différents temps en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}	173
A.2	Débit de fuite calculé par le modèle en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}	174
A.1	Influence de la taille de maille sur le débit de fuite calculé à chargement variable	176
B.1	Application du frottement dans le modèle	177
B.1	σ_{zz} à différents temps en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}	179
B.2	p à différents temps en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}	180

LIST OF FIGURES

B.1	$D_{nœud}$ à différents temps en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm ⁻¹	181
B.2	Débit de fuite calculé par le modèle en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm ⁻¹	182
B.3	$D_{nœud}$ après 10 h de chargement en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm ⁻¹	182
C.1	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour le bossage fin aux différents efforts	186
C.2	Champs de p au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour le bossage fin aux différents efforts	187
C.3	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage fin aux différents efforts	188
C.4	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage fin aux différents efforts	189
C.1	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts	191
C.2	Champs de p au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts	193
C.3	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts	194
C.4	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts	195
C.1	Champs de σ_{zz} au chargement (a), (c) et (e) et après 10 h (g), (i) et (k) pour le bossage large aux différents efforts	197
C.2	Champs de p au chargement (a), (c) et (e) et après 10 h (g), (i) et (k) pour le bossage large aux différents efforts	199
C.3	σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage large aux différents efforts	200
C.4	p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage large aux différents efforts	201

Liste des symboles

ΔG	La variation d'enthalpie libre [J]
ΔH	La variation d'enthalpie [J]
ΔS	La variation d'entropie [JK^{-1}]
σ_{ref}	La contrainte de référence [MPa]
C_p	La capacité thermique massique à pression constante [$Jkg^{-1}K^{-1}$]
C_v	La capacité thermique massique à volume constant [$Jkg^{-1}K^{-1}$]
k_λ	Un coefficient dépendant du modèle d'interaction moléculaire
k_{app}	La perméabilité apparente du milieu poreux [m^2]
l_c	La longueur de contact [m]
p_c	La déformation plastique pour laquelle le contact a lieu [%]
p_x	Un paramètre à ajuster [%]
$r_{molé}$	La distance intermoléculaire [m]
R_S	La constante spécifique du gaz [$JK^{-1}kg^{-1}$]
V_m	Le volume molaire [$l.mol^{-1}$]
A	La surface de la section de passage [m^2]
C	Le facteur de conversion
c	La vitesse du son [ms^{-1}]
D	L'endommagement de fluage
h	La hauteur de passage [m]
K	La conductivité hydraulique [$m.s^{-1}$]
k	La perméabilité du milieu poreux [m^2]
Kn	Le nombre de Knudsen

LIST OF FIGURES

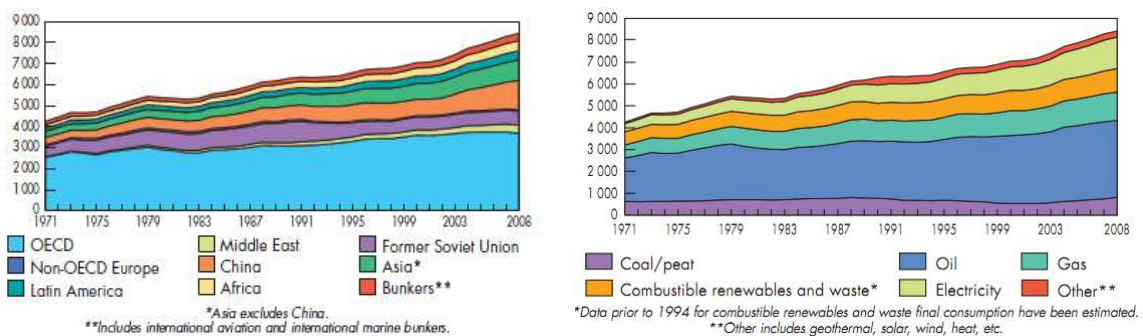
L	La longueur caractéristique [m]
M	La masse molaire [$\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$]
Ma	Le nombre de Mach
p	La déformation plastique cumulée
Péri	Périmètre de contact du bossage [m]
Qm	Le débit massique [$\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$]
R	La constante des gaz parfaits [$8.314 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$]
r	Le rayon de contact [m]
Ra	L'écart moyen arithmétique de la rugosité [μm]
Rc	La hauteur moyenne des éléments de la rugosité [μm]
Re	Le nombre de Reynolds
Rq	La rugosité moyenne quadratique [μm]
RSm	La largeur moyenne des éléments de la rugosité [μm]
Rt	La rugosité maximale [μm]
Rz	La rugosité moyenne des dénivellations les plus importantes [μm]
T	La température [K]
v	La vitesse du fluide [$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$]
C_{mix}	Le facteur de conversion du mélange
$\dot{\epsilon}$	La vitesse de déformation plastique équivalente [s^{-1}]
$\dot{\epsilon}_0$	La vitesse de déformation plastique de référence [s^{-1}]
F_{ch}	La force appliquée au cours d'un essai [N]
F_{fond}	La force exercée par l'effet de fond [N]
$F_{réelle}$	La force réellement vue par l'échantillon [N]
γ	Le rapport des capacités thermiques massiques
λ	Le libre parcours moyen [m]
l_n	La longueur d'évaluation [mm]
l_r	La longueur de mesure [mm]
μ	La viscosité dynamique du fluide [Pa.s]
μ_0	La viscosité de référence [Pa.s]

ω	Un coefficient dépendant du modèle d'interaction moléculaire
P_{fond}	La pression de gaz [Pa]
ρ	La masse volumique [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]
S_1	La surface où s'exerce la pression de gaz [m^2]
S_2	La surface où s'exerce le serrage [m^2]
σ_0	La contrainte de référence [MPa]
σ_{eq}	La contrainte équivalente de von Mises [MPa]
σ_{seuil}	La contrainte d'écoulement [MPa]
σ_{zz}	La contrainte axiale [MPa]
T_0	La température de référence [K]
T_S	La température de Sutherland [K]

Introduction

Cadre général et objectifs

Le monde a besoin d'énergie, d'une énergie qui soit abondante, accessible, bon marché et viable [Cremer 09]. Or, les besoins vont grandissants avec le rattrapage technologique des économies en développement, la demande devrait alors encore fortement augmenter dans les années à venir. Comme le montre la Fig. 0.0.1a, on constate à partir de l'année 2002 une augmentation importante de la consommation d'énergie correspondant notamment à celle de la Chine. La majorité de l'énergie consommée actuellement est issue de ressources non renouvelables dont les énergies fossiles représentaient 80 % en 2008 alors que les énergies renouvelables comptaient encore pour moins de 15 %, voir Fig. 0.0.1b.



(a) Consommation mondiale d'énergie finale par région entre 1971 et 2008 (en Mtoe) (b) Consommation mondiale d'énergie finale par type entre 1971 et 2008 (en Mtoe)

Figure 0.0.1: Illustration de l'augmentation de la consommation d'énergie par région (a) et par type (b) [Agency 10]

Le prix des énergies fossiles est notamment soumis aux aléas du contexte international, à l'appauvrissement des ressources, à l'augmentation de la demande et à la spéculation. Le marché de l'énergie est volatil : au cours de l'année 2008, le prix du baril de pétrole en augmentation constante depuis 5 ans a atteint le prix record de 147 dollars avant de s'effondrer en quelques semaines pour retomber à 40 dollars (Fig. 0.0.2). Selon la majorité des experts, le pic d'extraction pétrolière aurait été atteint et d'après les statistiques de l'IEA, 75 % des champs pétroliers les plus importants seraient en déclin.

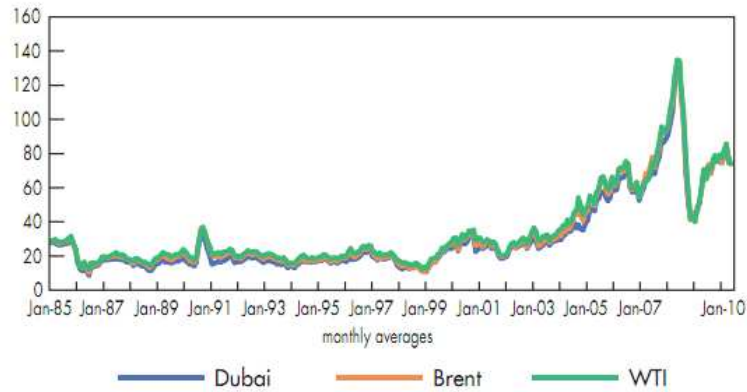


Figure 0.0.2: Evolution du prix du baril de pétrole en dollars [Agency 10]

Dans le même temps, les émissions polluantes liées à la combustion des énergies fossiles atteignent des concentrations alarmantes. La quantité de gaz à effet de serre émise chaque année, liée à la consommation d'énergie non renouvelable, augmente fortement depuis 2002 comme on peut le constater sur la Fig. 0.0.3. Les gaz à effet de serre, tels le dioxyde de carbone ou le méthane, s'accumulent dans l'atmosphère. En effet, les puits de carbone naturels que sont les forêts et les océans ne sont plus capables d'absorber les quantités croissantes émises par les activités humaines. L'augmentation de la concentration en gaz à effet de serre dans l'atmosphère contribue, selon la grande majorité des scientifiques, à l'augmentation de la température globale de la Terre, entraînant modification du climat, bouleversement des biotopes où les biocénoses ne peuvent rapidement s'adapter et affectant largement l'espèce humaine (catastrophes naturelles, maladies, déplacements de populations, ...).

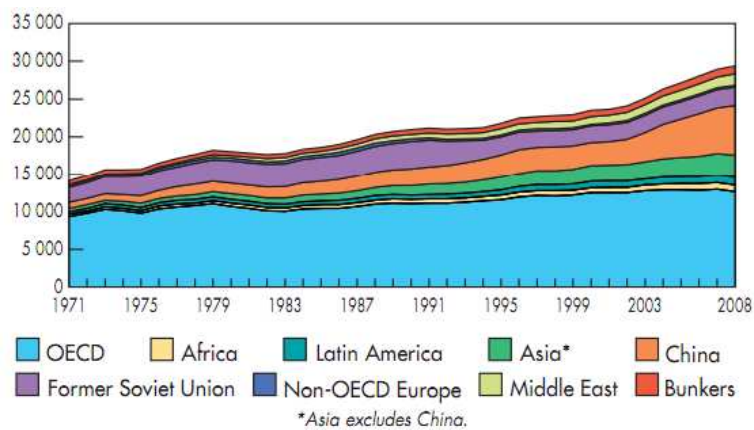


Figure 0.0.3: Evolution des émissions de gaz à effet de serre (en Mt de CO₂) [Agency 10]

La nécessité de trouver de nouvelles énergies répondant à ses multiples besoins fait depuis une vingtaine d'année l'objet de recherches intenses et a permis le développe-

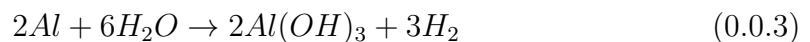
ment récent de diverses filières énergétiques : solaire, éolienne, hydrogène, nucléaire de génération IV, biocarburants, ... Mais à l'heure actuelle aucune technologie n'est apte, seule, à pourvoir à la demande actuelle et future. La solution repose sûrement sur un couplage de ces différentes technologies, couplage qui soit adapté à la situation locale d'un pays, à ses ressources, son climat, ses besoins.

L'hydrogène ne constitue pas une source d'énergie en tant que telle, il est plutôt un vecteur, c'est à dire qu'il permettrait de stocker l'énergie pour des applications qu'elles soient stationnaires ou mobiles, permanentes ou intermittentes [Rifkin 02]. Le principal problème avec une économie de l'hydrogène est que bien qu'il constitue l'élément le plus abondant dans l'univers, il n'est pas naturellement présent sur Terre à l'état libre, il est lié à d'autres atomes comme l'oxygène ou le carbone. Pour en disposer, il faut alors pouvoir le produire et pour cela, utiliser de l'énergie pour le séparer des autres éléments chimiques.

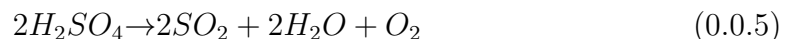
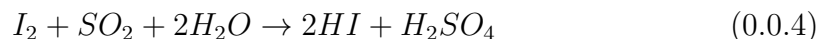
Actuellement, l'hydrogène est essentiellement utilisé pour la production d'ammoniac, le raffinage de produits pétroliers et la fabrication de méthanol. Il est presque exclusivement fabriqué à partir de vaporéformage de gaz naturel, présentant les inconvénients d'utiliser une énergie fossile qui est limitée et un procédé qui est polluant.

Pour répondre aux attentes, l'hydrogène doit donc pouvoir être produit à partir d'énergie renouvelable. Pour cela, il existe différentes méthodes [Momirlan 99, Pehnt 01, Balat 09] permettant la production d'un hydrogène "propre" que l'on peut classer en plusieurs catégories :

- Par réaction chimique à partir de l'eau, certains métaux peuvent réagir en solution aqueuse et former de l'hydrogène :



- Par réaction thermochimique, ce sont des cycles chimiques fermés ayant lieu à haute température et ne nécessitant pas l'apport d'une énergie électrique, la chaleur suffisant à entretenir les réactions. Il existe de nombreux cycles comme le cycle hybride Westinghouse, UT-3, ou encore le cycle iode-soufre :



- Par photoélectrochimie, où, selon le principe de la photosynthèse, l'eau est décomposée en oxygène et hydrogène grâce à l'apport de lumière. Les rendements actuels ne sont pas encore assez intéressants, de l'ordre de 10 %, et il reste des problèmes de stabilité et de durée de vie à résoudre. Néanmoins les développements récents permettent à ces "feuilles" artificielles d'être 10 fois plus performantes que la nature [Nocera 08].

- Par transformation thermochimique ou gazéification de la biomasse, on parle alors de biohydrogène. Le gaz produit de cette façon engendre aussi l'émission de dioxyde de carbone mais la quantité émise correspond à ce que les plantes ont pu fixer au cours de leur croissance, le bilan global est alors nul.
- Enfin, par électrolyse de l'eau si l'énergie utilisée a été produite sans émission de CO_2 . Il s'agit ici de dissocier par réaction chimique avec un apport d'énergie, une molécule d'eau en hydrogène et oxygène :



Le rendement par cette méthode est assez faible mais il est néanmoins possible de l'améliorer en opérant à haute température (600-1000 °C), on parle alors d'Electrolyse de la Vapeur d'eau à Haute Température EVHT. Opérer à plus haute température permet de travailler à des densités de courant supérieures, de diminuer les pertes ohmiques et de diminuer le coût de l'énergie utilisée (une partie étant apportée sous forme de chaleur). On peut aussi obtenir un meilleur rendement en travaillant à haute pression, le but étant de produire un hydrogène qui puisse être directement stockable sous pression sans passer par une étape de compression [Marangio 11]. Les différentes techniques de production de l'hydrogène ainsi que sa distribution, son stockage et son utilisation constituent la filière hydrogène, Fig. 0.0.4.

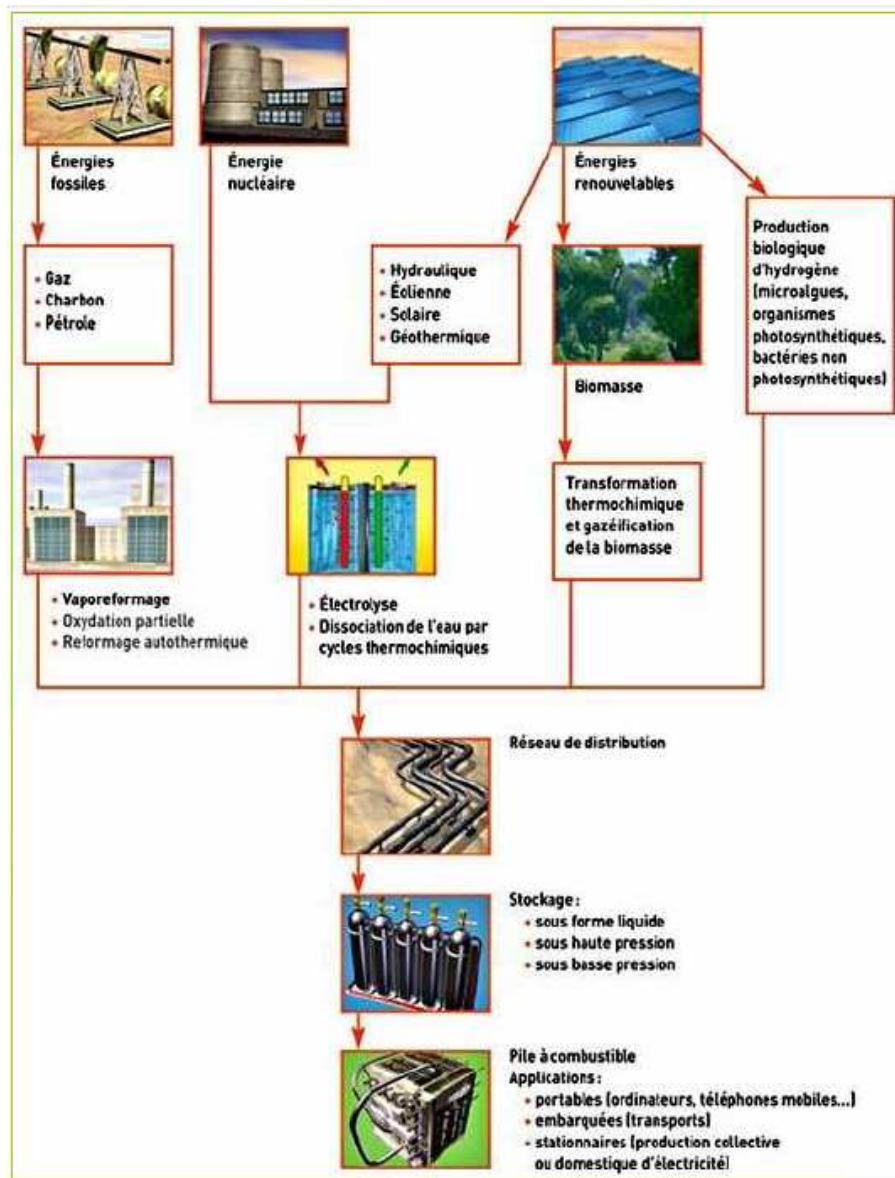


Figure 0.0.4: La filière hydrogène

Dans un EVHT, la gestion des gaz est primordiale, il faut éviter les fuites vers l'extérieur du dispositif ce qui réduirait d'autant le rendement et éviter qu'après séparation, les gaz O_2 et H_2 ne se recombinent. Dans l'éventualité d'une économie de l'hydrogène et donc d'une production massive, la quantité de gaz libérée dans l'atmosphère pourrait être colossale, or, il a été démontré qu'une augmentation de sa concentration dans l'atmosphère pourrait notamment conduire à une destruction de la couche d'ozone [Tromp 03]. On voit bien alors la nécessité de s'assurer de la bonne étanchéité de ces

dispositifs, pour des questions de rendement et pour ne pas remplacer un problème (effet de serre) par un nouveau (destruction de la couche d'ozone).

Toutefois, si le constat est simple, l'application l'est moins. En effet, il faut pouvoir gérer et prévoir dans le temps le comportement du joint afin d'éviter une dégradation de ses performances. En EVHT, les températures de fonctionnement sont élevées (classiquement autour de 800 °C), des phénomènes de fluage ou de relaxation apparaissent, le différentiel de dilatation thermique entre les cellules électrochimiques en céramique et les interconnecteurs métalliques doit aussi être pris en compte. Enfin, il convient de maintenir l'étanchéité de l'empilement à faible niveau d'effort pour ne pas risquer d'endommager la partie céramique. C'est pourquoi les joints doivent être optimisés afin d'être utilisés en EVHT.

Cette thèse s'est construite à partir d'un constat simple : nous ne disposons pas d'outils de prédimensionnement des joints permettant de prévoir un niveau de fuite. Dès lors que l'on est amené à changer un paramètre pour réduire le débit de fuite ou pour tester de nouvelles conditions expérimentales comme la température, la pression, la stratégie de chargement, la géométrie ou la nature du joint, une nouvelle expérience doit être entreprise. L'originalité de cette thèse est de vouloir proposer, à partir d'essais d'étanchéité et de simulations numériques aux éléments finis, un modèle permettant de calculer, a priori, c'est à dire sans réaliser l'expérience, le débit de fuite associé à un joint. Le modèle doit permettre d'estimer le débit de fuite associé à un joint en Fecralloy en fonction de sa forme, des conditions de serrage et du temps de maintien, offrant ainsi la possibilité de concevoir à moindre coût des joints spécifiques pour l'application visée.

La première partie de ce mémoire est consacrée à une exploration bibliographique sur les électrolyseurs de la vapeur d'eau à haute température, sur les moyens d'assurer l'étanchéité et comment celle-ci est généralement modélisée.

La deuxième partie porte sur les moyens expérimentaux de mesures de la fuite en fonction de certains paramètres comme la géométrie du joint ou l'effort de serrage appliqué. On met en évidence les paramètres expérimentaux ayant une influence sur le débit de fuite.

Ensuite, la partie numérique est décrite. Les essais précédents sont calculés par modélisation aux éléments finis. On cherche les paramètres mécaniques calculés qui puissent être reliés à la fuite.

Puis, la quatrième partie propose un modèle original basé sur une loi de Darcy, afin de relier un débit de fuite à des champs mécaniques locaux calculés.

Enfin, le chapitre cinq est un chapitre de validation. Différents cas sont testés pour permettre de balayer les domaines où le modèle est valide et où ses limites apparaissent.

Chapter 1

Contexte général de l'étude

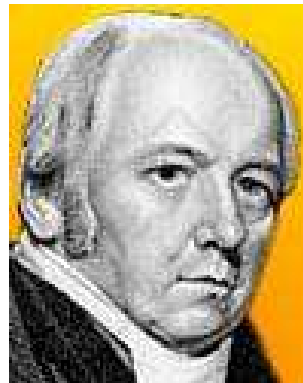
1.1 L'EVHT, principe de fonctionnement

1.1.1 Histoire de l'invention de l'électrolyse

L'électrolyse de l'eau est une des techniques de production de l'hydrogène. Elle consiste en la séparation par réaction chimique, nécessitant un apport d'énergie, d'une molécule d'eau en hydrogène et en oxygène. Historiquement, la première électrolyse de l'eau est réalisée par deux anglais, Anthony Carlisle (Fig. 1.1.1a¹) et William Nicholson (Fig. 1.1.1b²) en 1800 qui utilisent la pile électrique inventée peu de temps avant par Volta comme source d'énergie [Durand 99].



(a) A. Carlisle



(b) W. Nicholson

Figure 1.1.1: Les pionniers de l'électrolyse

L'électrolyse fut utilisée par la suite afin d'obtenir divers dépôts métalliques permet-

-
1. <http://british-miniatures2.blogspot.com/2008/09/bone-henry-portrait-of-sir-anthony.html>
 2. http://www.todayinsci.com/5/5_02.html

tant ainsi la découverte de nombreux éléments (potassium, calcium, magnésium, ...) en 1807. Ces procédés ne purent être industrialisés que lorsque l'électricité fut disponible abondamment, soit vers 1880.

1.1.2 Les différents types d'électrolyseurs

Il existe trois types d'électrolyse pour produire de l'hydrogène : l'électrolyse alcaline, l'électrolyse de type PEM (Proton Exchange Membrane) et l'Electrolyse de la Vapeur d'eau à Haute Température EVHT [Viseur 08].

L'électrolyse alcaline est la technologie qui est la plus mature, la plus ancienne et la plus répandue. L'électrolyte est, le plus souvent, une solution d'hydroxyde de potassium KOH. Elle est réalisée en phase liquide et la dissociation se fait à basse température entre 70 et 100 °C. Le rendement dans ce type d'électrolyseur est assez faible à cause de surtensions aux électrodes et de pertes ohmiques dans l'électrolyte. L'utilisation par cette technique de la seule énergie électrique limite aussi le rendement énergétique global qui est d'environ 30 % [Doenitz 80].

Les électrolyseurs PEM, quant à eux, intègrent une membrane échangeuse de protons. L'eau est décomposée à l'anode en oxygène, électrons et protons. Ces protons migrent sous l'effet du champ électrique de l'anode vers la cathode au travers de la membrane électrolytique puis sont réduits à la cathode où ils forment l'hydrogène. Cette technologie permet d'obtenir de meilleurs rendements et des temps de réponse plus courts. Elle est en revanche pénalisée par son coût élevé lié à celui de la membrane électrolytique et aux catalyseurs métalliques utilisés aux électrodes (métaux nobles).

La troisième technologie est celle de l'électrolyse de la vapeur d'eau à haute température. Dans ce cas, les températures de fonctionnement sont de l'ordre de 700 à 1000 °C. Un des avantages de ce type d'électrolyseur est de pouvoir apporter une partie de l'énergie sous forme de chaleur, meilleure marché que l'énergie électrique. L'énergie nécessaire à l'Eq. 1.1.1 (le ΔH) est la somme de l'énergie électrique (ΔG) et de l'énergie thermique ($T\Delta S$), Eq. 1.1.2. Une augmentation de la température entraîne une augmentation de l'énergie thermique ce qui diminue d'autant l'énergie électrique à fournir. Il est ainsi envisagé de coupler ce type d'électrolyseur avec une centrale nucléaire [Yildiz 06] ou une centrale solaire à concentration [Coelho 10] comme source de chaleur.



$$\Delta H = \Delta G + T\Delta S \quad (1.1.2)$$

Elle présente en outre, par rapport aux autres techniques, certains avantages comme d'après [Rivera-Tinoco 09] :

- De diminuer l'énergie électrique nécessaire à la dissociation en réalisant l'étape d'électrolyse sur de la vapeur d'eau. Une étape préliminaire de vaporisation de l'eau, à partir si possible d'une source de chaleur est par contre nécessaire. L'utilisation de

deux sources d'énergie différentes (chaleur et électrique) peut être un autre avantage dans certains cas.

- De ne pas avoir besoin de catalyseur coûteux aux électrodes en réalisant cette électrolyse à haute température ($>600\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- D'utiliser un électrolyte solide.
- Même s'il s'agit d'une technologie plus récente, elle bénéficie du retour d'expérience sur les SOFC (Solide Oxyde Fuel Cell). En effet, l'EVHT aussi appelée SOEC pour Solide Oxyde Electrolysis Cell est le principe inverse de la pile à combustible mais les processus et les matériaux mis en jeu sont les mêmes.

1.1.3 Description d'un EVHT

Un électrolyseur est constitué de l'empilement, ou "stack", de cellules électrochimiques et d'interconnecteurs. Le motif élémentaire ou SRU (Single Repeat Unit) correspond à une cellule et à deux interconnecteurs. Dans cet empilement, les cellules peuvent être planes (circulaires ou carrées) ou tubulaires. Les premières réalisations étaient tubulaires, Fig. 1.1.2, ce qui facilitait la gestion des gaz mais les structures planes présentent des avantages de compacité et de limitation des pertes ohmiques.

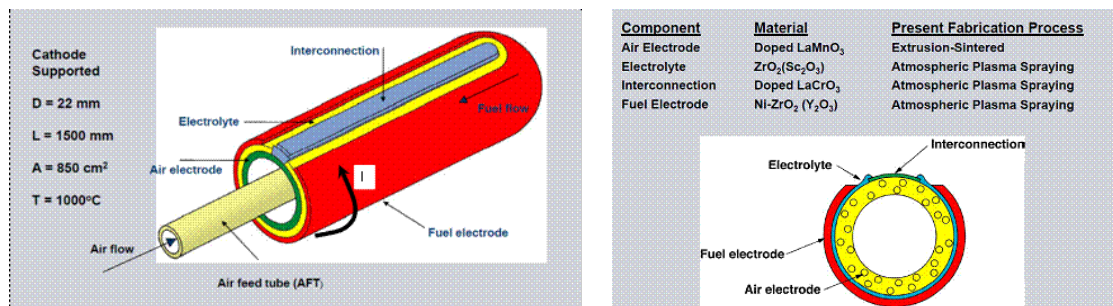


Figure 1.1.2: Configuration du concept tubulaire et matériaux usuels [Siemens 08]

Chaque cellule se compose de deux électrodes poreuses, l'anode et la cathode lieux des réactions électrochimiques et d'un électrolyte dense qui assure la conduction des ions entre les électrodes, Fig. 1.1.3. Les cellules sont reliées entre elles par des interconnecteurs ayant pour rôles d'apporter le courant, de servir de barrière entre l'anode et la cathode et d'assurer la distribution des espèces gazeuses. Enfin, la partie étanchéité est assurée par des joints notamment à la sortie et à l'entrée des fluides et entre les chambres.

La cathode est le lieu de la réduction de la vapeur d'eau en ions O^{2-} et en dihydrogène Eq. 1.1.3. La cathode est fabriquée en un matériau poreux permettant la circulation du gaz [Zhu 03], elle peut être en cermet Ni-ZrO₂, Ni-SDC (Samaria-Doped Ceria) ou Ni-GDC (Gadolinia Doped Ceria). L'insertion ou dopage de l'oxyde de cérium par du gadolinium ou du samarium permet la création dans la solution d'oxydes de lacunes d'oxygène qui sont les porteurs de charge nécessaires au transport des ions O^{2-} au travers de l'électrolyte.

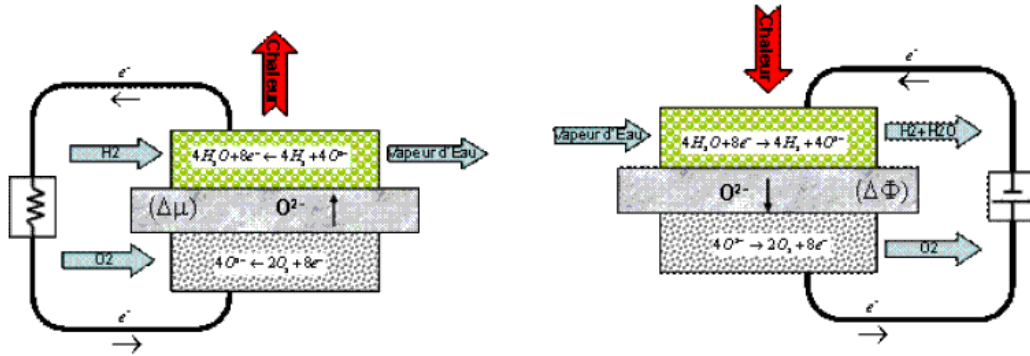


Figure 1.1.3: Schéma de principe d'un motif élémentaire d'une pile à combustible (à gauche) et d'un EVHT (à droite)



L'électrolyte est un matériau qui assure la conduction des ions O^{2-} formés à la cathode vers l'anode tout en bloquant la circulation des électrons. Le matériau de l'électrolyte doit être stable chimiquement dans des atmosphères oxydantes et réductrices et il doit être dense pour assurer aussi un rôle d'étanchéité entre les milieux. La zircone yttrée YSZ (Yttria-Stabilized Zirconia) est le matériau généralement utilisé, l'yttrium permettant d'augmenter la conductivité ionique [Kharton 04].

Les ions O^{2-} après passage dans l'électrolyte sont oxydés à l'anode, Eq. 1.1.4, où il y a dégagement de dioxygène gazeux. Cette électrode doit être elle aussi poreuse afin de favoriser la circulation du gaz. Une anode en LSM, Manganite de Lanthane dopée au Strontium est souvent utilisée pour sa bonne conductivité électronique à haute température.



Au final, l'équation bilan de l'EVHT, donnée dans l'Eq. 1.1.5, est la dissociation d'une molécule d'eau en hydrogène et oxygène.



Aux températures de fonctionnement visées (autour de 800 °C), ces différents matériaux doivent être sélectionnés aussi en fonction de leur coefficient d'expansion thermique, afin qu'ils soient les plus proches possibles et ainsi éviter de casser la cellule.

La production de gaz aux deux électrodes pose le problème de l'étanchéité dans l'empilement. Il est en effet crucial que les gaz nouvellement formés ne se recombinent pas ou qu'ils ne fuient pas vers l'extérieur du dispositif. C'est ici qu'intervient le rôle des joints dans l'architecture des EVHT.

1.2 Les différents types de joints pour l'EVHT

La fonction d'étanchéité est essentielle dans un électrolyseur. Celle-ci intervient à plusieurs niveaux. Tout d'abord, au niveau de l'arrivée et de la sortie des fluides, l'étanchéité doit être assurée pour amener correctement les gaz dans le dispositif ou pour les évacuer après réaction électrochimique. Il faut ensuite éviter la recombinaison des gaz hydrogène et oxygène après la séparation électrolytique. Ainsi l'anode pour l'oxygène et la cathode pour l'hydrogène et la vapeur d'eau doivent être étanchées. Enfin, il faut aussi s'assurer d'une bonne herméticité entre les milieux intérieur et extérieur pour éviter notamment la perte de l'hydrogène produit et les risques associés à sa dispersion. Dans un EVHT, les étanchéités sont réalisées en plaçant un joint entre des matériaux de natures différentes, céramique et métallique, à haute température alors que ces matériaux ont des coefficients de dilatation thermique différents. Ainsi, la cellule en céramique possède un coefficient de dilatation thermique significativement inférieur à celui de l'interconnecteur. De plus, la cellule étant fragile, il faut pouvoir réaliser l'étanchéité sous faible niveau d'effort pour éviter de la casser. Le joint doit aussi avoir une bonne tenue au fluage afin de garantir un bon niveau de fuite dans le temps [Bram 02].

Aux conditions d'utilisation, c'est à dire à haute température, il n'est plus possible d'utiliser un joint en élastomère. Les solutions de référence pour l'étanchéité de ces systèmes sont aujourd'hui à base de verre à l'état pâteux. Mais, dans l'état de développement actuel, ce type de joint présente un certain nombre d'inconvénients. En fonctionnement nominal, ses propriétés sont généralement bien adaptées, mais des problèmes apparaissent dans les régimes transitoires, chauffage ou refroidissement. En particulier, le joint verre est fragile en dessous de sa température de transition vitreuse et est susceptible de se rompre s'il est sollicité notamment à cause des dilatations différentielles entre les interconnecteurs et la cellule [Fergus 05]. Le verre crée aussi une liaison rigide entre les composants de l'empilement, générant des contraintes lors des transitoires thermiques. De plus, le démontage des composants est difficile, voire impossible sans changer la cellule, lorsque les étanchéités sont réalisées à base de verre. Les joints verticaux ou «au plafond» sont alors délicats à envisager. Le verre peut s'écouler lentement, réduire la durée de vie de l'assemblage et ne pas supporter les pressions modérées de quelques bars sans doute nécessaires à terme à un EVHT industriel. Enfin, les verres ne sont pas toujours compatibles chimiquement avec les autres composants de la cellule et de l'interconnecteur et conduisent à une corrosion importante des portées des joints voire à une pollution au silicium des électrodes. Ces inconvénients conduisent à la recherche de solutions d'étanchéité alternatives [Lessing 07]. D'autres solutions consistent à braser le métal de l'interconnecteur sur la céramique [Weil 04], mais l'obtention du mouillage sur la céramique ainsi que les différences de dilatation thermique rendent cette opération très difficile avec de grandes dimensions, le refroidissement après la solidification de la brasure provoquant régulièrement la rupture de la céramique si aucune souplesse dans

la structure de l'interconnecteur n'est introduite. Enfin, d'autres joints compressifs à base de mica [Chou 06] ou simplement métalliques [Gibson 95, Meacham 07] sont proposés mais nécessitent un serrage extérieur à contrôler et à maintenir en température pour obtenir une étanchéité efficace sans rupture de la cellule en cours de chauffage. Peu de résultats sont aujourd'hui proposés pour des joints métalliques applicables en SOFC et/ou EVHT [Duquette 04] et peu d'auteurs proposent d'améliorer les joints compressifs en modélisant leur comportement [Green 11]. Les joints métalliques sont généralement constitués d'une âme élastique revêtue par un métal "mou" présentant une dureté plus faible, cette technique permet d'obtenir des débits de fuite bien plus faibles [Yanagisawa 90]. La partie élastique permet la bonne tenue du joint dans le temps et peut compenser certains changements au niveau du serrage en cours de fonctionnement assurant le maintien de l'étanchéité. Le revêtement lui, grâce à sa plasticité permet d'avoir une interpénétration entre les rugosités du joint et celles de la cellule ou de l'interconnecteur facilitant ainsi l'établissement de l'étanchéité.

1.3 Modélisation de l'étanchéité

Dans la littérature, il y a peu de travaux sur l'étude des étanchéités métalliques et sur leur modélisation. L'approche classique consiste à mener des essais d'étanchéité sous différentes conditions expérimentales et à mesurer le débit de fuite selon différentes techniques. Le débit de fuite dans le montage dépendra des propriétés du joint pour l'établissement et le maintien de l'étanchéité, de l'effort de serrage appliqué, des états de surface des différentes pièces au contact et des conditions expérimentales (température, gradient de pression, nature du fluide à étancher, ...). Ces recherches sont avant tout phénoménologiques et qualitatives.

Certains auteurs comme [Yanagisawa 91] ont étudié le lien entre le serrage des brides et le débit de fuite pour un contact rugueux ainsi que d'autres aspects relatifs au joint comme sa déformation en fonction du chargement, la largeur du contact et les états de surface. Dans un autre article, ils montrent par des calculs aux éléments finis que la déformation plastique du revêtement du joint est majoritaire, mais aucune corrélation avec le débit de fuite n'est recherchée [Yanagisawa 90].

[Butcher 73] est l'un des premiers à poser les fondamentaux de l'étanchéité statique. Il donne des indications devant permettre l'obtention d'un niveau de débit faible, il faut pour cela que les rugosités plastifient ce qui peut être obtenu en minimisant la largeur de joint et en augmentant l'effort de serrage. [Matsuzaki 88, Matsuzaki 92] lui, cherche à relier le débit de fuite à la rugosité ainsi qu'aux pressions de contact et aux propriétés des matériaux. Pour cela, des essais sont menés à la fois sur des contacts rugueux usinés suivant différentes techniques ou avec des joints métalliques. Mais dans ces travaux, les phénomènes physiques régissant la fuite ainsi que la corrélation quantitative entre fuite et champs mécaniques locaux ne sont pas abordés.

Dans ces travaux de thèse, [Marie 02] a une approche différente, il modélise l'écoulement

dans la zone de contact à partir du champ des ouvertures résultant du contact entre deux surfaces rugueuses. Le but étant de pouvoir prédire le débit et le chemin de fuite à partir d'un calcul numérique, grâce à des données sur la morphologie des surfaces (rugosité, défauts de forme) et sur l'écoulement du fluide. Pour simplifier le problème, le contact est étudié entre une surface parfaitement lisse indéformable (un saphir) et une surface déformable présentant la somme des rugosités des deux surfaces (acier inoxydable 316L). C'est le principe de surface somme [O'Callaghan 87], Fig. 1.3.1. Il étudie l'influence de la pression du fluide, de la pression de contact et de l'état de surface sur le débit de fuite.

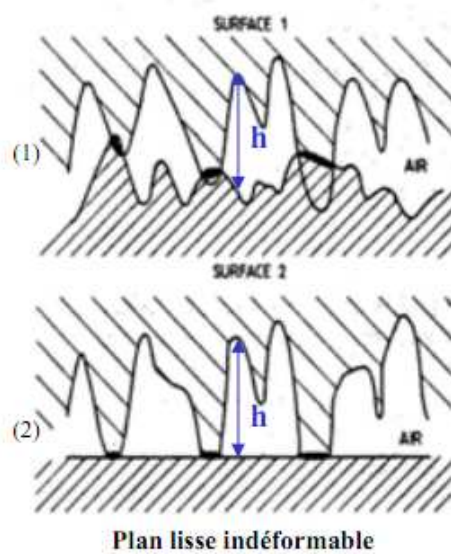


Figure 1.3.1: Contact réel (1) ou modélisé avec une surface somme (2) [O'Callaghan 87]

Numériquement, Marie utilise des modèles d'écoulement en milieu fracturé grâce à un écoulement de Stokes ou de Reynolds (apparentés à du Darcy), le contact étant décrit en fonction du champ des ouvertures $h(x, y)$ mesuré par interférométrie, Fig. 1.3.2. Le calcul d'un débit de fuite à partir d'une approche locale, à l'échelle de la rugosité ne permet pas de retrouver les valeurs de fuite expérimentales (plusieurs ordres de grandeur de différence à bas effort). Il lui faut alors avoir recours à des méthodes de changement d'échelle pour prendre en compte les défauts de forme (planéité, parallélisme), ce qui permet de mieux estimer la fuite. Néanmoins la méthode utilisée reste limitée aux cas de déformations élasto-plastiques voire plastiques mais restreintes aux zones de contacts (méthode d'érosion des aspérités).

Dans le cas d'un contact viscoplastique, des techniques basées sur la mesure des déformations à l'échelle de la rugosité sont peu développées et seraient trop lourdes à mettre en œuvre. Ce travail s'inscrivant dans une démarche de conception visant à produire

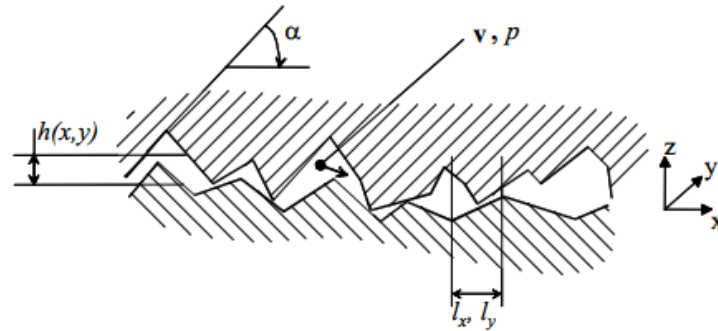


Figure 1.3.2: Profil d'une fracture rugueuse d'ouverture variable $h(x, y)$ [Marie 02]

un modèle de calcul de fuite devant à terme aider au design de solutions d'étanchéité, l'approche retenue doit alors pouvoir être transposable industriellement. Cette démarche qui vise à garantir la durée de vie d'une pièce à partir de son dimensionnement mécanique est aujourd'hui classique. Elle est généralement basée sur le calcul par éléments finis des champs mécaniques tels que contraintes, déformations, vitesses de déformation et sur l'utilisation de critères de rupture établis à partir d'essais simples. L'objet du travail présenté ici est donc de parvenir à lier le débit de fuite à des paramètres mécaniques locaux calculés numériquement afin de pouvoir estimer a priori la qualité d'étanchéité d'un joint et de son maintien dans le temps à partir d'un design et de simulations numériques.

Chapter 2

Partie expérimentale

Les essais ont été réalisés sur le banc d'essai BAGHERA, Fig. 2.0.1, pour « BAnc pour la Génération d'Hydrogène visant à qualifier l'Etanchéité et la Résistance de contAct », dont la mise au point fut l'objet du DRT de Vidal [Vidal 08].



Figure 2.0.1: Le banc d'essai BAGHERA

Cette machine électromécanique de 50 kN est associée à un four sous air permettant

d'effectuer des essais jusqu'à 1000 °C. Elle permet de relier le niveau de fuite mesuré à l'effort linéique appliqué sur un joint et à l'écrasement de celui-ci. Le débit de fuite correspond à l'arrivée de gaz nécessaire au maintien d'une surpression constante dans la zone à étancher, ici 200 mbar. Le système régule alors en débit afin de maintenir cette surpression. La pression est mesurée par deux capteurs de gamme 0-1000 mbar et 0-50 mbar qui sont associés à deux débitmètres de 2-10 Nml.min⁻¹ et 0.06-3 Nml.min⁻¹. La mesure de l'écrasement du joint au cours de l'essai se fait par un système de tringlerie en quartz relié à des palpeurs situés à l'extérieur du four. Ce système est doublé afin de s'assurer du parallélisme des portées au cours de l'écrasement et de la fiabilité des mesures. Enfin, l'effort appliqué peut être contrôlé par des capteurs de force ayant une capacité allant de 10 N jusqu'à 50 kN et permettent de réaliser le cycle de chargement/déchargement désiré. Le principe des essais mis en place consiste à venir faire pénétrer un bossage en Udimet 720 dans un feuillard en FeCrAl et à mesurer un débit de fuite en fonction de différents paramètres expérimentaux.

2.1 Description des moyens d'essai

2.1.1 La presse

La presse, visible sur la Fig. 2.1.1, utilisée est d'une capacité de 50 kN en traction-compression, l'espace inter-colonnes est suffisamment important pour y permettre l'intégration d'un four. La cellule de force utilisée est de 5 kN ce qui est adapté pour la gamme d'effort nécessaire à l'établissement de l'étanchéité dans le cadre de ce travail de thèse.



Figure 2.1.1: La presse de BAGHERA

La machine est pilotée par le logiciel Testworks de MTS permettant de faire des expériences à déplacement ou à force imposée. Les essais ont tous été faits en maintenant des paliers de force qui sont imposés ce qui permet de suivre l'évolution du déplacement et donc de l'écrasement au cours du temps.

2.1.2 Le four

Le four, Fig. 2.1.2, permet de faire des essais jusqu'à 1000 °C, la cible des essais étant de 800 °C. Sa vitesse de montée maximale est de 5 °C.min⁻¹. La température est réglée à l'aide de trois thermocouples situés dans les zones basse, centrale et haute du four. Trois autres thermocouples placés au centre du dispositif, au plus près de la zone à tester assurent un bon contrôle de la température des échantillons. Pour éviter d'endommager le matériel à cause de surchauffes, pour protéger l'opérateur de risques de brûlures et aussi pour assurer un refroidissement plus rapide, le four est refroidi grâce à un circuit d'eau.

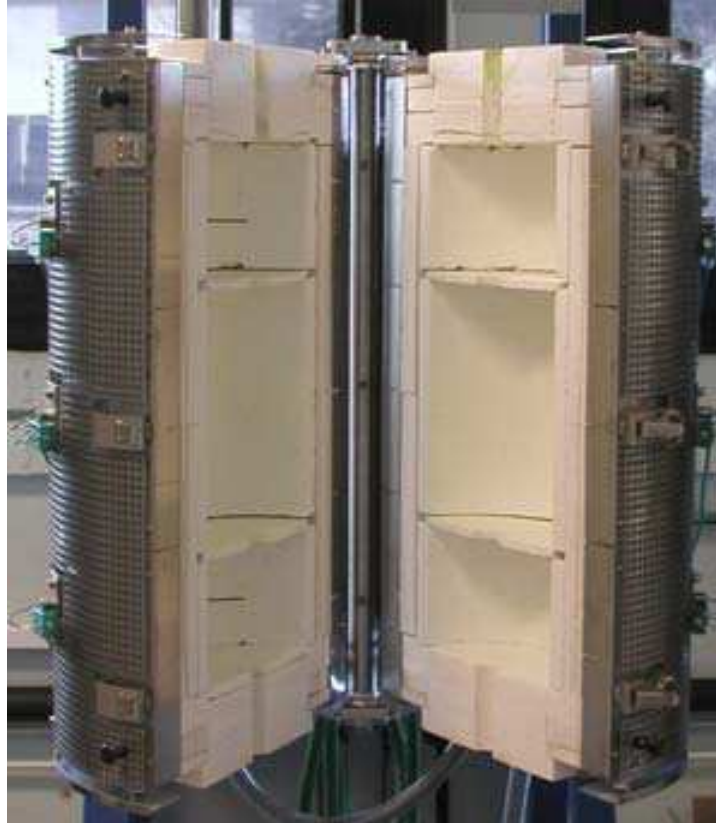


Figure 2.1.2: Le four

2.1.3 La mesure du déplacement

Le suivi de l'écrasement en cours d'essai est nécessaire afin d'avoir les informations sur l'évolution de l'écrasement de notre échantillon. La mesure est assurée par deux capteurs LVDT pour Linear Variable Differential Transformer qui sont des capteurs électriques passifs présentant une bonne résolution dans la gamme de déplacement des essais, elle est de l'ordre de $0.1 \mu\text{m}$. Les capteurs utilisés ont une course de 5 mm. Les données sont valables pour des températures comprises entre -20 et $200 \text{ }^\circ\text{C}$. Le besoin d'opérer à haute température oblige dès lors à déporter les mesures hors de la zone chaude du four. Pour cela, des tiges de quartz, dont le coefficient de dilatation de $0.5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ est très faible, sont utilisées. Pour des expériences dont la température devrait changer, la valeur mesurée serait alors entachée de l'erreur liée à cette dilatation. Les essais présentés ici ont été réalisés à une température constante et le zéro des palpeurs a été effectué une fois la température d'essai atteinte, les résultats ne sont donc pas affectés par cette erreur. La Fig. 2.1.3 permet de voir que deux palpeurs LVDT sont utilisés, ils sont placés de part et d'autre des tirants, ceci afin d'avoir deux valeurs par essai et de contrôler si l'écrasement se fait ou non de façon homogène en deux zones différentes.

Ces deux mesures constituent un des moyens de contrôle du parallélisme des portées au cours d'un essai.

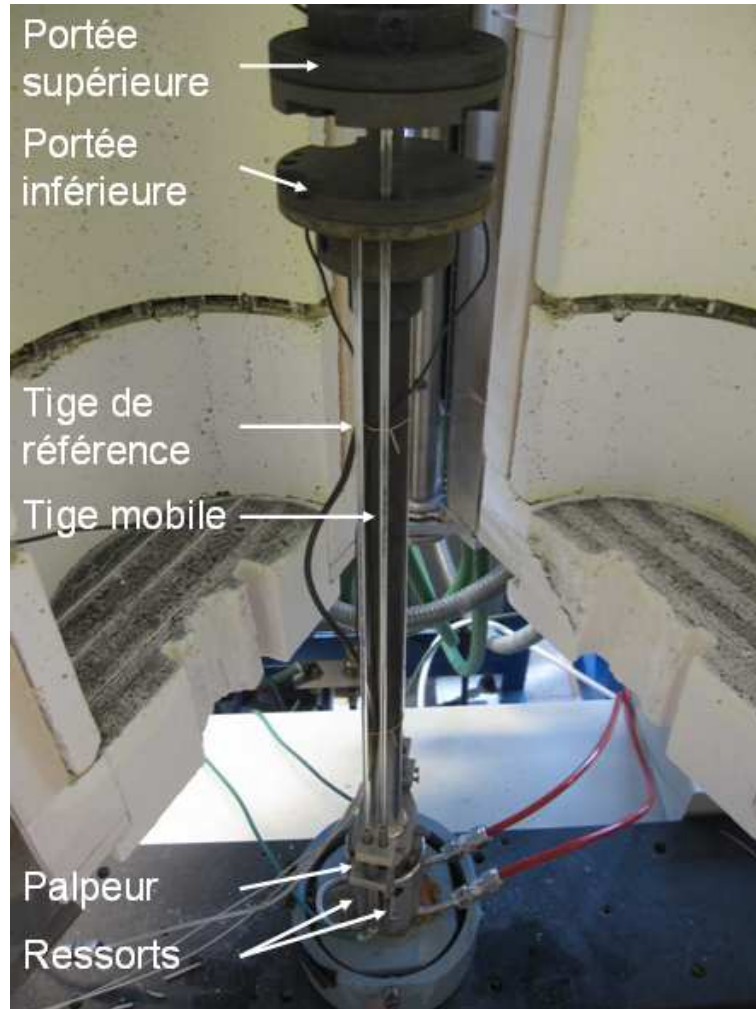


Figure 2.1.3: La tringlerie et les capteurs LVDT

Un palpeur nécessite deux tiges en quartz afin d'obtenir une mesure relative du déplacement et de renvoyer la mesure LVDT hors du four. Le déplacement des tiges est guidé par des glissières et elles sont maintenues au contact des portées par des ressorts qui exercent un effort de rappel. La course de ces ressorts est suffisante pour encaisser le différentiel de dilatation thermique et le déplacement des tiges. La première tige sert de référence et est en contact avec la portée inférieure qui est fixe. Cette tige n'est pas directement au contact de l'échantillon mais placée au plus près, dans la portée inférieure, Fig 2.1.4. Ainsi pour éviter l'effet de la dilatation de la portée qui viendrait aussi parasiter les mesures lors des transitoires thermiques, celle-ci est usinée et seulement une faible épaisseur de 0.1 mm entre le bout de la tige et l'échantillon demeure. Cette tige

référence est liée au corps du palpeur. La deuxième tige vient elle traverser la portée inférieure pour venir au contact de la portée supérieure, mobile, qui en descendant viendra au contact du joint. Celle-ci est liée à la tige du capteur. Dès lors, le mouvement de la portée supérieure provoquera le déplacement de la deuxième tige et au final l'écrasement du capteur.

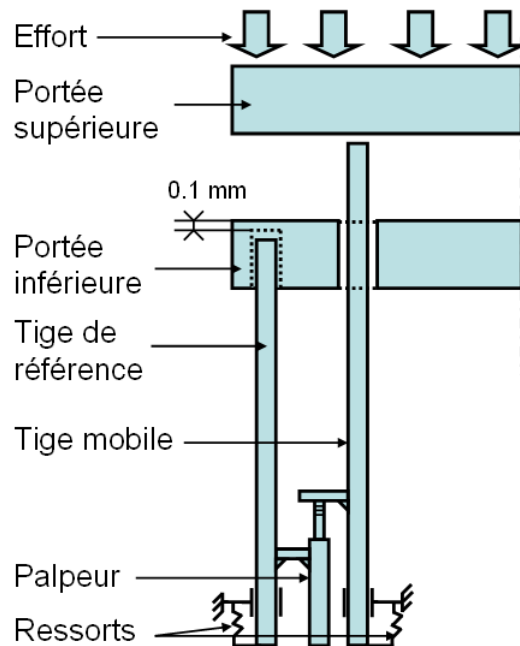


Figure 2.1.4: Système de mesure de la déformation

2.1.4 La mesure de fuite

Le banc d'essai est couplé à des arrivées multiples de gaz. Il est possible de mener des essais sous air, sous hélium, sous argon hydrogéné à 2 % et sous azote. Si l'application visée, i.e. l'EVHT, nécessite l'utilisation d'hydrogène, il n'est pas possible de le tester directement à plus forte concentration sur BAGHERA, pour des raisons de sécurité et de coût, son utilisation est limitée aux bancs d'essais visant à tester et qualifier des prototypes finaux dans un bâtiment "hydrogène". Les essais ont été faits sous air, gaz qui ne pose pas les problèmes de l'hydrogène et est peu cher à l'utilisation. De plus, avec de l'air, l'atmosphère oxydante de l'environnement anodique est reproduit et il est donc possible de contrôler son effet sur les matériaux. Enfin, le débit de fuite mesuré correspond à une fuite d'air dans de l'air où les aspects de diffusion n'entrent pas en compte. La possibilité de tester l'étanchéité à l'hélium dont la taille de molécule est la plus proche possible de celle de l'hydrogène peut tout de même permettre de noter l'influence de ce paramètre et de valider les résultats.

La mesure de la fuite se fait par une méthode directe avec deux débitmètres, Fig. 2.1.5. Le boîtier de commande donne une valeur de débit comme consigne, une fois que la pression souhaitée est atteinte et stable. La méthode permet de réguler une pression fixe au moyen d'une électrovanne proportionnelle, mesure faite au plus près de la zone d'essai afin de réellement mesurer le débit de fuite. Ainsi, en programmant des paliers d'efforts suffisamment longs (de plusieurs heures), le débit de fuite sera stabilisé.

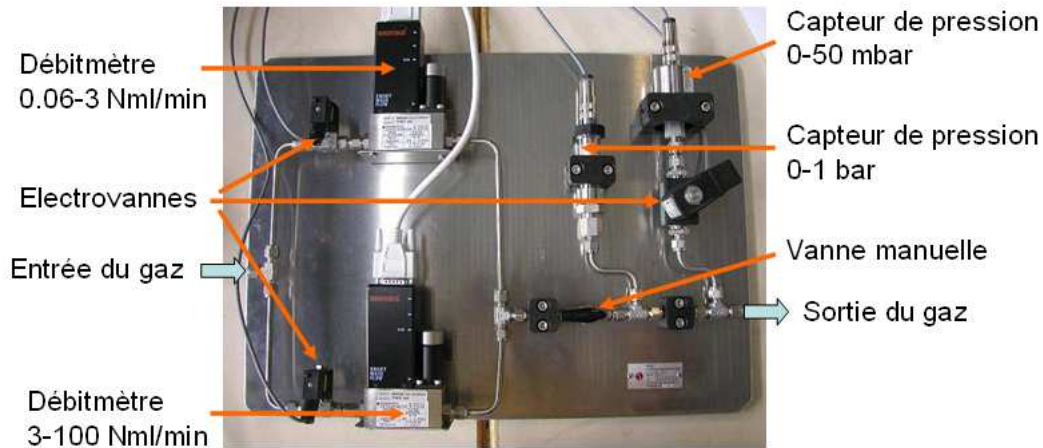


Figure 2.1.5: La platine de mesure de débit et de pression

Les deux débitmètres ont des gammes de mesures différentes permettant une meilleure précision sur une plus large étendue de débit. L'un mesure les débits faibles de 0.06 à $3 \text{ Nml}\cdot\text{min}^{-1}$, l'autre les débits élevés de 3 à $100 \text{ Nml}\cdot\text{min}^{-1}$. Il y a aussi deux capteurs de pression ayant pour gamme $0-1 \text{ bar}$ pour le premier et $0-50 \text{ mbar}$ pour le second, pour des mesures plus précises de faibles surpressions. Les trois électrovannes permettent de diriger le gaz vers le bon débitmètre et le bon capteur de pression en fonction du débit nécessaire à l'obtention de la pression désirée. La vanne manuelle peut être utilisée pour réaliser des mesures en chute de pression.

La pression de consigne est fixée typiquement à 200 mbar de surpression, les débitmètres régulent ensuite pour maintenir au mieux cette valeur.

2.2 Protocole expérimental

Tous les essais qui seront présentés ont été réalisés en suivant un même protocole expérimental.

2.2.1 Le joint

2.2.1.1 Matériau du joint

Dans le cadre du projet ANR EMAIL dont la thèse est partie intégrante, le matériau sélectionné pour réaliser les joints est un base fer. Il est connu sous différentes appellations commerciales comme Fecralloy[®] pour GoodFellow, Aluchrom YHf[®] pour ThyssenKrupp, OC404[®] pour Sandvik ou encore Kanthal AF[®] pour Kanthal. Cet alliage est un base fer contenant environ 20 % de chrome et 5 % d'aluminium, sa composition est disponible dans la Tab. 2.1¹. Ce matériau présente de bonnes propriétés à haute température avec un point de fusion supérieur à 1200 °C. Il a une bonne résistance à l'oxydation même en cyclage, de bonnes propriétés mécaniques à haute température, une bonne résistance à la corrosion en température (la formation d'une couche d'alumine adhérente favorisant la protection). Cet alliage a une structure cubique centré.

Ses propriétés en font un matériau fortement utilisé comme élément chauffant des fours grâce à sa forte résistivité électrique [Naohara 82].

Elément chimique	Min (% massique)	Max (% massique)
Ni	-	0.30
Cr	19.0	21.0
Fe	Base	Base
C	-	0.05
Mn	-	0.50
Si	-	0.50
Al	5.5	6.0
Zr	-	0.07
Y	-	0.1
Hf	-	0.1
N	-	0.01

Table 2.1: Composition chimique de l'alliage de fer-chrome-aluminium

2.2.1.2 Traitement thermique du FeCrAl

Le FeCrAl, est, à l'état de réception, conditionné sous forme de rondelles de 56 mm de diamètre et de 0.3 mm d'épaisseur. Les rondelles sont découpées dans des feuillards par poinçonnage. A réception, le matériau présente des tailles de grain très petites, Fig 2.2.1. Les échantillons sont attaqués à l'eau régale après polissage aux papiers à l'eau 600, 1200, 2500 puis diamant 7, 3, 1 microns.

1. Données issues de l'Aluchrom YHf

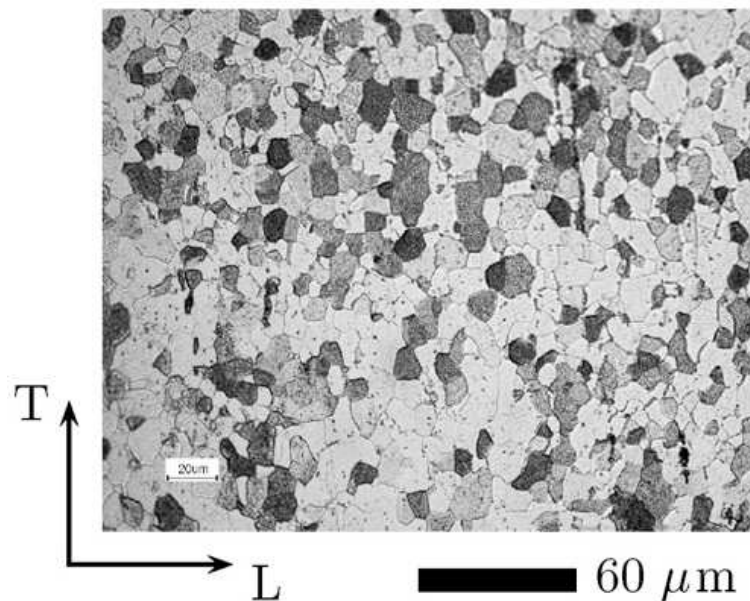


Figure 2.2.1: Vue MEB du FeCrAl à l'état de réception [Bérard 11]

Avant essai, un traitement thermique sous air est effectué sur le matériau. La montée à une température de 900 °C se fait en 2 h puis la température est maintenue pendant 30 h et enfin, le refroidissement se fait en fonction de l'inertie du four. Ce traitement sert plusieurs objectifs :

- Il forme une couche d'alumine à la surface qui facilite le démontage en empêchant l'adhésion du joint à ses portées.
- Il permet un grossissement de la taille des grains qui augmente la résistance du matériau au fluage. La vitesse de fluage à 800 °C sous 10 MPa est réduite d'un facteur 4 passant de $0.68 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ à $0.16 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ dans le sens longitudinal et de $0.69 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ à $0.14 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ dans le sens transverse [Bérard 11].
- Il garantit une stabilité de la microstructure pour les essais de courte durée menés (dix heures) à une température de 800 °C, inférieure à celle du traitement thermique.

Sur la Fig 2.2.2, la vue MEB après traitement permet de voir l'évolution du matériau. Microscopiquement, le traitement a permis une augmentation de la taille de grain de 7.8 à 23.5 μm dans le sens transverse et de 7.3 à 30.7 μm dans le sens longitudinal. Néanmoins, la taille des grains est hétérogène à cause de la présence d'yttrium [Clemendot 83]. Après un traitement de 27 h à 900 °C, la couche d'oxyde formée a une épaisseur de 2.4 μm [Bérard 11].

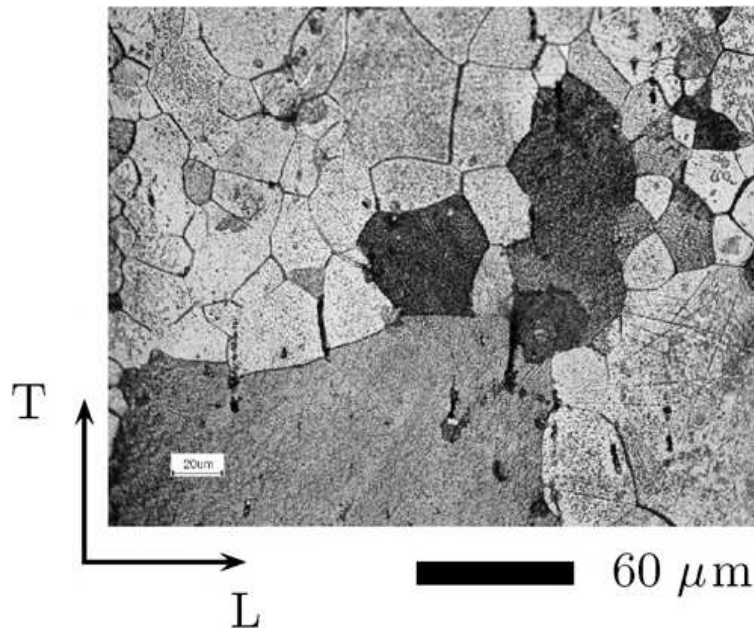


Figure 2.2.2: Vue MEB du FeCrAl après traitement thermique [Bérard 11]

2.2.1.3 Mesures de rugosité

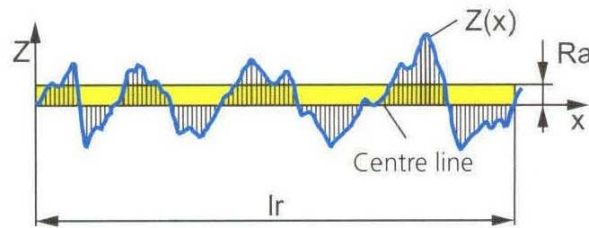
Avant de démarrer un essai sur un échantillon, des mesures de rugosité sont menées en différents points de la surface. Le rugosimètre utilisé est un rugosimètre à contact muni d'une pointe en diamant venant au contact de la surface à mesurer. Deux mesures sont importantes dans la caractérisation de la rugosité. La première est la longueur de base l_r . Celle-ci est égale à la longueur de coupure λ_c qui est un filtre passe-haut permettant de séparer les longueurs d'ondes liées à la rugosité de celles liées à la caractérisation de l'ondulation. L'autre mesure importante est la longueur de la course de mesure ou longueur d'évaluation l_n . Cette longueur d'évaluation étant fonction de l_r et du nombre de mesures réalisé, Eq. 2.2.1.

$$l_n = (\text{nombre de mesures}) * l_r \quad (2.2.1)$$

Il existe des dizaines de paramètres de rugosité, certains sont définis dans la norme ISO 4288. L'appareil de mesure donne accès aux données suivantes (définies dans la norme) : Ra , Rq , Rt , Rz , Rc et RSm .

- Ra est le paramètre le plus communément utilisé, Fig. 2.2.3. C'est l'écart moyen arithmétique de la rugosité soit la moyenne arithmétique des déviations du profil de rugosité à la ligne centrale, avec $Z(x)$ l'ordonnée du profil. Malgré tout, cette valeur délivre peu d'information et sera influencée par la présence de pics ou de vallées extrêmes.

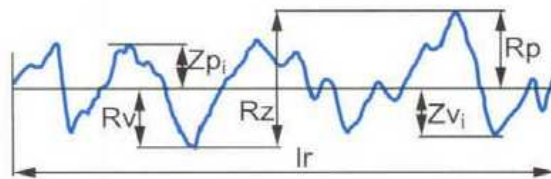
$$Ra = \frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} |Z(x)| dx \quad (2.2.2)$$

Figure 2.2.3: Mesure de Ra [Baker 07]

- Rq est la rugosité moyenne quadratique, elle correspond à l'écart type du profil.

$$Rq = \sqrt{\frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} Z^2(x) dx} \quad (2.2.3)$$

- Rz correspond à la dénivellation la plus importante entre le pic le plus haut Rp et la vallée la plus basse Rv sur la longueur de base l_r , Fig. 2.2.4. Comme une mesure de l_n correspond à plusieurs mesures de l_r , Rz est la moyenne des dénivellations les plus importantes sur l_n . Cette donnée renseigne sur la gamme de rugosité de la surface.

Figure 2.2.4: Mesure de Rz [Baker 07]

- Rt décrit comme Rz l'écart entre le pic le plus haut et la vallée la plus basse mais sur toute la longueur d'évaluation.
- Rc donne la hauteur moyenne des éléments de rugosité. Un élément correspondant à un pic et à la vallée adjacente.
- RSm est la largeur moyenne des éléments.

La norme ISO 4288 définit les valeurs adéquates de l_r et de l_n en fonction de l'état de surface de l'échantillon. Une procédure de mesure de la rugosité, correspondant à la norme, a été mise en place afin de garantir l'obtention de valeurs correctes:

- Déterminer si le profil de la surface est périodique ou non par un examen visuel ou une mesure sur la totalité du profil.
- Effectuer une première estimation d'un paramètre de rugosité. Par exemple avec Ra si le profil est non-périodique ou RSm s'il est périodique.
- Suivant la valeur obtenue se référer au tableau de la norme pour sélectionner la bonne longueur de base.
- Effectuer une nouvelle mesure du paramètre de rugosité sélectionné.

- Contrôler que la nouvelle valeur obtenue est bien comprise dans l'intervalle pour la longueur de base choisie.

Ainsi, pour les rondelles de FeCrAl, dont le profil de la surface est non périodique, les valeurs de Ra obtenues sont comprises entre 0.3 et 0.8 μm . Ceci correspond à une longueur de base de 0.8 mm et une longueur d'évaluation de 4 mm.

2.2.2 Mise en place

Le réglage optimal de l'alignement des deux plateaux de la machine est nécessaire à une bonne reproductibilité des mesures en garantissant une répartition correcte de l'effort sur le joint. Il doit être vérifié à chaque fois, puisque d'un essai à un autre, la rotule aura bougé sous l'effort appliqué ce qui peut détériorer le parallélisme des portées.

2.2.2.1 Réglage de l'alignement

Le réglage de l'alignement entre les deux portées de la machine doit permettre de corriger les défauts d'orientation lorsque les faces des portées ne sont pas parallèles et ceux de concentricité lorsque les axes des deux portées sont parallèles mais non confondus Fig. 2.2.5.

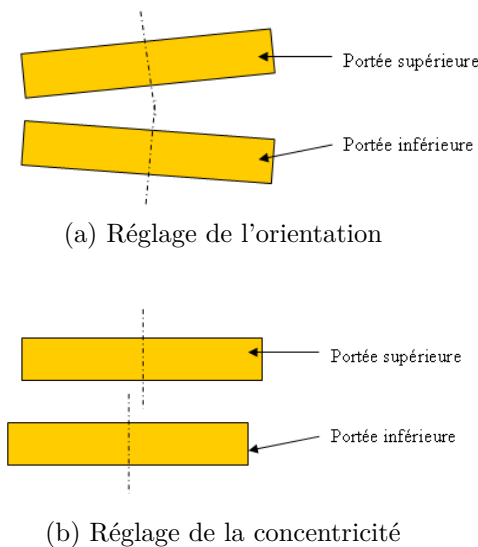


Figure 2.2.5: Défauts d'alignement

Pour s'assurer de la justesse du réglage et de sa stabilité en cours d'essai, il faut serrer au mieux les différentes parties (tirants, manchons, palets Fig. 2.2.6) puis régler l'alignement.

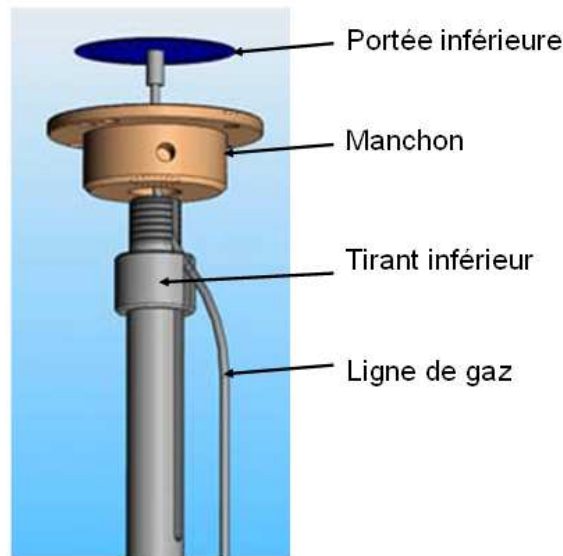


Figure 2.2.6: Montage du socle

Le réglage de l'alignement se fait à l'aide d'une rotuleuse/centreuse en trois parties, Fig 2.2.7. La partie supérieure est solidaire du tirant inférieur, la partie centrale de la rotule est liée à la partie supérieure par une rotule et permet le réglage angulaire et donc de l'orientation de la portée inférieure. Une fois le parallélisme des portées assuré, la concentricité se règle grâce à la partie inférieure de la rotule qui est à la fois liée au bâti de la machine et à la partie centrale par un appui-plan, assurant un déplacement du tirant inférieur en translation. Il s'agit de ramener l'axe des palets sur l'axe de la ligne de charge de la machine.

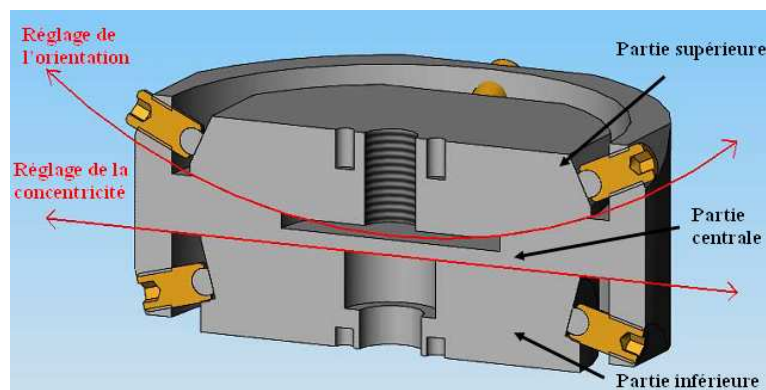
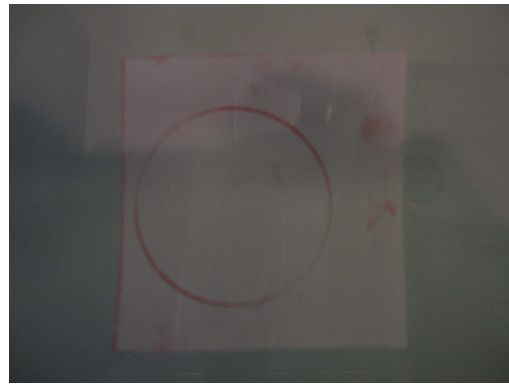


Figure 2.2.7: Réglage des défauts d'alignement à l'aide d'une rotuleuse/centreuse

Le contrôle de l'alignement se faisait auparavant à l'aide d'un papier Fuji Prescale². Avec cette technique, deux films sont introduits entre les portées : le premier film contient des microbilles renfermant un liquide et le deuxième est un révélateur. L'effort appliqué provoque l'éclatement du liquide qui réagit avec le révélateur. La réaction laisse une coloration rouge dont l'empreinte est plus ou moins marquée en fonction du nombre de billes éclatées et donc de la pression de contact [Hamlat 06]. Le réglage et la correction des défauts d'orientation se fait ensuite par itération en fonction de la forme de la zone colorée et donc de la répartition de la pression, Fig. 2.2.8. Cette technique est répétitive, indirecte (seul l'effet de la mauvaise orientation est constatée) et assez longue à mettre en œuvre. Par la suite, une autre technique de mesure a été privilégiée pour voir en direct l'effet du réglage sur l'évolution de la répartition de l'effort.



(a) Mise en place du papier Fuji



(b) Effet de la pression de contact

Figure 2.2.8: Réglage de l'orientation avec un papier Fuji Prescale

La nouvelle technique de mesure utilise un capteur Tekscan³. Le capteur permet de suivre l'effet de la pression en statique et en dynamique afin de vérifier que les portées restent bien parallèles au cours du chargement. Le principe de la mesure repose sur la présence dans le film (Fig. 2.2.9a) placé entre les portées, d'un semi-conducteur dont la résistance sera modifiée en fonction de l'effort appliqué. Une interface permet de visualiser, en fonction de la résolution du capteur, la répartition de la pression, Fig. 2.2.9b, assurant un réglage optimal de la machine.

2. <http://www.fujifilm.com/products/prescale/>

3. <http://www.tekscan.com/pressure-distribution-measurement-system>

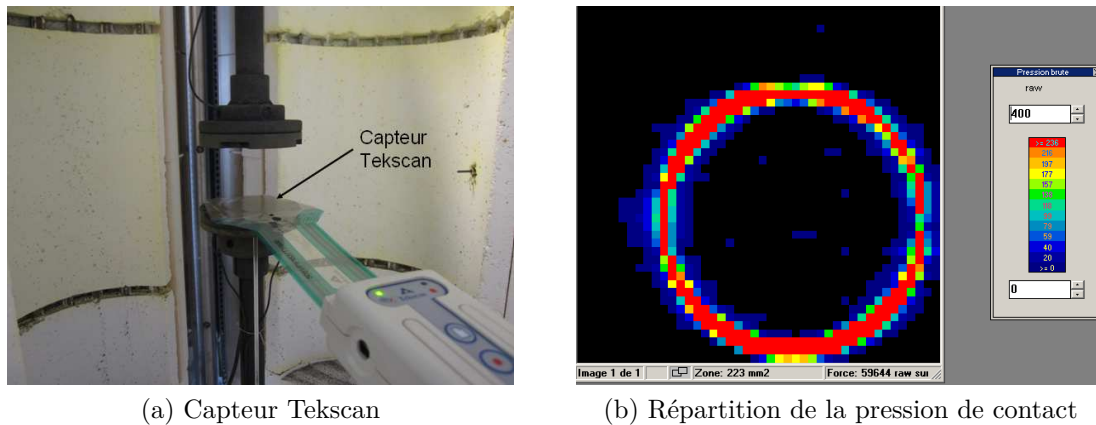


Figure 2.2.9: Réglage de l'orientation avec un capteur Tekscan

Toutefois, bien que ces dispositifs autorisent un réglage fin de l'alignement, ils mettent aussi en évidence l'état de surface des pièces en contact. Ainsi, un défaut de forme d'au moins l'une des deux pièces ne pourrait être récupéré en corrigeant l'alignement : le parallélisme peut être corrigé mais pas les défauts de planéité.

2.2.2.2 Contrôle de l'étanchéité

Avant de mettre en place l'échantillon, il faut vérifier que la ligne de gaz entre les débitmètres et la portée inférieure, en passant par le tirant inférieur, soit bien étanche. Pour cela, un test à froid est réalisé avec un joint en caoutchouc. Le joint est placé entre les portées, voir Fig. 2.2.10, et un effort de 50 N est ensuite appliqué. Les débitmètres régulent le débit de gaz pour atteindre et maintenir la surpression désirée. Si la ligne est étanche, une fois la pression cible atteinte, le débit de gaz nécessaire au maintien de la pression est nul. Sinon, il y a une fuite entre les débitmètres et le joint. Cette fuite peut être détectée avec un 1000 bulles et est soit localisée dans les raccords, il faut alors simplement les resserrer, soit au niveau de la brasure entre le plot métallique et la portée inférieure. Dans ce dernier cas, il faut reprendre la brasure afin d'assurer une bonne mesure de fuite.

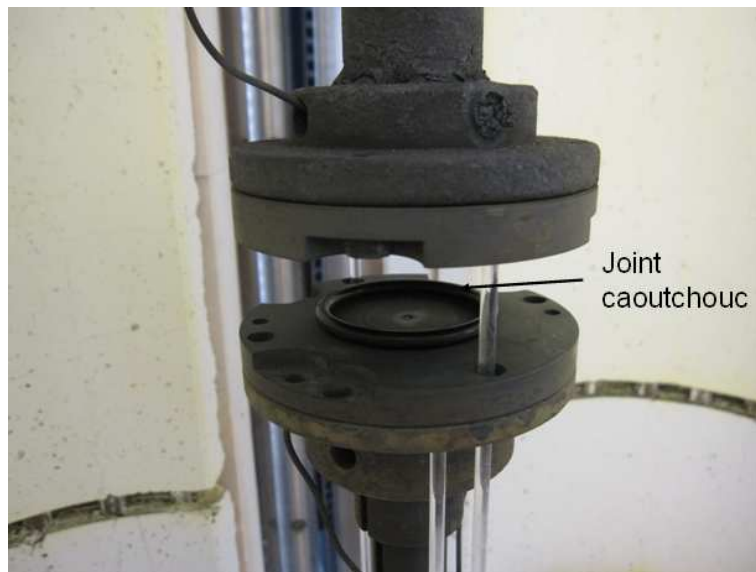


Figure 2.2.10: Test de l'étanchéité de la ligne de gaz

2.2.2.3 Mise en place de l'échantillon

Une fois les contrôles précédents effectués, le joint qui a été préalablement traité thermiquement peut être placé entre les portées, Fig. 2.2.11. Son centrage est facilité par une surépaisseur de la portée inférieure d'un diamètre de 56 mm soit la même dimension que les disques en FeCrAl.



Figure 2.2.11: Mise en place de l'échantillon

2.2.2.4 Mise à température

Dans le cadre de cette étude, la température cible de fonctionnement d'un électrolyseur de vapeur d'eau à haute température est de 800 °C. Les essais ont été faits à cette température en utilisant une rampe de 5 °C.min⁻¹, soit environ 2h30 de chauffe, Fig. 2.2.12. La température étant contrôlée par les trois thermocouples (TCK) situés près de l'échantillon.

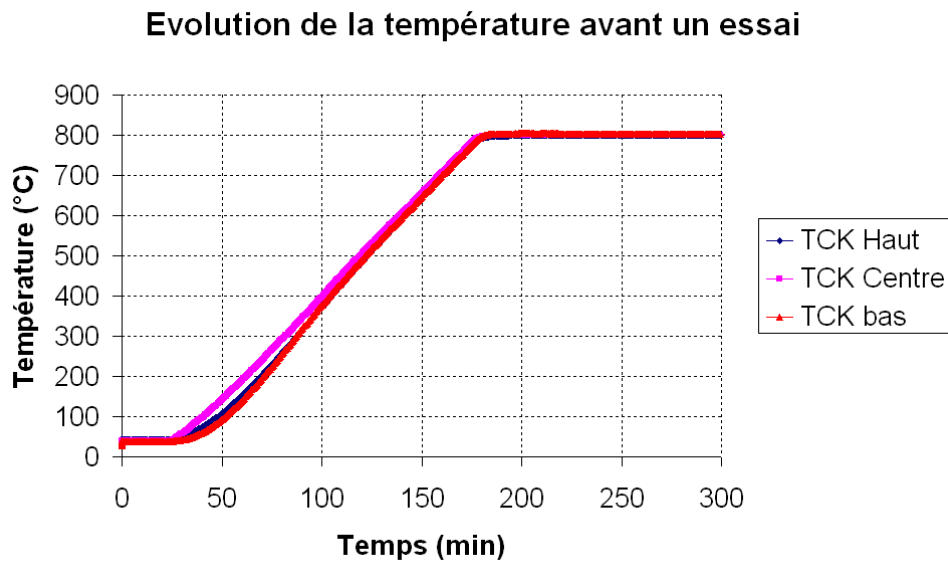


Figure 2.2.12: Réglage de la température

2.2.2.5 Mise au contact et réglage des palpeurs

La bonne température d'étude atteinte et stabilisée, la portée supérieure, mobile, va être mise au contact de la rondelle avec un effort très faible de quelques newtons. Ceci afin d'éviter, si le gaz était envoyé en premier, que la pression du gaz ne décale l'échantillon et qu'il ne soit plus centré sur la portée inférieure. Une fois le contact établi, les tiges mobiles sont fixées au milieu de la course du palpeur. Les fixer en température permet d'éviter la casse des tiges à cause de la dilatation thermique du montage. La mesure des palpeurs est aussi mise à zéro à ce moment, une fois la température stabilisée, pour ne mesurer que le déplacement lié à l'écrasement du joint et non pas un effet lié à la dilatation.

2.2.2.6 Paramétrage de l'essai

A l'aide du logiciel Testworks de pilotage de la machine, les différentes étapes de l'essai peuvent être configurées. L'expérience étant menée à force imposée, elle est programmée

comme suit :

- Une rampe de montée en force, l'objectif étant atteint en 50 s.
- Un maintien de cette force pendant 10 h.
- Une rampe de descente en force de 50 s.

Tout est maintenant en place et correctement réglé pour assurer le bon déroulement de l'essai. Il ne reste plus qu'à lancer l'enregistrement des données avant d'envoyer le gaz et initier l'expérience.

2.2.2.7 Envoi du gaz

Après avoir communiqué au régulateur de pression la pression désirée (200 mbar) et s'être assuré du bon contact joint-portées, la bouteille de gaz peut être ouverte afin d'alimenter la ligne jusqu'au joint. Le gaz utilisé est de l'air sec en bouteille à une pression de 200 bar. Sur la Fig. 2.2.13, on peut voir comment évolue la pression jusqu'à atteindre les 200 mbar désirés en même temps que l'effort de serrage augmente pour atteindre 3 N.mm^{-1} .

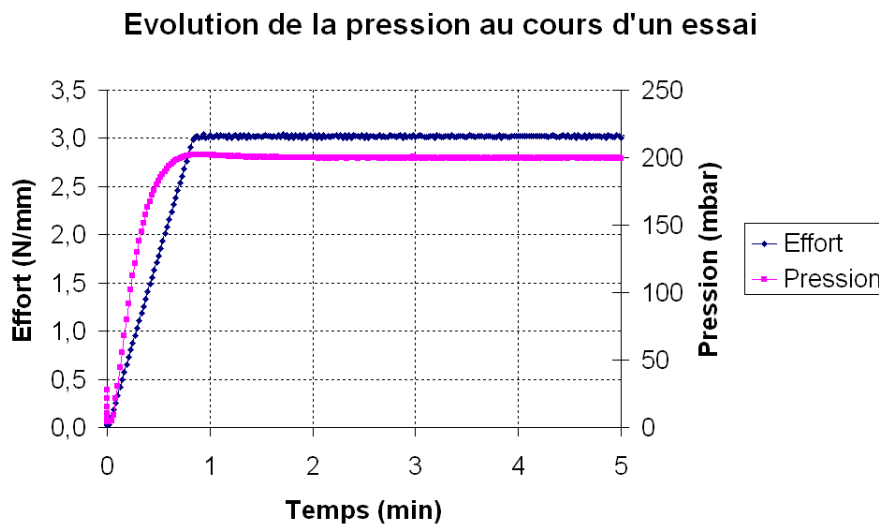


Figure 2.2.13: Evolution de la pression et de l'effort

2.3 Les différents essais réalisés

2.3.1 Essai type

Le montage expérimental mis en œuvre est composé de deux portées en Udimet 720 et d'un joint en FeCrAl d'une épaisseur de 0.3 mm, Fig. 2.3.1. L'Udimet 720 est un alliage base nickel contenant 16 % de chrome et 15 % de cobalt. Le tungstène (1 %) et

le molybdène (3 %) assurent un durcissement par solution solide, quant au titane (5 %) et à l'aluminium (2.5 %), ils permettent un durcissement par précipitation (phase γ') [Terzi 06]. Cet alliage possède une haute résistance mécanique ainsi qu'une bonne tenue à la corrosion et à l'oxydation à haute température [Metals 04]. La portée inférieure présente un bossage, qui, lorsque sera appliqué l'effort, viendra indenter le joint en FeCrAl.

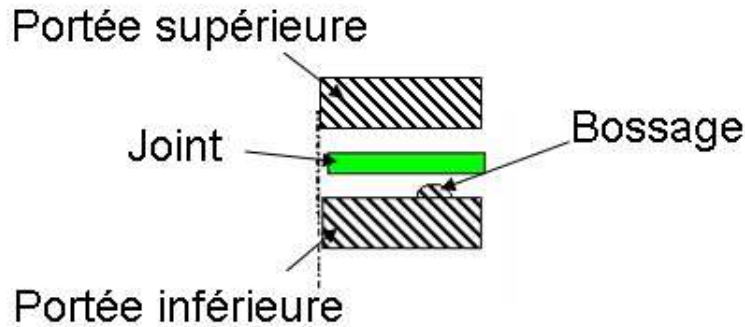


Figure 2.3.1: Schéma d'un essai type

Différentes formes de bossages ont été usinées par tournage dans l'Udimet 720 avec pour objectif de quantifier les effets dus à la géométrie (hauteur ou largeur de l'indenteur) sur le débit de fuite mesuré. Quatre formes ont été étudiées et sont appelées : fin, moyen n°1, moyen n°2 et large. La Fig. 2.3.2 regroupe les profilométries, réalisées par laser chez Garlock (partenaire dans le projet EMAIL), des différents bossages. Les bossages fin, moyen n°2 et large ont une hauteur de 120 μm et des largeurs à la base respectivement de 800, 1300 et 2600 μm . Le bossage moyen n°1 étant plus petit que les autres avec une hauteur de 95 μm mais une largeur identique à celle du moyen n°2.

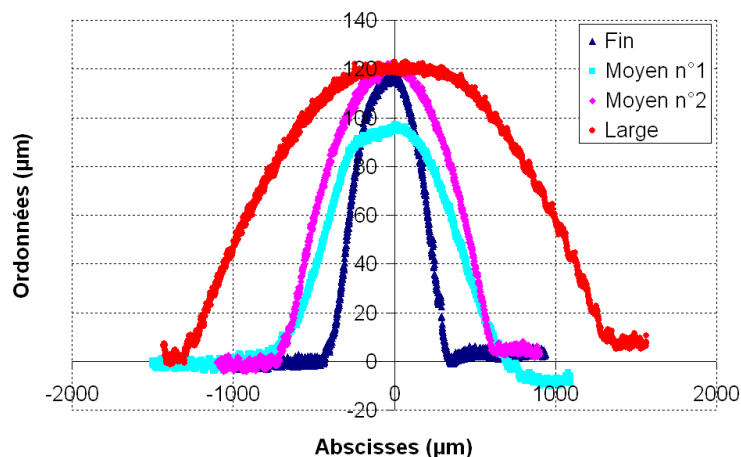


Figure 2.3.2: Profilométrie laser des différents bossages utilisés

2.3.2 Gamme de fuite

Dans le cadre du projet ANR EMAIL, qui vise à développer des joints pour l'EVHT sous faible charge, un débit de fuite correspondant à 1 % de l'hydrogène produit est visé. Comme il a été expliqué dans la partie 2.1.4, les mesures sont réalisées sous air et non sous hydrogène. La valeur calculée de la fuite acceptable en hydrogène doit alors être convertie pour un débit d'air. Pour les architectures d'empilements à l'étude au sein du laboratoire, un seuil de débit de fuite sous air de 1.10^{-3} Nml.min⁻¹.mm⁻¹ de joint est retenu [Baurens 07]. Le Normo litre est une unité de mesure utilisée pour des gaz comprimés, il correspond à la quantité de gaz contenue dans un volume d'un litre dans les conditions normales de température et de pression (CNTP) soit à 0 °C et 1 bar⁴. Dans notre dispositif, la fuite est supposée être seulement due au différentiel de pression entre l'intérieur et l'extérieur, sans diffusion (air dans air).

Les expériences réalisées devront permettre d'atteindre des débits de fuite proches du seuil sous air afin de répondre à l'objectif du projet. Pour atteindre cette cible, l'effort à appliquer sera variable selon la géométrie utilisée.

2.3.3 Gamme d'effort

Le projet EMAIL vise à qualifier les joints métalliques en fonctionnement EVHT à bas niveau d'effort, la valeur retenue étant de 3 N.mm⁻¹ de joint. Néanmoins pour pleinement étudier l'effet de la géométrie du bossage, Fig. 2.3.1, sur le débit de fuite et aussi pour atteindre le seuil de fuite désiré, de plus grands efforts devront être mis en œuvre. En effet, il est attendu que l'effort de serrage nécessaire à l'atteinte du seuil pour le bossage le plus large soit plus important que pour le bossage fin.

Trois niveaux d'efforts ont été choisis : 3, 5 et 10 N.mm⁻¹. Les bossages décrits précédemment ayant un diamètre de contact de 50 mm, la force à appliquer est respectivement de 471, 785 et 1570 N.

Tous les essais présentés dans ce chapitre ont une durée de 10 h afin d'atteindre des niveaux de fuite relativement stables.

2.3.4 Effet de différents paramètres expérimentaux sur le débit de fuite

Pour chaque niveau d'effort et pour chaque géométrie, plusieurs essais ont été menés (en moyenne trois) afin de s'assurer de la reproductibilité des expériences.

2.3.4.1 Effet de la géométrie

Sur la Fig. 2.3.3, ont été regroupés, en fonction de l'effort appliqué, le débit de fuite en fonction du temps pour les 4 géométries étudiées. Les points du graphique correspondent

4. Norme DIN 1343

à la moyenne des débits de fuite mesurés, tandis que les barres verticales représentent la dispersion expérimentale (l'écart type sur les mesures des essais). A 5 et 10 N.mm^{-1} , plus le bossage est aigu, plus le débit de fuite est faible. En effet, plus le bossage est fin, plus l'effort appliqué est localisé et plus le joint va se déformer. En se déformant, le joint vient combler les rugosités de la portée, le chemin de fuite est rallongé et le gaz a plus de difficulté à s'échapper. Pour le chargement le plus faible de 3 N.mm^{-1} , le bossage large présente un débit de fuite important et les trois autres géométries ont des débits de fuite proches. Ce faible niveau d'effort ne permet alors pas de discriminer l'effet de la finesse du bossage et il faut augmenter la force pour observer un effet plus important.

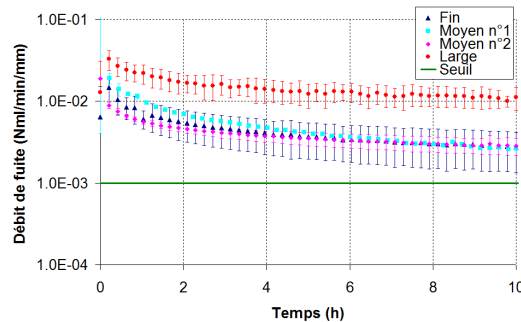
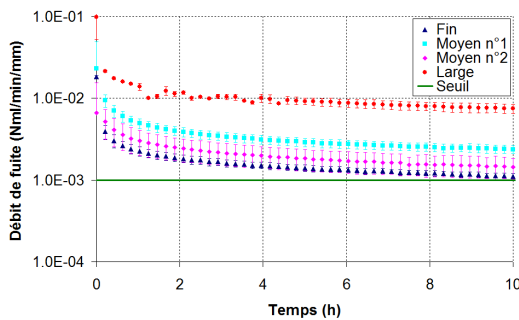
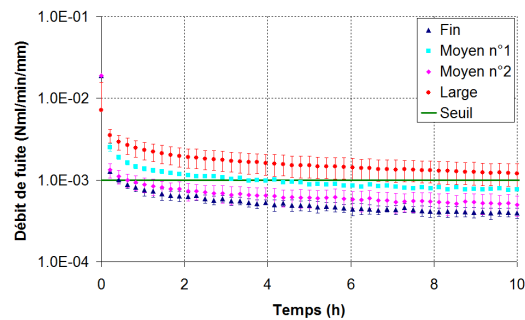
(a) 3 N.mm^{-1} (b) 5 N.mm^{-1} (c) 10 N.mm^{-1}

Figure 2.3.3: Effet de la géométrie sur le débit de fuite, à effort fixe

2.3.4.2 Effet du chargement

Sur la figure suivante, le débit de fuite est tracé en fonction de l'effort appliqué pour une même géométrie (Fig. 2.3.4). Quel que soit le profil étudié, à un instant donné, le débit de fuite diminue lorsque l'effort augmente. Ici aussi, à un profil considéré, plus l'effort transmis au joint est important, plus il va fluer et venir combler les rugosités, et moins le gaz aura de facilité à s'échapper.

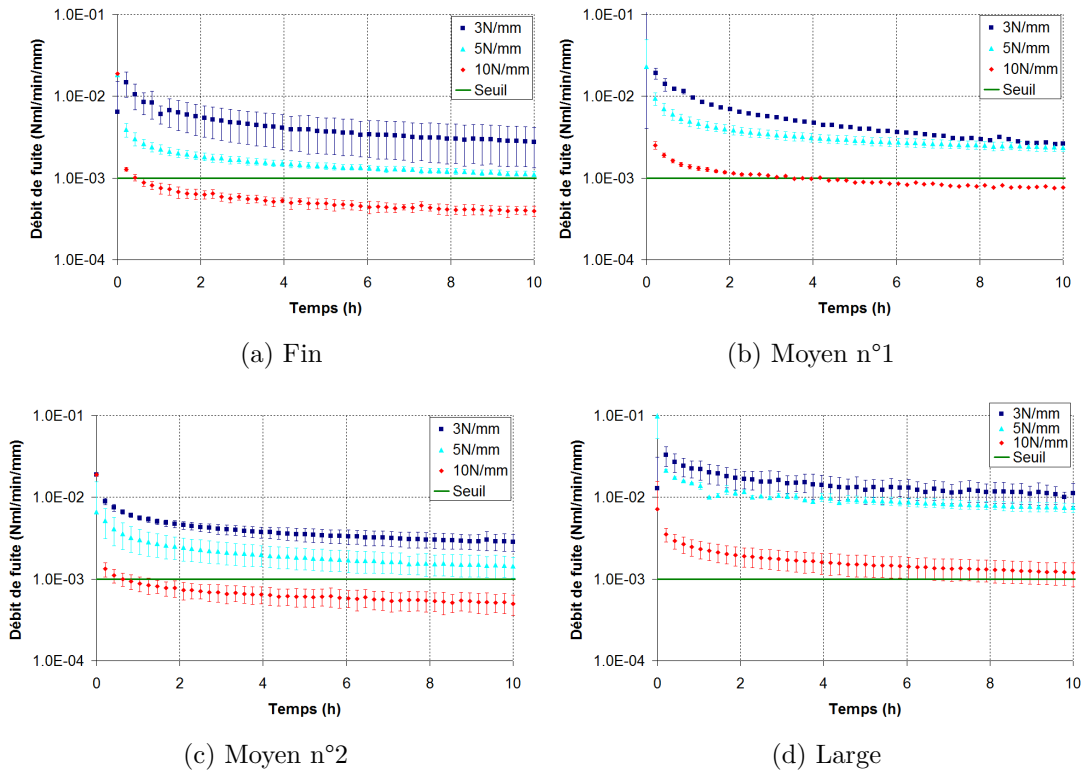


Figure 2.3.4: Effet de l'effort sur le débit de fuite, à géométrie fixe

Dans tous les cas de figure, l'évolution du débit de fuite est identique. Il y a tout d'abord une diminution importante lors de la mise en charge puis le débit de fuite va diminuer moins vite pour être relativement stable après les 10 h d'essai.

2.3.4.3 Carte des débits de fuite

Afin de mieux visualiser à la fois les effets de la géométrie et de l'effort de serrage sur le débit de fuite, une carte de l'étanchéité est proposée Fig. 2.3.5. Sur cette figure, le débit de fuite est indiqué après 10 h de serrage pour tous les cas étudiés. A nouveau, les barres verticales et horizontales représentent la dispersion expérimentale. Pour atteindre le seuil de 10^{-3} Nml.min⁻¹.mm⁻¹, il faut à la fois avoir un bossage assez fin et serrer fortement le joint.

Ces essais ont permis de mettre en place une base de données pour ces joints métalliques dans une gamme d'effort relativement faible et proche du seuil visé pour l'EVHT. Ils sont suffisamment discriminants pour mettre en avant les effets géométriques ou de serrage sur le niveau de fuite.

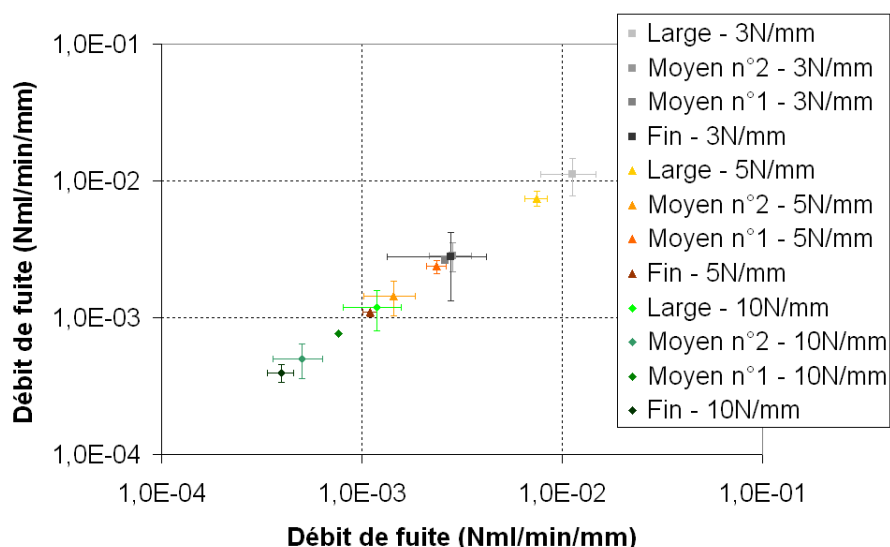


Figure 2.3.5: Carte de l'étanchéité

2.3.4.4 Effet de la rugosité des rondelles

Sur les résultats présentés dans la section 2.3.4, il y a une dispersion expérimentale plus ou moins importante suivant le type d'essai. Elle est plus marquée pour les faibles efforts que pour les essais à 10 N.mm^{-1} et aussi, plus importante lorsque le bossage est plus large (excepté pour les essais à 3 N.mm^{-1} sur le bossage fin). Ceci revient à dire que plus le débit de fuite est faible (fort chargement et géométrie fine), meilleure est la reproductibilité. Augmenter la pénétration du bossage dans le joint permet de rattraper de légers défauts de parallélisme des portées qui n'auraient pu être réglés (voir section 2.2.2.1) ou de planéité liés à un changement de la forme des palets au cours des traitements thermiques répétés.

Un écart de débit de fuite d'un essai à l'autre sous les mêmes conditions pourrait aussi s'expliquer par un changement dans l'état de surface des disques de FeCrAl. Sur la Fig. 2.3.6, a été représenté le débit de fuite en fonction de la rugosité Ra et Rt pour tenir compte de la rugosité moyenne et maximale. Le débit de fuite est indiqué à deux instants différents, après 1 h (points pleins) puis après 10 h (points évidés) de maintien de l'effort. Pour chaque niveau d'effort et géométrie présentés, le nombre de points correspond au nombre d'essais menés. Comme sur la Fig. 2.3.6a où un seul essai d'une durée de 1 h pour le bossage moyen n°1 a été fait et a eu sa rugosité mesurée.

La dispersion expérimentale portant sur le débit de fuite n'est pas liée à celle mesurée sur la rugosité. Ainsi, sur les différents graphiques présentés, le débit de fuite peut augmenter (Bossage large à 5 N.mm^{-1} , Fig. 2.3.6c), diminuer (Bossage fin à 3 N.mm^{-1} , Fig. 2.3.6a) ou encore ne pas avoir de variation monotone (Bossage moyen n°2 à 3 N.mm^{-1} , Fig. 2.3.6a) lorsque la rugosité (aussi bien pour Ra que Rt) augmente.

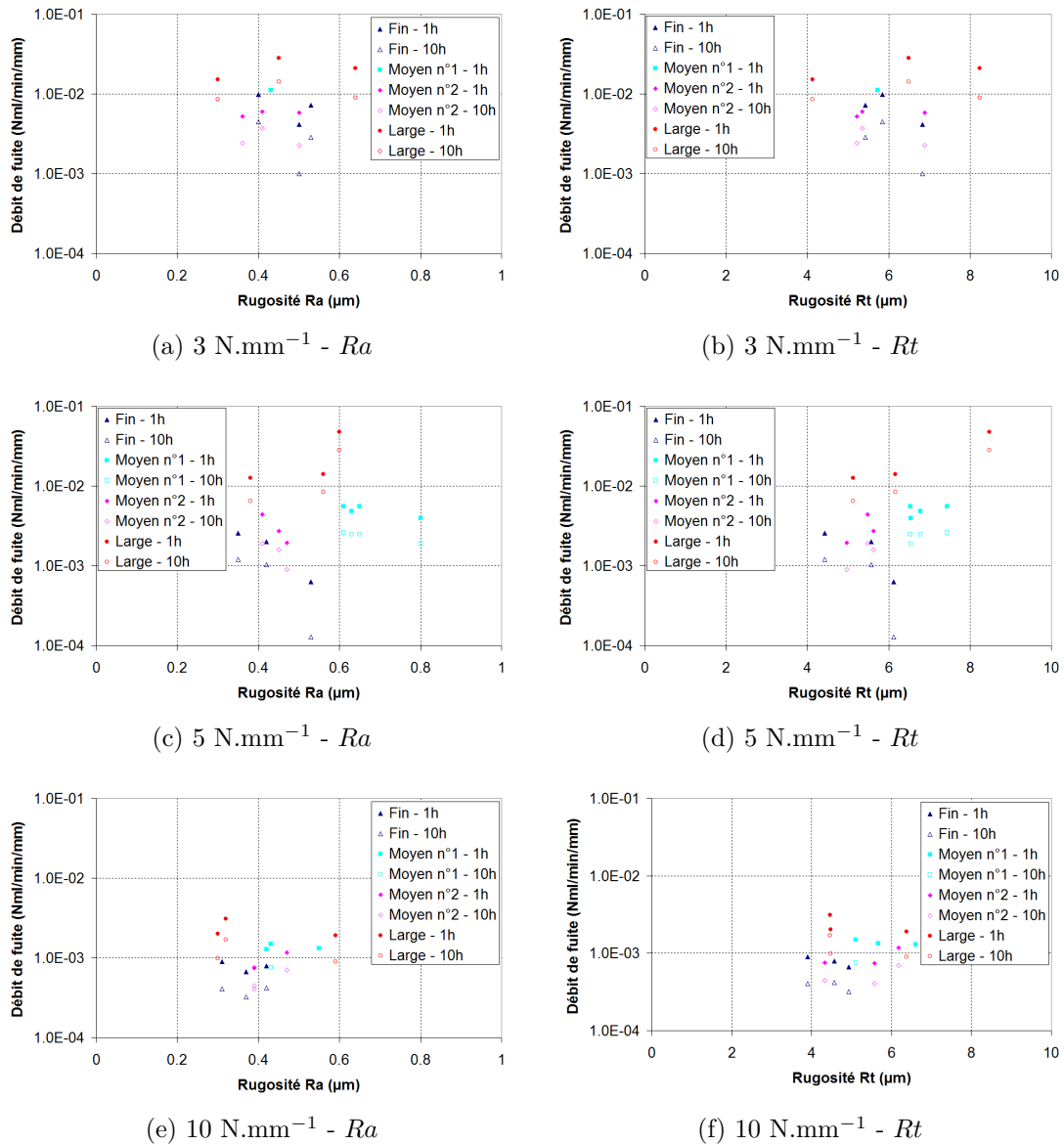


Figure 2.3.6: Effet de la rugosité sur le débit de fuite

Même si les états de surfaces varient d'un échantillon à l'autre et s'ils influencent les résultats expérimentaux, il n'y a pas de lien direct entre ces deux paramètres. La dispersion expérimentale résulte tout autant de cette variabilité d'état de surface que d'autres facteurs expérimentaux mais semble surtout liée aux problèmes de planéité dus aux défauts de forme qu'il n'est pas possible de corriger.

2.4 Contrôle des déformées post-essais

2.4.1 Suivi de la déformée en cours d'essai

Grâce aux deux palpeurs il devrait être possible de suivre la déformation du joint, Fig. 2.4.1. Si le réglage du parallélisme est optimal, ils vont se déplacer de la même manière avec pour l'essai montré ici un déplacement mesuré de $20\ \mu\text{m}$ après 1 min de serrage (la mise en charge prenant 50 s) alors qu'après 10 h de maintien, le déplacement n'est que de $27\ \mu\text{m}$. Le fluage et la plasticité du disque sont plus importants en début d'essai, lors de la mise au contact avant d'évoluer moins vite par la suite.

Cette évolution est à mettre en regard avec celle du débit de fuite. Lorsque le joint se déforme beaucoup en début d'essai, la fuite baisse rapidement. Ensuite, lorsque la vitesse de fluage diminue, la réduction de la fuite est moins importante.

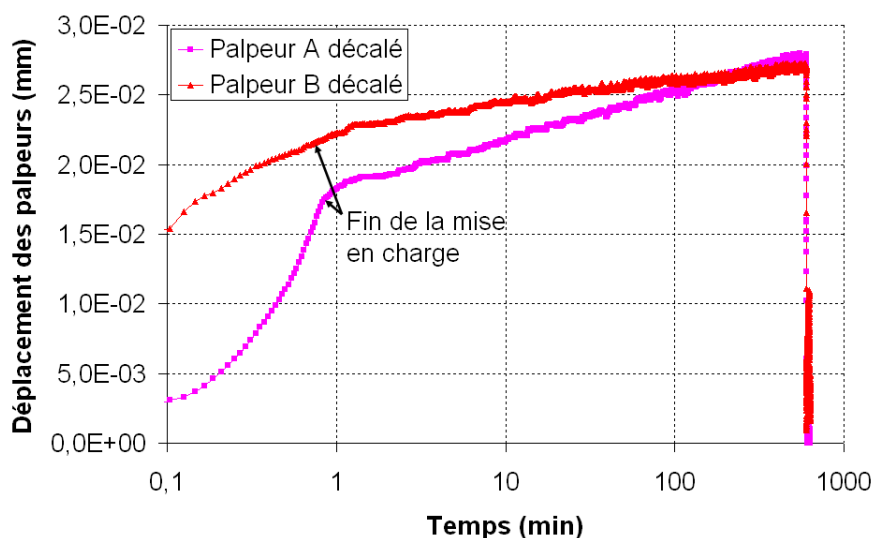


Figure 2.4.1: Déplacement des palpeurs au cours d'un essai sur bossage fin à $3\ \text{N}\cdot\text{mm}^{-1}$

Comme le réglage des palpeurs se fait en température, la dilatation thermique n'interfère pas dans les mesures. En revanche, le déplacement des palpeurs ne mesure pas seulement l'écrasement du joint par le bossage mais aussi la déformation élastique de la partie du montage située entre les extrémités des deux tiges, Fig. 2.1.4. Soit la déformation élastique du bossage ($100\text{-}120\ \mu\text{m}$ de haut) ainsi que de l'épaisseur entre la tige de référence et le haut de la portée inférieure ($100\ \mu\text{m}$). Des essais à blanc, sans échantillon, ont été mis en place afin de pouvoir calculer la contribution de la déformation élastique du montage à la déformée mesurée par les palpeurs.

Mais que les essais aient été menés à température ambiante ou à la température de fonctionnement, en prenant toutes les précautions nécessaires : contrôle de l'alignement

et réglage des palpeurs effectué après stabilisation de la température, il s'avère difficile de suivre le déplacement avec les palpeurs situés de part et d'autre du palet. Ainsi pour deux essais à blanc à température ambiante pour un chargement de 10 h à 5 N.mm^{-1} avec une montée et une descente en 50 s, les résultats obtenus pour le déplacement des palpeurs varient fortement, Fig. 2.4.2. D'une part les deux palpeurs ne mesurent pas la même chose et d'autre part, d'un essai à l'autre les résultats divergent. Il n'est donc pas possible d'évaluer la déformation élastique due au montage et en conséquence d'en déduire la déformation du joint.

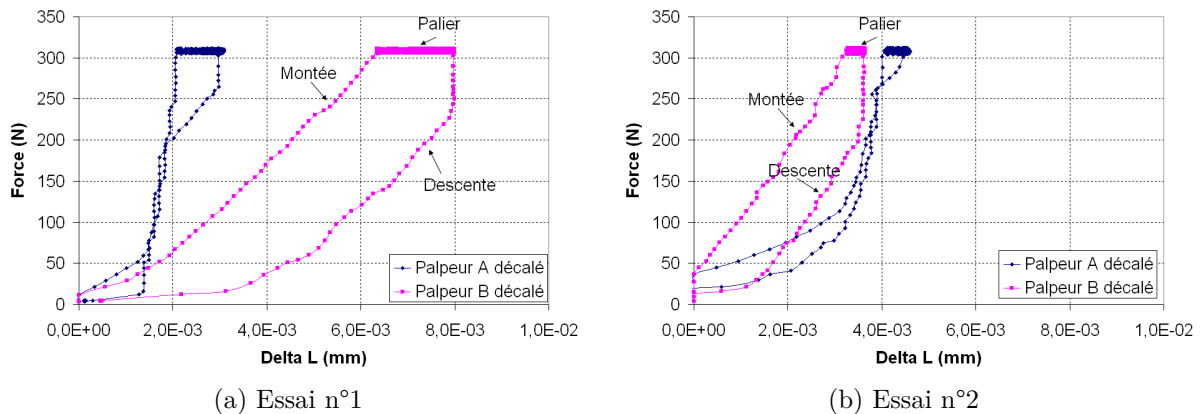


Figure 2.4.2: Déplacement des palpeurs en fonction de la force appliquée pour des essais à blanc à température ambiante

Ces mesures simples montrent que si l'appareillage peut donner une indication qualitative sur l'évolution de la déformée en cours d'essai, il n'est en revanche pas possible de connaître quantitativement l'enfoncement du joint par le bossage en se basant sur le déplacement des palpeurs. Afin d'avoir accès à des données quantitatives sur la déformée, des mesures de profilométrie laser ont alors été menées post-mortem sur les joints.

2.4.2 Contrôle de la déformée post-mortem

En fonction du chargement et du bossage utilisés pendant un essai, l'empreinte laissée par le bossage dans les joints en FeCrAl est plus ou moins marquée. Après 10 h de maintien, certaines sont détectables à l'œil nu Fig. 2.4.3a, mais pour d'autres, par exemple pour le bossage moyen n°2 à faible chargement Fig. 2.4.3b, l'empreinte laissée peut ne pas être visible.

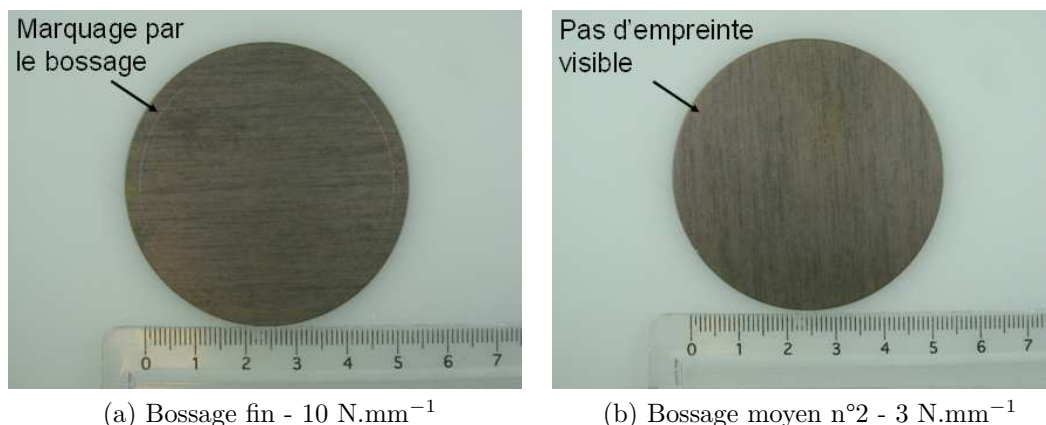


Figure 2.4.3: Marquage des rondelles après essai suivant le bossage et le chargement

Les rondelles de FeCrAl ont été passées après chaque essai, au profilomètre laser afin de quantifier la profondeur et la largeur de la déformée due à l'enfoncement du bossage. Quatre zones situées aux quatre points cardinaux, Fig. 2.4.4a, sont mesurées permettant de contrôler post-mortem si l'enfoncement a bien été identique en ces zones et donc si l'effort était bien réparti en cours d'essai. Le pas utilisé pour la mesure est de $1\ \mu\text{m}$ et la résolution de l'appareil est de l'ordre du micromètre. La déformée mesurée par profilométrie varie selon la zone considérée malgré toutes les précautions prises pour le réglage de l'alignement avant essai, Fig. 2.4.4b. Si d'une zone à l'autre et si d'un essai à l'autre, la profondeur du marquage peut différer, en revanche l'enfoncement moyen mesuré est lui reproductible pour différents essais sous les mêmes conditions.

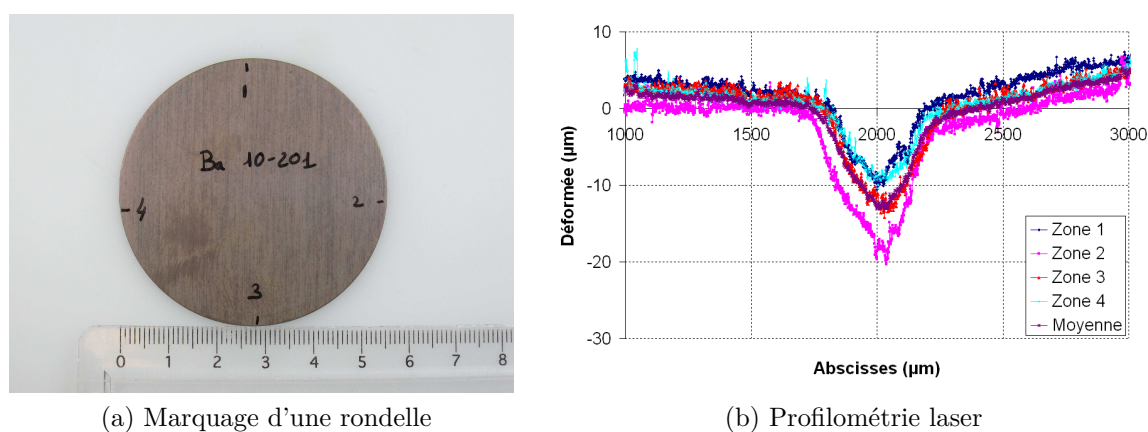


Figure 2.4.4: Essai Ba10-201 : 10 h à $10\ \text{N.mm}^{-1}$ sur le bossage moyen n°2

Pour chaque essai, la courbe tracée est celle de la moyenne des enfoncements mesurés dans les quatre zones différentes. Les courbes de profilométrie ont été calées en posi-

tionnant le point d'inflexion de la pente sur l'axe des abscisses. Cette méthode est assez difficile à réaliser lorsque la déformée est peu visible soit à faible effort ou à large bossage. Cela peut introduire une erreur dans la quantification de la profondeur de la déformée, Fig 2.4.5j. Sur les différentes courbes de la Fig. 2.4.5, une même échelle est utilisée pour montrer l'influence de la géométrie et de l'effort sur la déformée.

A chargement égal, la finesse du bossage permet de pénétrer plus facilement dans le joint et d'assurer ainsi une meilleure étanchéité. Un bossage plus large assure une longueur de contact plus importante mais ce n'est pas suffisant pour garantir que la fuite soit faible. La profondeur maximale est obtenue pour le bossage fin, elle est comprise entre 24 et 26 μm selon l'essai considéré pour une largeur de 420 à 470 μm . L'enfoncement le plus faible est obtenu sur le bossage large à $3 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$. Le profil étant peu marqué, la profondeur et la largeur sont difficiles à estimer et à distinguer du bruit de fond. Lorsque la profondeur mesurée est de 1 à 2 μm comme pour les essais faiblement marqués de la Fig. 2.4.5d, elle doit être prise avec précaution en regard de la résolution au micron de la machine.

Les valeurs mesurées avec le suivi des palpeurs sont beaucoup plus importantes que celles obtenues par la profondeur de la déformée par profilométrie laser. Pour un essai avec bossage fin et un chargement de $3 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$, la profondeur est comprise entre 3 et 4 μm , Fig. 2.4.5a, soit près de 8 fois moins que le déplacement mesuré par les palpeurs.

En ce qui concerne le bossage moyen n°1 à $10 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$, l'essai n°1 correspond à 1 h de maintien, alors que le deuxième correspond à 50 h de maintien. Entre 1 et 50 h, la profondeur augmente peu et passe de 6 à 12 μm . La déformation a d'abord lieu à la mise en charge et lors des premières heures du chargement, le fluage est ensuite beaucoup plus lent une fois l'effort établi. Ces mesures confirment qualitativement les observations de la partie 2.4.1, l'évolution de l'enfoncement est rapide en début d'essai mais plus lente ensuite.

Lorsque le bossage écrase le joint, la surface de contact augmente et le niveau de contrainte diminue. Des calculs aux éléments finis sont nécessaires afin de quantifier l'évolution de la contrainte au niveau du contact.

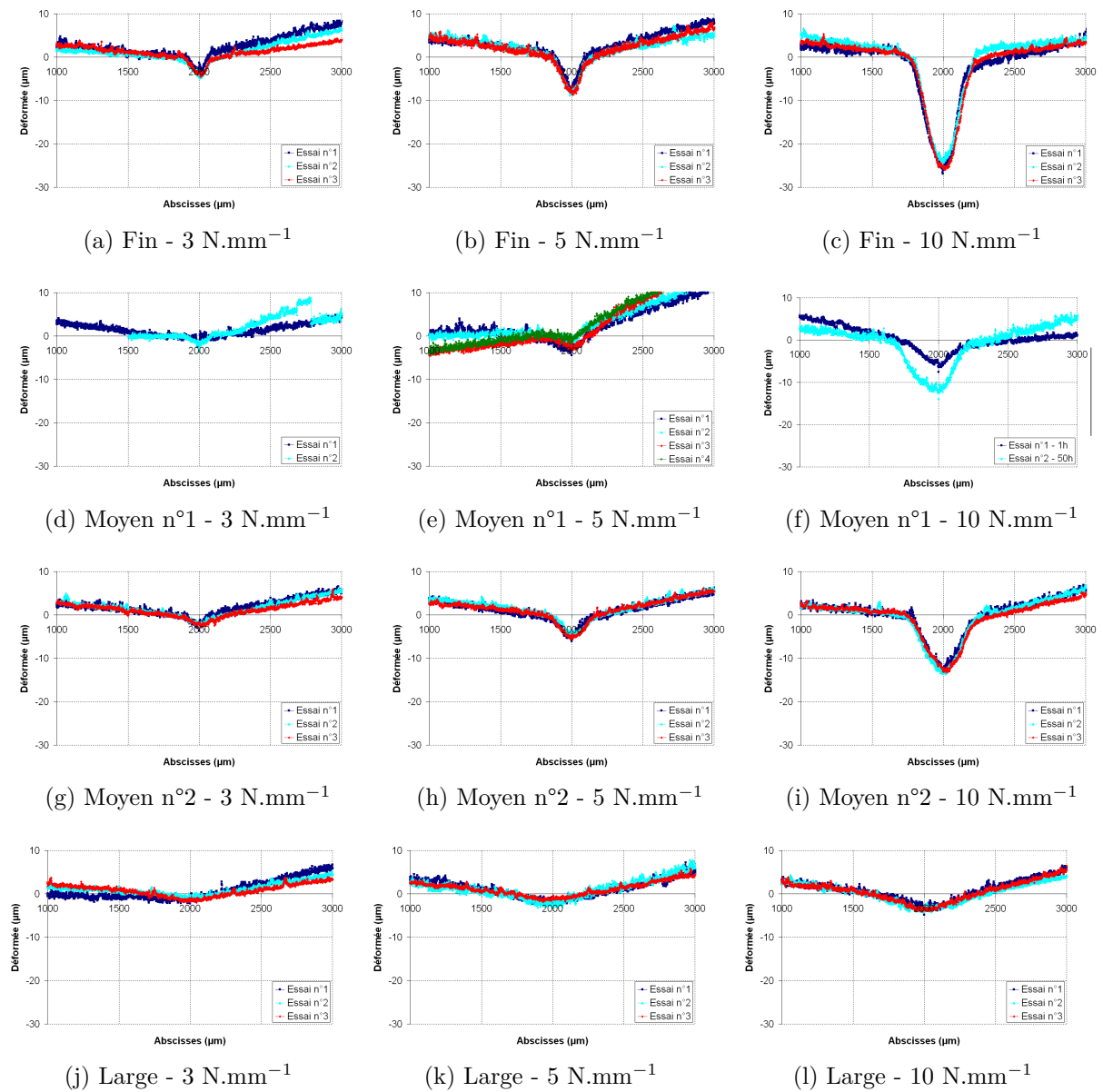


Figure 2.4.5: Profilométrie laser des joints pour tous les types d'essai

2.5 Conclusion

Ce chapitre a tout d'abord permis d'exposer le montage expérimental utilisé qui permet de relier le débit de fuite à l'effort de serrage appliqué et au déplacement des palpeurs. La machine permet d'opérer à haute température pour des pressions allant jusqu'à 1 bar et pour différents gaz (air, azote, hélium, argon hydrogéné).

Le joint en FeCrAl est prétraité avant essai afin de former une couche d'alumine en surface facilitant le démontage, de faire grossir la taille de grain afin d'augmenter la résistance au fluage et de permettre une stabilisation de la microstructure en opérant à plus basse température.

Une fois ces étapes remplies, l'alignement de la machine est réglé, l'étanchéité de la ligne est contrôlée et l'échantillon est ensuite mis en place. Le four est amené à la température d'étude de 800 °C, la portée supérieure est placée au contact avec le joint et les tiges mobiles sont alors fixées aux palpeurs. Les palpeurs sont mis à zéro à ce moment pour ne mesurer que le déplacement des tiges et donc seulement l'écrasement du joint. Une fois que le gaz circule dans le dispositif, l'effort peut être appliqué pour démarrer l'essai.

Au cours de l'essai, un bossage en Udimet 720 pouvant présenter 4 formes : fin, moyen n°1, moyen n°2 et large vient déformer le joint en FeCrAl. Les expériences, d'une durée de 10 h permettent de stabiliser le débit de fuite. Les différents essais réalisés ont permis de mettre en avant l'effet de l'effort appliqué. Car plus celui-ci est important, meilleure sera l'étanchéité. De même, l'influence de la géométrie du bossage a été mesurée, plus le bossage est fin, plus le débit de fuite sera faible. La rugosité initiale des rondelles en FeCrAl, avec des Ra proches compris entre 0.3 et 0.8 μm , ne semble pas avoir de lien direct avec le débit de fuite.

Enfin, si le suivi de l'écrasement pendant l'essai par l'analyse du déplacement des palpeurs ne semble pas fiable, l'analyse des empreintes laissées par le bossage dans le joint permet de lier le débit de fuite à la déformée. Ainsi, le bossage le plus large laisse très peu d'empreinte dans l'échantillon alors que le plus fin le marque profondément. L'influence de l'effort est aussi notée, un effort important permettant plus facilement de déformer le joint. La vitesse d'écrasement du joint est plus rapide en début de chargement, permettant de réduire rapidement le débit de fuite, qu'après quelques heures de maintien où la fuite diminue alors faiblement. En effet, alors que le bossage écrase le FeCrAl, la zone de contact augmente faisant alors diminuer le niveau de contrainte. Une étude aux éléments finis doit permettre de lier l'effort appliqué aux champs mécaniques dans la zone de contact, leurs évolutions dans le temps et enfin, d'essayer de les relier au débit de fuite.

Chapter 3

Simulations des essais d'étanchéité

Les essais présentés dans le Chap. 2 ont permis de mesurer un débit de fuite en fonction de différents paramètres que sont la géométrie du bossage indenteur, l'effort appliqué ou le temps de maintien. Cette partie a pour objectif de calculer aux éléments finis les essais précédents afin d'accéder aux champs mécaniques. Le modèle est toujours composé de trois parties : les deux portées en Udimet 720 considérées comme élastiques et le joint déformable en FeCrAl, Fig. 3.0.1.

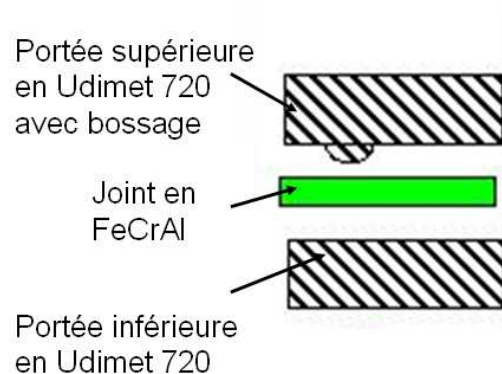


Figure 3.0.1: Schéma des différentes parties du calcul

Il s'agit ici d'appliquer une force sur une des portées, l'autre restant fixe, et de calculer les différents champs mécaniques locaux résultant de la mise au contact des différentes parties ainsi que la déformation du joint par le bossage de la portée. Le but principal du sujet de thèse étant le développement d'un modèle permettant l'estimation d'un débit de fuite à partir de calculs aux éléments finis, une première approche en ce sens est présentée : elle relie le débit de fuite aux champs mécaniques locaux.

3.1 Description des simulations

Les simulations ont été réalisées avec le code de calcul Cast3M version 2008. La modélisation est faite en 2D axisymétrique considérant la géométrie utilisée et en isotherme à la température de 800 °C ce qui correspond aux essais décrits dans la partie précédente. En effet, lors des essais d'électrolyse, la mise en charge est pour le moment réalisée à chaud. Les lois de comportement identifiées aux températures de fonctionnement seront alors suffisantes.

3.1.1 Loi de comportement

3.1.1.1 Les portées

Les deux portées sont en Udimet 720. Leur comportement a été considéré comme purement élastique à la température fixe de 800 °C avec un module d'Young de 165 GPa et un coefficient de Poisson de 0.3 [Metals 04].

3.1.1.2 Le joint

Le FeCrAl, sélectionné notamment pour ses bonnes propriétés mécaniques et sa résistance à l'oxydation, est utilisé comme matériau du joint. Une loi de comportement pour des températures comprises entre 700 et 900 °C a été identifiée à l'aide d'essais de traction et de fluage en sens long et travers long puis validée en indentation [Bérard 11]. Une loi de Sellars-Tegart [Sellars 72] a été utilisée où la vitesse de la déformation plastique équivalente $\dot{\epsilon}_{eq}$ s'exprime en fonction de la vitesse de déformation de référence $\dot{\epsilon}_0$, de la contrainte équivalente de von Mises σ_{eq} , de la contrainte seuil σ_{seuil} , de la contrainte de référence σ_0 et de l'exposant viscoplastique m , Eq. 3.1.1.

$$\dot{\epsilon}_{eq} = \dot{\epsilon}_0 \left(\sinh \left(\frac{\sigma_{eq} - \sigma_{seuil}}{\sigma_0} \right) \right)^m \quad (3.1.1)$$

Le seuil d'écoulement σ_{seuil} étant fixé à 1 MPa, la déformation plastique interviendra très rapidement pour de faibles contraintes. Les paramètres de la loi sont regroupés dans la table Tab. 3.1 en fonction de la température d'utilisation.

La loi de comportement utilisée sous Cast3M est une loi viscoplastique de Chaboche modifiée¹.

1. La loi est référencée sous le nom "chab_sinh_x".

Paramètre	700 °C	800 °C	850°C	900°C
E (MPa)	126	92	66	34
$\dot{\epsilon}_0$ (s ⁻¹)	2.58	0.51	5.8E ⁻²	8.7E ⁻⁴
σ_0 (MPa)	531	221	112	33
m	4.78	4.58	4.52	4.50

Table 3.1: Paramètres de la loi de comportement du FeCrAl

3.1.2 Maillage

Les essais ont mis en jeu quatre géométries de bossage sur une des portées en Udimet 720, Fig. 2.3.2, ces différents profils ont aussi été pris en compte dans les simulations. Pour cela, les profils mesurés ont été ajustés au mieux à l'aide d'un polynôme de degré 6, Fig. 3.1.1. Un seul maillage paramétrique a été réalisé avec Cast3M de manière à pouvoir générer le maillage automatiquement à partir des coefficients de lissage de chaque polynôme et donc de chaque géométrie.

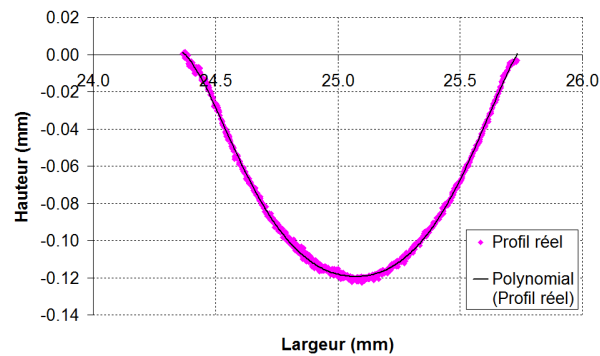


Figure 3.1.1: Lissage du profil réel du bossage moyen n°2

Pour le maillage, des éléments quadratiques QUAD8 sous intégrés ont été utilisés. Les mailles sont donc des quadrangles à 8 nœuds avec 4 points de Gauss, Fig. 3.1.2. La sous-intégration permet de diminuer le nombre de points de Gauss et par là-même le temps de calcul tout en assurant une convergence correcte vers la solution. En Fig. 3.1.3, les quatre maillages sont représentés. La taille de maille est adaptée avec des éléments beaucoup plus petits proches du contact où se situe la zone d'intérêt, lieu des déformations et des concentrations de contraintes les plus importantes et ensuite plus larges dans les zones moins contraintes. Les mailles ont ainsi une taille de 1 μm dans la zone de contact. Le nombre de nœuds et d'éléments correspondant à chaque géométrie est récapitulé dans la Tab. 3.2.

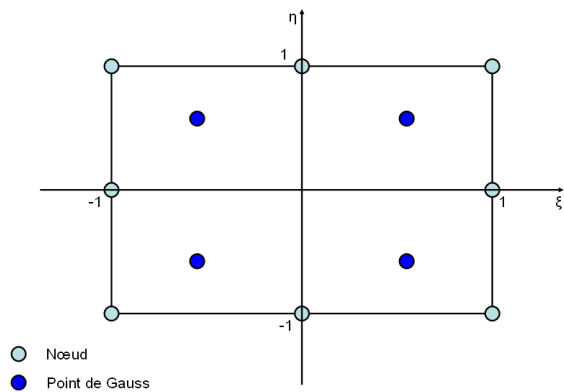


Figure 3.1.2: Elément QUAD8 sous intégré

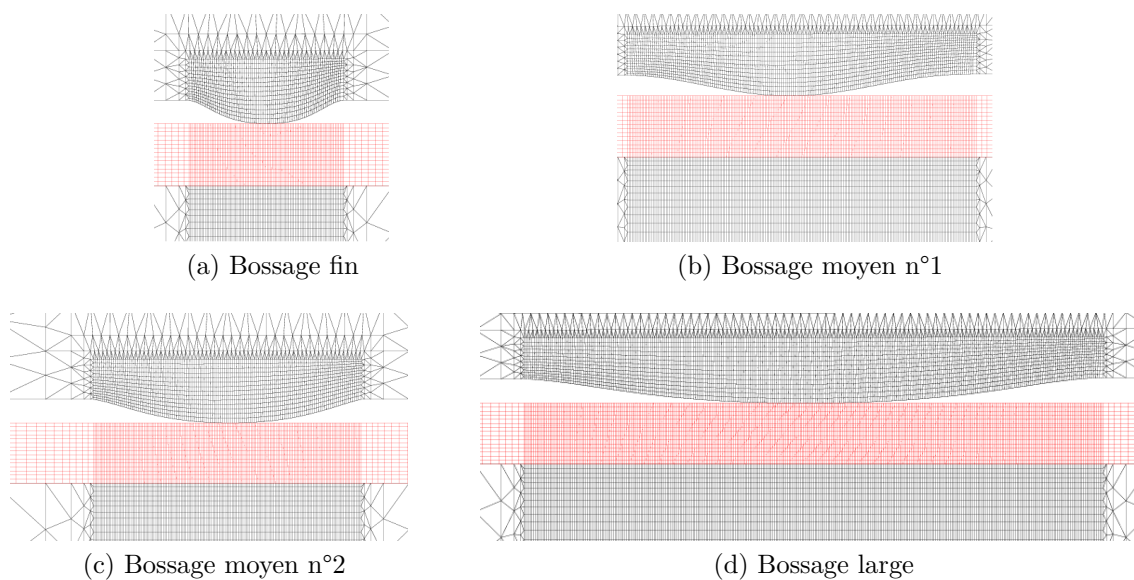


Figure 3.1.3: Maillage des différentes géométries

Maillage	nœuds	Eléments
Fin	17 000	5 700
Moyen n°1	38 500	12 900
Moyen n°2	32 500	10 800
Large	56 800	19 000

Table 3.2: Nombre de nœuds et d'éléments par géométrie

3.1.3 Conditions aux limites

Le maillage est réalisé en 2D axisymétrique, seulement la moitié de la coupe du montage est donc représentée. En conséquence, les trois pièces du modèle : portée supérieure, joint et portée inférieure, ont un déplacement interdit en U_R le long de l'axe Z. De plus, le dessous de la portée inférieure a son déplacement interdit selon U_Z , Fig 3.1.4.

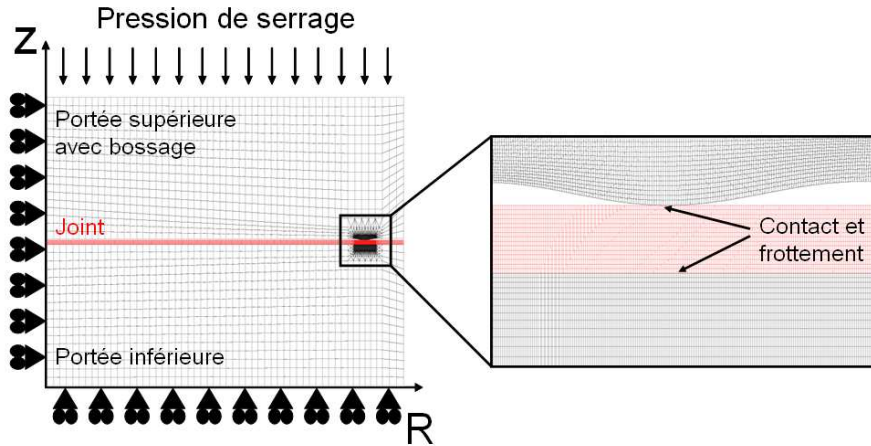


Figure 3.1.4: Conditions aux limites

La pression est appliquée sur la portée supérieure pour simuler un essai mécanique de compression.

3.1.4 Chargement

Dans le Chap. 2, les essais ont été réalisés en maintenant pendant 10 h, un effort de 3, 5 et 10 N.mm^{-1} . Pour appliquer le même effort lors du calcul, il convient de calculer et de retirer l'effet de fond, c'est à dire la force exercée par la pression de gaz de 200 mbar qui agit en opposition à l'effort de serrage.

- Soit F_{fond} , la force exercée par l'effet de fond et P_{fond} la pression du gaz s'exerçant sur la surface S_1 , voir Fig. 3.1.5.
- Soit F_{ch} , la force appliquée au cours de l'essai sur S_2 .
- $F_{réelle}$ est la force réellement vue par l'échantillon soit la force de consigne F_{charge} moins la force issue de l'effet de fond F_{fond} , Eq. 3.1.2.

$$F_{réelle} = F_{ch} - F_{fond} \quad (3.1.2)$$

La pression réellement vue par le contact est alors la force $F_{réelle}$ s'exerçant sur la surface S_2 , Eq. 3.1.3.

$$P_{réelle} = \frac{F_{ch} - F_{fond}}{S_2} \quad (3.1.3)$$

Par exemple, pour un effort de 3 N.mm^{-1} sur un bossage de rayon 25 mm et pour 200 mbar de surpression de gaz : $F_{ch} = 471.24 \text{ N}$ et $F_{fond} = 39.27 \text{ N}$ d'où la $P_{réelle} = \frac{F_{ch} - F_{fond}}{S_2} = 0.175 \text{ MPa}$.

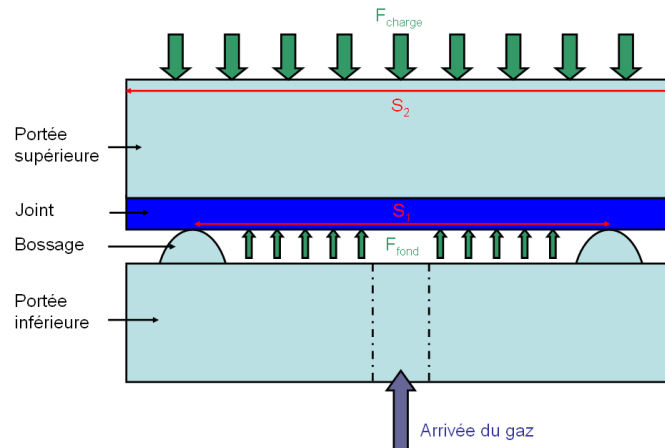


Figure 3.1.5: Schéma des différentes forces s'exerçant sur le modèle

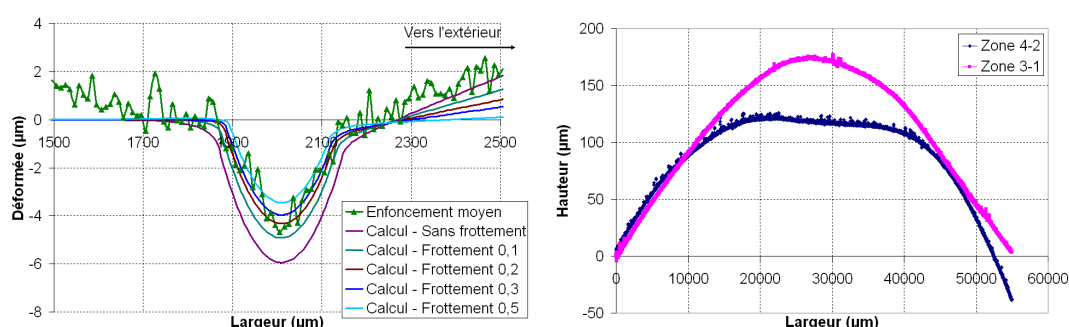
L'application de l'effort de serrage se fait suivant une rampe de 50 s , puis elle est maintenue pendant 10 h et enfin, dans une troisième étape, la pression est ramenée à 0 en 50 s .

3.1.5 Détermination du coefficient de frottement

Entre la portée supérieure et le joint d'une part et entre la portée inférieure et le joint d'autre part, le contact et le frottement sont gérés. Cette gestion est effectuée tout le long de la ligne et pas seulement à proximité du bossage, en effet, au cours du chargement le joint peut se relever sur les bords et venir au contact de la portée supérieure. Le coefficient de frottement a été déterminé en s'appuyant sur la comparaison entre la déformée liée à la pénétration du bossage dans le joint issue du calcul et celle de la mesure après essai par profilométrie laser. A 3 N.mm^{-1} , les enfoncements ne sont pas assez marqués dans la tôle pour pouvoir y décerner une forme nette. En revanche pour un effort plus important, à partir de 5 N.mm^{-1} , il est possible de bien déterminer les contours de la déformée.

La comparaison porte sur la géométrie moyen n°2 à 5 N.mm^{-1} après un essai de 10 h , Fig 3.1.6a. Des simulations ont été menées soit sans frottement, soit avec un coefficient de frottement allant de 0.1 à 0.5 . L'enfoncement expérimental a été mesuré en 4 zones différentes situées aux 4 points cardinaux. L'enfoncement mesuré représenté ici est la moyenne des relevés en ces 4 zones. La dispersion expérimentale peut rendre compte d'un plus ou moins bon réglage du parallélisme des portées.

Numériquement, plus le frottement est important et plus l'enfoncement constaté, ainsi que le relèvement de la partie extérieure du joint, diminuent. La simulation dont le coefficient de frottement est de 0.2 reproduit le mieux l'enfoncement tout en présentant aussi le relèvement de la partie extérieure de la tôle. En revanche, à cette échelle, aucune des simulations ne permet de décrire le soulèvement de la partie intérieure. Cette différence constatée trouve son origine dans la différence initiale entre le calcul où le joint est considéré comme plan en début d'essai et l'état réel du joint qui présente en fait, un profil bombé. Une différence de 150 à 200 μm peut être mesurée entre son centre et ses extrémités suivant la zone considérée, Fig 3.1.6b.



(a) Influence du coefficient de frottement sur la déformée

(b) Profil d'un joint avant essai

Figure 3.1.6: Détermination du coefficient de frottement

Le meilleur résultat dans la description de la déformée étant obtenu avec le frottement de 0.2, cette valeur a été conservée et utilisée pour les différents calculs. En Fig. 3.1.7, est représentée la comparaison entre la déformée mesurée et celle calculée sans frottement ou avec un coefficient de frottement de 0.2 pour chaque géométrie et niveau de serrage. A $5 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$, la déformée calculée avec le frottement de 0.2 est proche de celle mesurée, excepté dans le cas du bossage moyen n°1 où la profondeur est surestimée. Avec un effort plus faible, à $3 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$, l'enfoncement est bien décrit même si le passage d'un calcul sans frottement à un frottement de 0.2 a tendance à sous-estimer un peu la profondeur de la déformée. Enfin, à $10 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$, l'empreinte laissée par la pénétration du bossage est surestimée. Néanmoins, l'utilisation d'un frottement permet de diminuer cette surestimation. Le minimum passant par exemple de 23 à 15 μm pour le bossage moyen n°2. Dans le cas du chargement à $10 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$ avec la géométrie fine, le calcul sans frottement n'ayant pu converger sur la totalité des 10 h dans les mêmes conditions de maillage, la comparaison porte sur les déformées après 3 h. Après 3 h de chargement, le calcul sans frottement surestime déjà l'enfoncement, ce qui n'est pas le cas avec le calcul à 0.2 de frottement même si après 10 h de serrage l'enfoncement est aussi surestimé.

L'utilisation d'un coefficient de frottement, fixé à 0.2, représente un bon compromis et permet de mieux décrire la déformée. L'influence du coefficient de frottement sur les

champs mécaniques a aussi été observée, cette étude est disponible dans l'Annexe B.

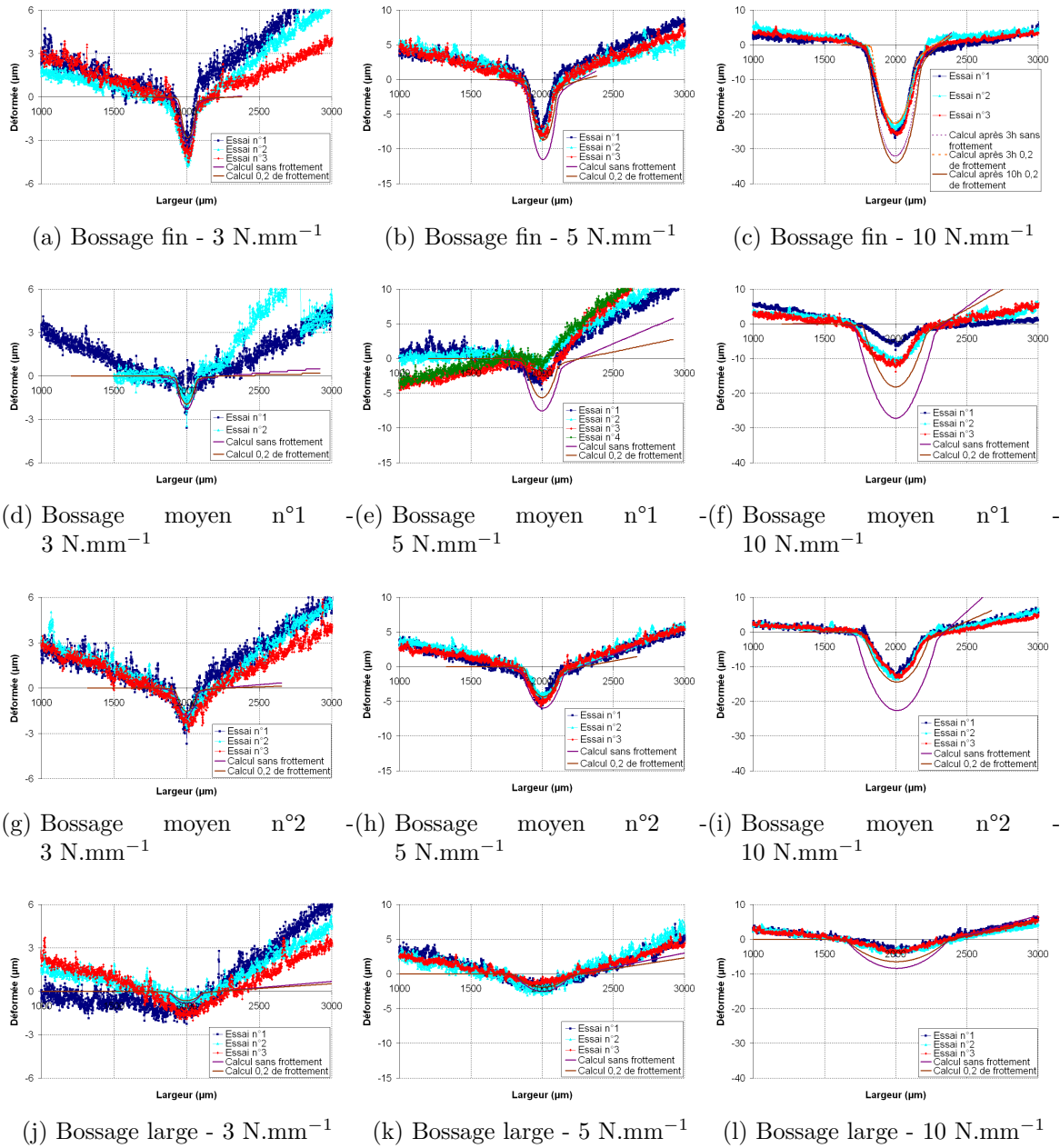


Figure 3.1.7: Comparaison entre la déformée calculée et mesurée

3.2 Les différents champs mécaniques

Conformément aux essais, ont été modélisés les 4 types de bossages soumis aux 3 niveaux d'efforts. Chaque calcul permet d'avoir un accès aux champs mécaniques locaux. Les plus intéressants dans le cas présent, sont ceux situés au contact entre le bossage et le joint étant donné que ce sont ceux qui auront une influence sur la grandeur expérimentale d'importance: le débit de fuite. Dans cette partie, seules les cartes et les évolutions des champs mécaniques du bossage moyen n°2 sont présentées mais les mêmes tendances sont constatées avec les autres bossages. Les mêmes graphiques pour les autres géométries sont disponibles dans l'Annexe C.

3.2.1 Contrainte axiale σ_{zz}

3.2.1.1 Calcul de la longueur de contact

La contrainte axiale notée σ_{zz} est importante dans l'établissement de l'étanchéité. Elle est révélatrice de la présence ou de l'absence de contact. Ainsi, si la contrainte est nulle tout le long du contact, c'est que les pièces ne se touchent pas et qu'en conséquence, la fuite est maximale. De plus, la valeur de cette contrainte renseigne sur la longueur du contact joint/portée. En effet, en fonction du profil des contraintes le long du contact, côté joint, il est possible de calculer une valeur approchée de la longueur de contact l_c . Il est à noter que l'allure du profil de σ_{zz} est identique quels que soient l'effort, la géométrie ou l'instant : il y a présence de deux extrema de contrainte sur les bords du contact. Entre ces deux pics, la contrainte reste élevée. A l'extérieur des pics, la contrainte chute rapidement et atteint des valeurs proches de 0 MPa ne facilitant pas le calcul de la longueur de contact. Il a donc fallu déterminer une méthode empirique, identique dans chaque cas, afin d'analyser les variations de l_c . Pour déterminer cette valeur de l_c , le profil de σ_{zz} est tracé à un instant donné. La valeur maximale sur le profil est extraite puis divisée par 10, ce qui permet d'atteindre le pied de la courbe, proche de 0 MPa. Le nombre obtenu est interpolé linéairement entre les deux niveaux de contrainte les plus proches afin de déterminer les deux abscisses correspondantes. La longueur de contact correspond alors à la différence entre ces deux abscisses. La méthode utilisée est illustrée Fig. 3.2.1, il s'agit ici du bossage large après 20 min de serrage à 10 N.mm^{-1} .

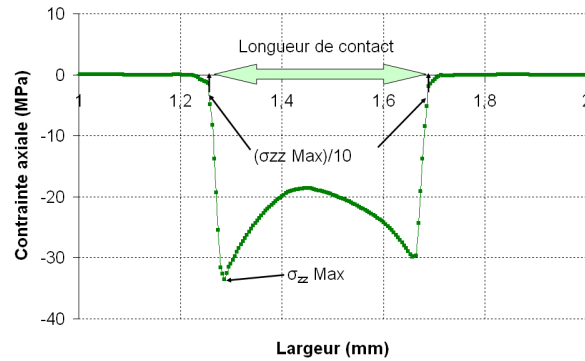


Figure 3.2.1: Calcul de la longueur de contact

3.2.1.2 Cartes des champs de contrainte

Sur la Fig. 3.2.2, les champs de contrainte σ_{zz} après chargement (50 s) et après 10 h de maintien sur le bossage moyen n°2 aux différents efforts de serrage sont représentés. Sur ces graphiques, une même échelle est utilisée pour les différents niveaux d'effort pour chacun des instants. Ceci permet de bien visualiser l'évolution de la zone de contact en fonction de l'effort de serrage à un instant donné. Aux deux instants illustrés, plus l'effort est important, plus la zone de contact est importante et plus le niveau de contrainte est élevé. On observe que dans chaque cas, la contrainte est plus élevée aux bords du contact et qu'elle est bien nulle lorsque les deux parties ne se touchent pas. Ces cartes de contrainte permettent aussi de voir qu'à effort constant, le niveau de contrainte a diminué entre les deux instants et que la zone de contact a augmenté. Avec le maintien du serrage, le bossage de la portée pénètre dans le joint, la longueur de contact augmente alors et les contraintes se redistribuent.

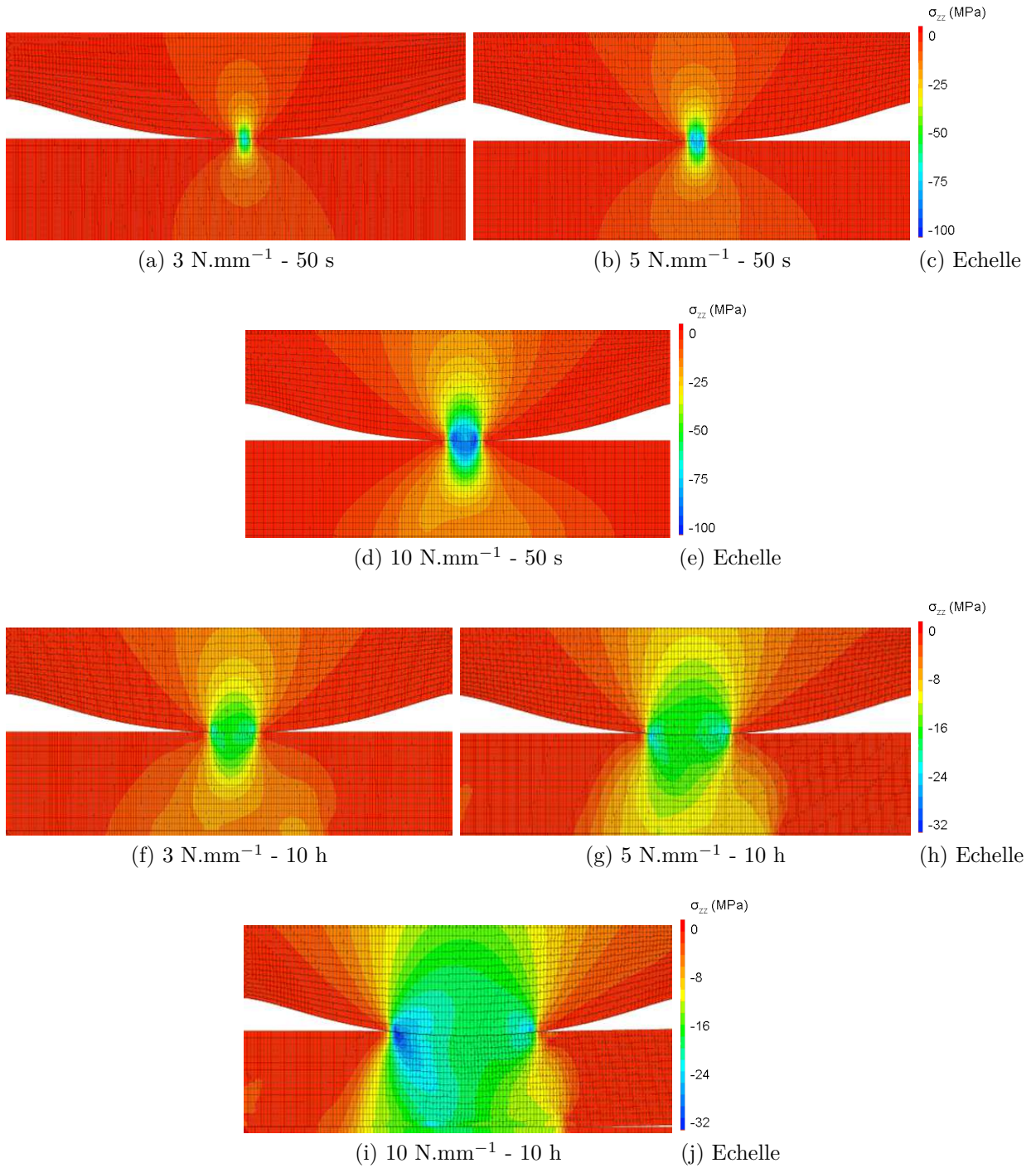


Figure 3.2.2: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts

3.2.1.3 Evolution des champs de contrainte

La Fig. 3.2.3, explicite l'évolution du niveau de contrainte le long du contact entre le bossage moyen n°2 et le joint aux trois efforts de serrage. Cette évolution peut être visualisée soit en fonction du temps de chargement, soit en fonction de la position le long du contact. Les nœuds sélectionnés, des numéros 130 à 190, sont répartis le long de la zone d'intérêt et sont identiques d'un chargement à l'autre. Il est ainsi possible de comparer l'évolution de la contrainte en un nœud en fonction du temps, de la position et du chargement. En sélectionnant un nœud et en s'intéressant à l'évolution de son niveau de contrainte, il est possible de déterminer à quel moment le nœud va entrer en contact et donc commencer à jouer un rôle dans l'étanchéité. Prenons par exemple le nœud 140. Au plus faible effort de serrage, la contrainte axiale est toujours nulle en ce nœud, il ne participera jamais au contact et donc à l'étanchéité. A 5 N.mm^{-1} , initialement la contrainte axiale y est nulle, ce nœud n'est donc pas au contact. La contrainte va ensuite y augmenter progressivement, à mesure que le nœud touche le bossage et joue un rôle dans l'étanchéité. Le contact est clairement établi après 5 h de maintien, la contrainte est alors maximale. Puis, alors que le bossage continue de s'enfoncer dans le joint et que la zone de contact augmente, les contraintes s'y redistribuent et diminuent notamment en ce nœud. Enfin, à 10 N.mm^{-1} , le nœud vient très vite au contact et on observe aussi la diminution de la contrainte lorsque de nombreux autres nœuds se trouvent au contact. Cette comparaison effort par effort permet de voir comment évolue la zone de contact dans le temps et selon l'effort appliqué. Les graphiques de droite donnent une image plus précise de la contrainte en chaque nœud à différents instants : après 20 min, 2 h, 8 h et 10 h de maintien. On voit alors nettement l'élargissement de cette zone de contact au cours du maintien pour un même effort et aussi à un instant donné entre les différents efforts. De plus, on peut aussi noter la diminution des contraintes maximales lors de la redistribution. Enfin, tout comme pour l'évolution de la déformée, la distribution de σ_{zz} évolue vite en début de maintien et devient limitée à la fin, entre 8 et 10 h. Cette observation est à mettre en parallèle de l'évolution du débit de fuite qui diminue rapidement en début d'essai avant d'avoir une évolution plus lente après quelques heures.

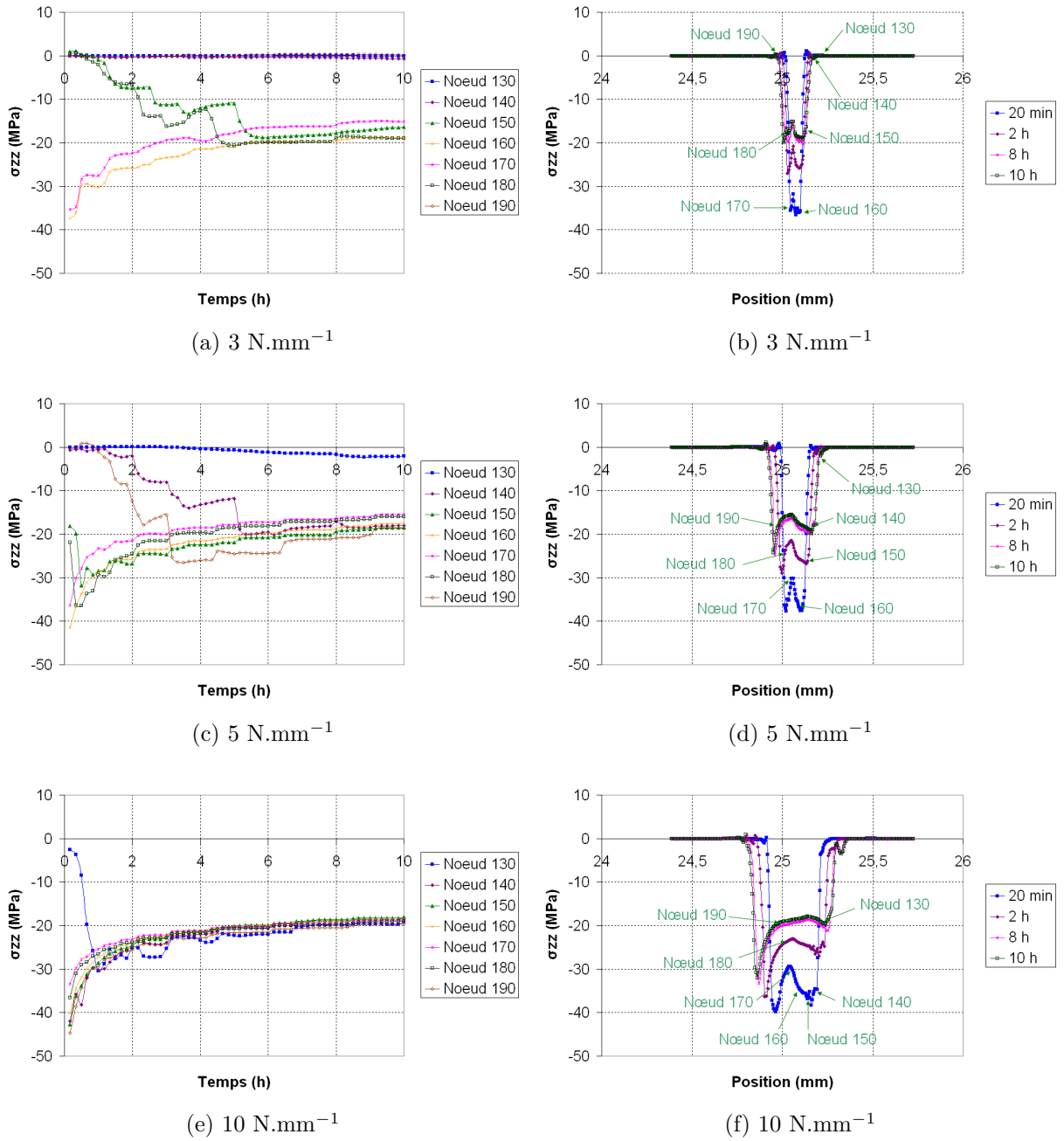


Figure 3.2.3: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts

3.2.2 Déformation plastique cumulée p

La déformation plastique cumulée, notée p , est aussi essentielle dans la recherche d'un critère de fuite. En effet, dans le cas des calculs présentés, p est nulle partout sauf dans la zone de contact. La présence ou non d'une déformation peut traduire un contact, mais surtout la déformation est nécessaire à l'amélioration de l'étanchéité. La déformation du joint va favoriser l'interpénétration des rugosités entre le joint et le bossage, allongeant ainsi le chemin de fuite et réduisant alors le débit de fuite. Le profil de p le long du contact joint/portée est similaire à celui constaté avec σ_{zz} : la déformation plastique est faible hors contact, il y a deux maxima aux bords du contact et enfin, la déformation reste importante entre les deux pics.

3.2.2.1 Cartes des champs de déformation plastique cumulée

Les deux portées étant considérées comme élastiques, la déformation plastique n'est visible que dans le joint et plus particulièrement sous le bossage, zone qui est comprimée. La Fig. 3.2.4 illustre la répartition de p pour le bossage moyen n°2 au chargement et après 10 h aux trois efforts. Ici aussi, l'échelle est identique à temps constant pour les différents serrages. Les valeurs les plus importantes de p sont situées dans l'épaisseur du joint, mais des mesures élevées sont aussi relevées sur la ligne de contact. Il y a un facteur 10 entre les déformations les plus élevées entre les cartes à 50 s et à 10 h. Les effets du temps de maintien et de l'effort sont nets, p est logiquement plus importante après maintien de l'effort et lorsque celui-ci augmente.

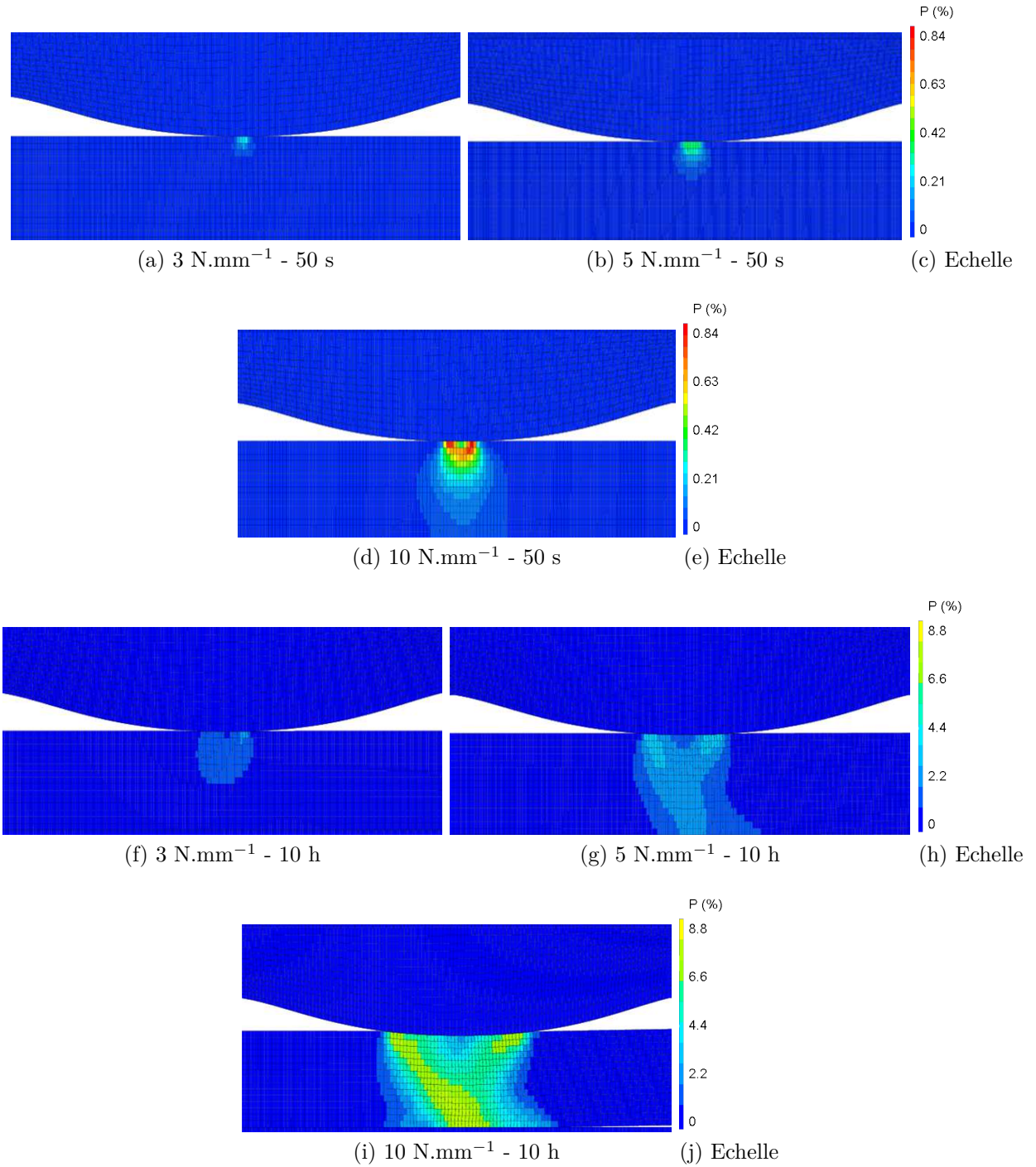


Figure 3.2.4: Champs de p au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts

3.2.2.2 Evolution des champs de déformation plastique cumulée

Comme avec la contrainte axiale, le suivi de l'évolution de la déformation plastique cumulée renseigne aussi sur l'évolution de l'étanchéité. p est tracée en fonction du temps de maintien et en fonction de la position le long du contact joint/portée, Fig. 3.2.5. Les nœuds sélectionnés sont les mêmes qu'à la partie précédente. Pour comparaison, nous allons aussi étudier ce champ mécanique au nœud 140. A 3 N.mm^{-1} , la déformation en ce nœud est nulle. En passant à 5 N.mm^{-1} , la déformation plastique cumulée de ce nœud augmente rapidement mais il est plus difficile de déterminer à quel instant il va entrer en contact, comme cela était possible avec σ_{zz} . L'évolution de p est progressive, il n'y a pas de saut de pente. C'est ici qu'intervient alors la contrainte axiale afin de réellement déterminer l'instant auquel le contact s'établit. Enfin, au plus fort chargement, p augmente rapidement en début de calcul avant d'avoir une progression plus limitée. Les graphiques de droite permettent de voir comment se répartit la déformation le long du contact. La zone déformée augmente dans le temps et lorsque le serrage devient plus important. Comme avec σ_{zz} , on constate une évolution rapide en début de maintien et des déformations très proches entre 8 et 10 h alors que le débit de fuite évolue lui aussi peu.

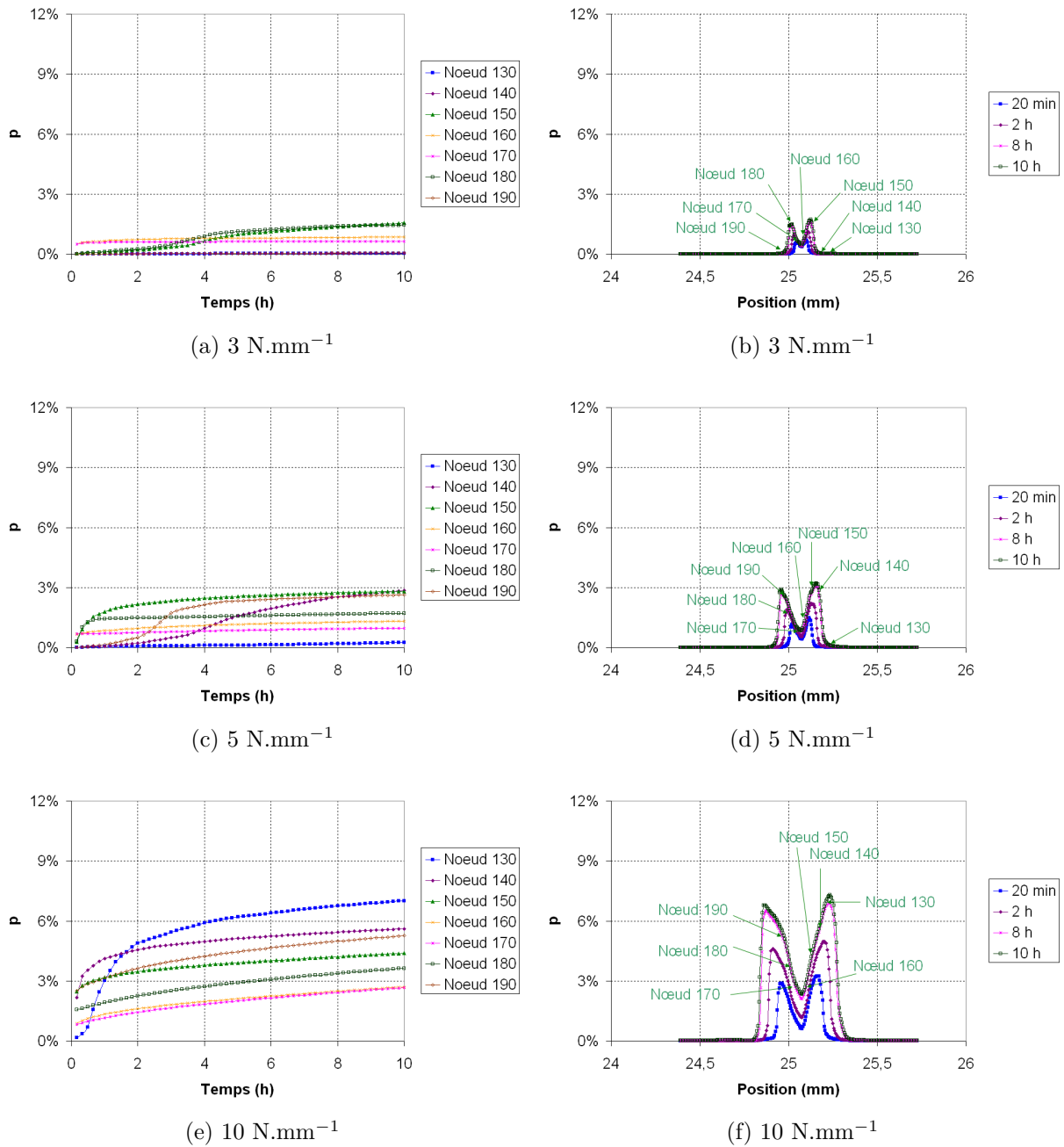


Figure 3.2.5: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°2 aux différents efforts

Ces champs mécaniques doivent maintenant être reliés à la mesure expérimentale qu'est le débit de fuite afin de pouvoir en extraire un critère devant permettre de déterminer, à partir d'un calcul, quelle géométrie de joint ou quelle stratégie de chargement

pourrait être optimale.

3.3 Lien calcul-essai

Le débit de fuite mesuré est ici tracé en fonction de différents paramètres mécaniques locaux calculés le long du contact entre le joint et le bossage de la portée supérieure afin de voir si une loi les liant peut se dégager.

3.3.1 Cas où une seule géométrie est considérée

Dans cette partie, le débit de fuite a été représenté en fonction de paramètres calculés que sont : la contrainte équivalente de von Mises σ_{eq} , la contrainte axiale σ_{zz} , la déformation plastique cumulée p qui sont toutes les trois moyennées le long du contact entre le bossage et le joint, et la longueur de contact l_c . Les points des graphiques correspondent à la mesure du débit de fuite et au calcul d'un champ mécanique à un temps donné, respectivement à 20 min, 40 min, 1 h puis toutes les heures jusqu'à 10 h. Les barres verticales autour de ces points représentent l'écart-type expérimental. Pour le cas du bossage moyen n°1, un essai de 10 h et un essai de 1 h à 3 N.mm⁻¹ ainsi qu'un essai de 1 h, un de 2 h et un de 10 h à 10 N.mm⁻¹ ont été réalisés ce qui explique que la dispersion expérimentale soit nulle aux longues durées. Le seuil de 1e⁻³ Nml.min⁻¹.mm⁻¹ est indiqué, permettant de déterminer le niveau de déformation, contrainte ou longueur de contact requis pour l'atteindre. Les trois niveaux de chargement sont tracés afin de vérifier si une loi du type $Fuite = f(\text{champ mécanique})$ apparaît.

3.3.1.1 Lien entre le débit de fuite et la longueur de contact

Dans ce paragraphe, l'influence de la longueur de contact, calculée selon la méthode détaillée en 3.2.1, sur le débit de fuite est étudiée. La Fig. 3.3.1 reprend les variations du débit de fuite en fonction de cette longueur de contact pour tous les efforts et toutes les géométries étudiées. La valeur de l_c augmente au cours du temps en même temps que le débit de fuite diminue, une zone de contact plus importante permet d'allonger le chemin de fuite et de cette façon de réduire le flux de gaz qui s'échappe.

Plus l'effort de serrage est important, plus la longueur de contact augmente. Ainsi, après 10 h sur le bossage moyen n°1, l_c est de 0.18 mm à 3 N.mm⁻¹, 0.30 mm à 5 N.mm⁻¹ et 0.71 mm à 10 N.mm⁻¹. En revanche, la valeur de l_c semble être moins influencée par la largeur du bossage en Udimet, elle augmente peu lorsque la largeur augmente. En regardant la valeur de l_c pour un chargement de 5 N.mm⁻¹ après 20 min, celle-ci passe de 0.14 mm avec le fin à 0.15 mm pour le moyen n°1, ensuite 0.16 mm pour le bossage moyen n°2 et finalement 0.21 mm en ce qui concerne le large.

Il y a clairement une relation entre le débit de fuite et la longueur de contact : plus le contact est long, meilleure est l'étanchéité et il est possible de passer continûment d'un

effort à un autre. La longueur de contact de la fin du chargement à 3 N.mm^{-1} correspond à celle après 1 h de chargement à 5 N.mm^{-1} (troisième point des courbes) : passage de 0.16 à 0.17 mm avec le fin, de 0.18 à 0.19 mm pour le moyen n°1, 0.19 à 0.20 pour le n°2 et de 0.25 à 0.26 pour le large. Alors que la l_c après 10 h à 5 N.mm^{-1} est la même que celle après 20 min à 10 N.mm^{-1} . Les essais menés sont donc pertinents puisqu'ils balayent la bonne gamme de fuite et de longueur de contact sans interruption. Cet abaque permettrait, sur l'essai considéré et pour un seul type de géométrie, à partir d'un calcul aux éléments finis, de déterminer un débit de fuite. Par exemple, une l_c de 0.3 mm sur la géométrie moyen n°2 renvoie à un unique débit de fuite de $1.7e^{-3} \text{ Nml.min}^{-1}.\text{mm}^{-1}$.

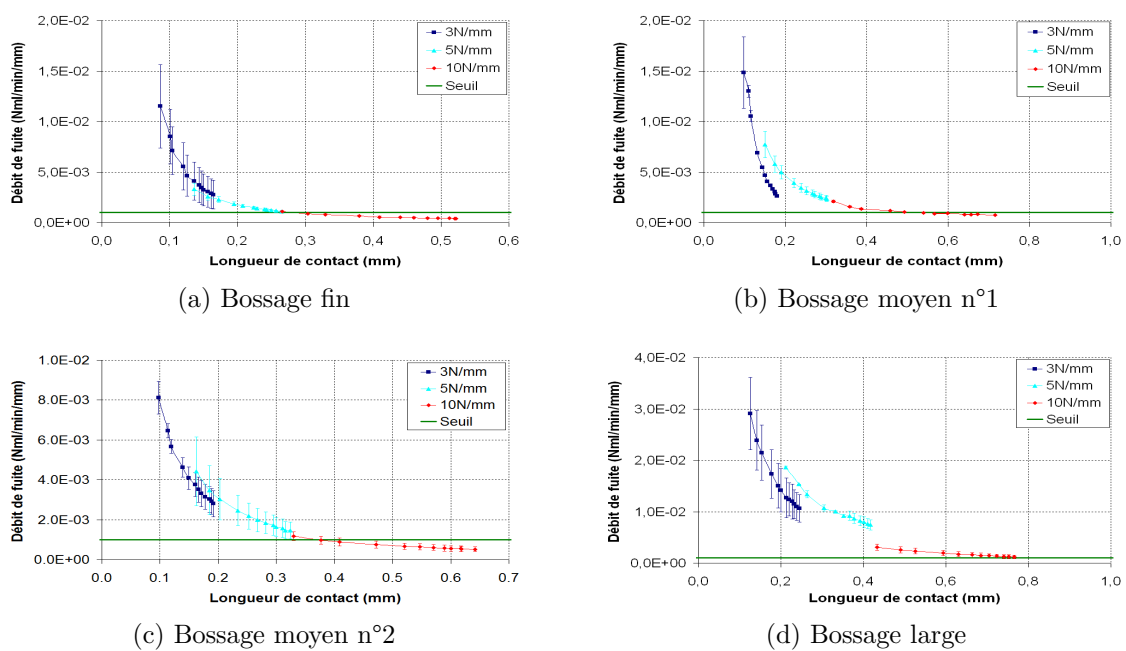


Figure 3.3.1: Débit de fuite en fonction de la longueur de contact

3.3.1.2 Lien entre le débit de fuite et la contrainte de von Mises

Sur la série de graphiques de la Fig. 3.3.2, quelle que soit la géométrie du bossage considérée, plus le débit de fuite diminue (ce qui correspond à une augmentation du temps de maintien), plus la contrainte diminue. Ceci est lié à la redistribution des contraintes et à l'allongement de la zone de contact par fluage.

Pour un même chargement, plus le bossage est large, plus le niveau de contrainte est faible. Par exemple pour le chargement de 3 N.mm^{-1} après 20 min de serrage, la contrainte de von Mises moyenne calculée le long du contact est de 29.8 MPa pour le bossage fin, 20.2 MPa avec le bossage moyen n°1, 20.0 MPa pour le moyen n°2 et de 10.2 MPa pour le large. Ceci est en partie lié à l'augmentation de la longueur de contact mais pas seulement puisque comme expliqué précédemment, l_c varie en fait peu

avec l'élargissement du bossage. Il faut alors plus voir ici l'effet de la redistribution des contraintes. Ensuite, en s'intéressant à une géométrie donnée, la gamme de niveau de contrainte est globalement la même lorsque le chargement augmente : l'effort est certes plus élevé mais en contrepartie, ceci conduit à augmenter la déformation du joint et donc à augmenter la zone de contact. En prenant l'exemple du bossage moyen n°2 entre 20 min et 10 h de serrage, la contrainte passe de 20.0 MPa à 8.7 MPa à 3 N.mm⁻¹, de 17.6 MPa à 8.2 MPa à 5 N.mm⁻¹ et enfin de 16.6 MPa à 9.2 MPa à 10 N.mm⁻¹.

Ceci montre qu'il n'est pas possible d'établir une loi simple reliant fuite et contrainte de Mises. En effet, en se plaçant à contrainte donnée, plusieurs débits de fuite sont possibles. Ainsi, une contrainte de 15 MPa pourrait correspondre à des débits de fuite de 1e⁻³ Nml.min⁻¹.mm⁻¹, 3.5e⁻³ Nml.min⁻¹.mm⁻¹ ou 6.2e⁻³ Nml.min⁻¹.mm⁻¹. Ces différentes possibilités ne font pas de ce paramètre mécanique un choix pertinent comme critère pour l'établissement d'une loi.

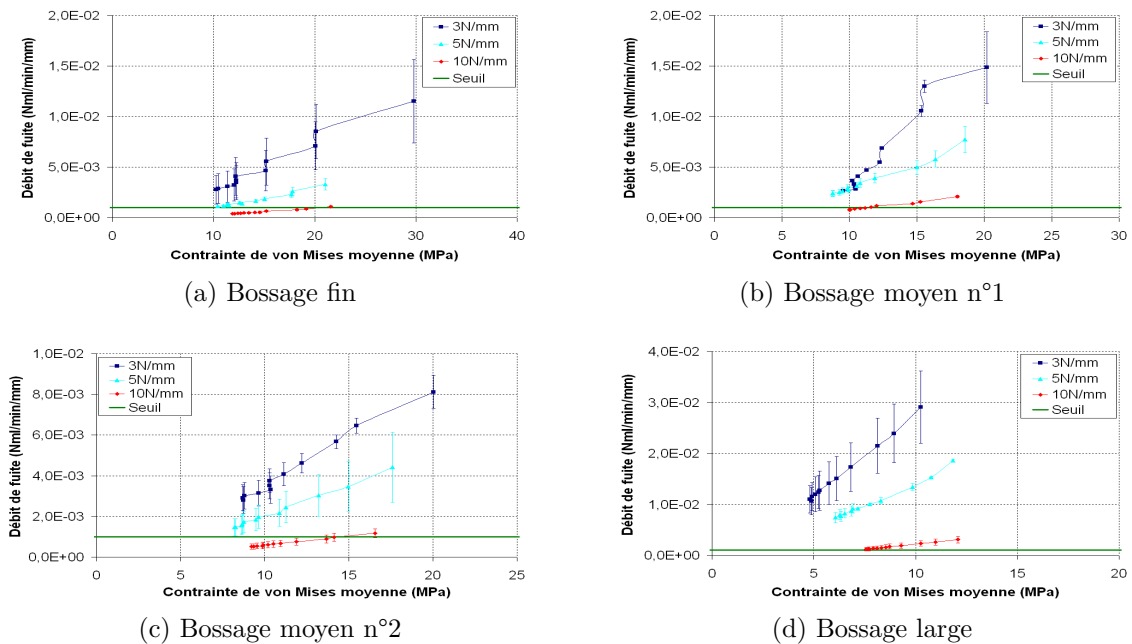


Figure 3.3.2: Débit de fuite en fonction de la contrainte de von Mises moyenne

3.3.1.3 Lien entre le débit de fuite et la contrainte axiale σ_{zz}

Pour le graphique suivant, le débit de fuite est représenté en fonction de σ_{zz} , Fig. 3.3.3. Comme montré précédemment, la contrainte diminue (en valeur absolue ici) quand la fuite diminue : les contraintes sont redistribuées dans une zone de contact qui s'agrandit et plastifie.

A chargement identique, si le bossage est plus large, la valeur de σ_{zz} va diminuer. En prenant le cas d'un effort de 10 N.mm⁻¹, σ_{zz} vaut après 20 min de serrage : -40.5 MPa

avec le bossage fin, -33.5 MPa pour le bossage moyen n°1, -31.6 MPa pour le moyen n°2 et -22.9 MPa avec le plus large. De même que pour la contrainte de von Mises, à géométrie donnée, quel que soit le chargement, la gamme de variation de σ_{zz} reste la même. La contrainte axiale varie ainsi pour le bossage large de -24.9 à -12.0 MPa à 3 N.mm^{-1} , de -24.0 à -11.4 MPa pour 5 N.mm^{-1} et de -22.9 à -13.2 MPa pour le plus fort chargement.

Ici non plus, il n'est pas possible de lier directement la contrainte axiale calculée au débit de fuite mesuré, une valeur de σ_{zz} renvoyant à différentes valeurs de fuite.

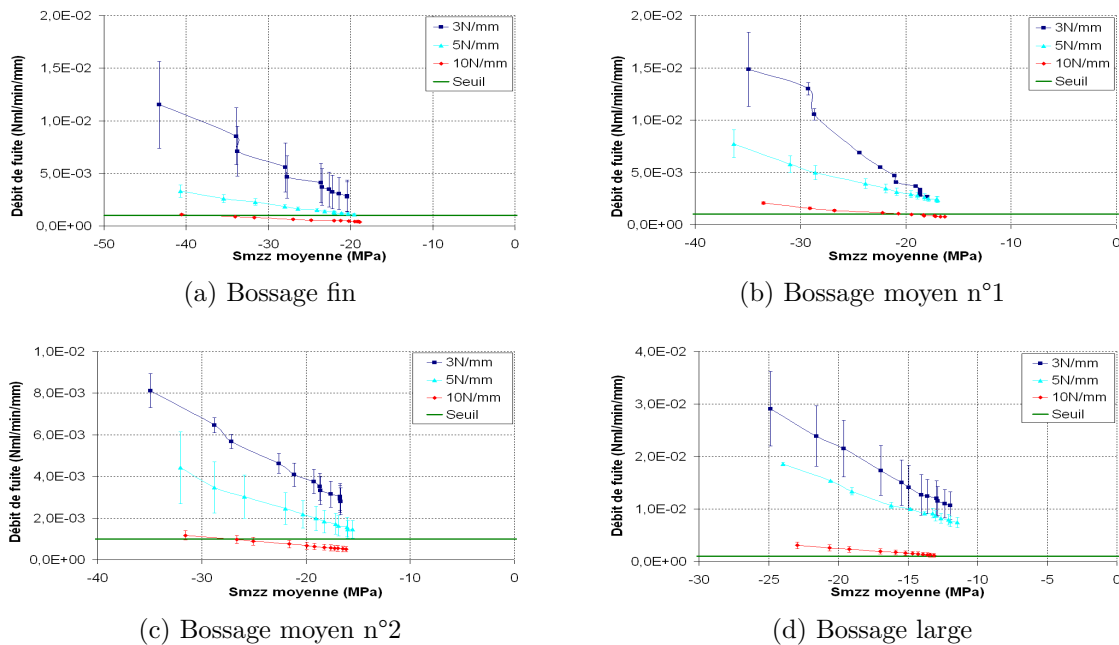


Figure 3.3.3: Débit de fuite en fonction de la contrainte axiale σ_{zz} moyenne

3.3.1.4 Lien entre le débit de fuite et la déformation plastique cumulée p

Enfin, cette partie s'intéresse à la relation entre fuite et p , Fig. 3.3.4. Plus la déformation plastique cumulée augmente, plus le débit de fuite diminue. Une plus grande pénétration du bossage de la portée dans le joint permet de combler les rugosités et d'empêcher de cette façon que le gaz ne puisse fuir.

A géométrie fixe, p augmente logiquement avec le temps de maintien et avec l'effort. La déformation plastique cumulée vaut après 10 h de maintien sur le bossage large : 0.33 % à 3 N.mm^{-1} , 0.71 % à 5 N.mm^{-1} puis 2.2 % à 10 N.mm^{-1} . Contrairement à ce qui a été constaté pour la longueur de contact, la valeur de p est grandement influencée par la géométrie du bossage : plus le bossage est fin, plus le joint va être facilement déformé et p sera grand. Valeurs de p après 10 h de maintien : 0.71 % dans le cas du

bossage large, 2.1 % avec le moyen n°2 puis 2.8 % pour le moyen n°2 et enfin 5.4 % pour le plus fin.

Comme pour l_c , une loi semble se dessiner montrant que lorsque la déformation plastique cumulée augmente au contact, le débit de fuite diminue. Même si l'effort augmente, il est possible de passer d'une courbe à l'autre sans qu'il n'y ait de variation importante du débit de fuite. La valeur de p après 10 h à 3 N.mm⁻¹ correspondant à celle après 1 h à 5 N.mm⁻¹ et celle après 10 h de serrage à 5 N.mm⁻¹ étant la même qu'après 20 min à 10 N.mm⁻¹. Une valeur de p correspond à une seule valeur de fuite.

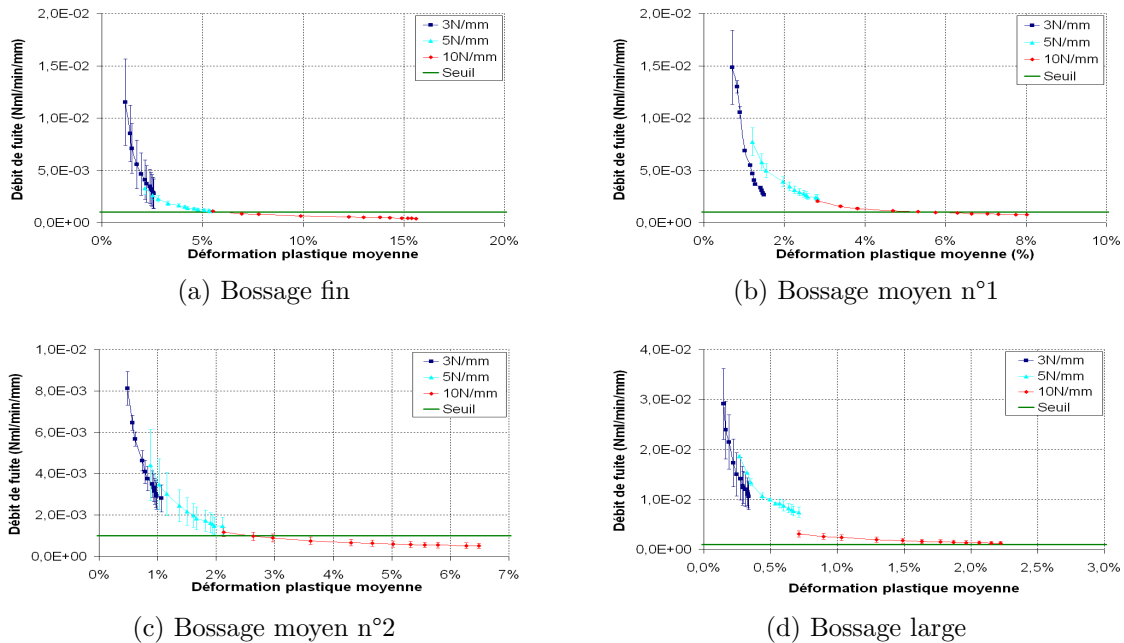


Figure 3.3.4: Débit de fuite en fonction de la déformation plastique cumulée p moyenne

3.3.1.5 Conclusion

En résumé, plus l'effort est important à un instant donné et plus p et l_c vont augmenter tandis que σ_{zz} et la contrainte de von Mises vont varier dans des plages de valeurs identiques. Lorsque la durée du maintien augmente, p et l_c vont croître alors qu'à l'inverse, σ_{zz} en valeur absolue et la contrainte de Mises vont diminuer. Tous ces graphiques permettent aussi de mettre en avant les paramètres qu'il faut faire varier afin d'atteindre le seuil de débit de fuite visé pour le projet. Ce seuil est ainsi atteint pour $l_c \geq 0.37 \text{ mm}$ et $p \geq 2.6 \%$ pour le bossage moyen n°2 quel que soit le niveau d'effort et pour $\sigma_{eq} \leq 14 \text{ MPa}$, $\sigma_{zz} \geq -27 \text{ MPa}$ avec le bossage moyen n°2 et un serrage de 10 N.mm⁻¹.

Ces résultats montrent que si une seule géométrie de joint est étudiée, à partir de certaines grandeurs accessibles par calcul aux éléments finis, comme la longueur de

contact ou la déformation plastique cumulée moyennée le long du contact, il est possible d'en déduire un débit de fuite sans, a priori, avoir besoin de réaliser un nouvel essai.

3.3.2 Cas où plusieurs géométries sont considérées

Les paramètres présentés en 3.3.1 sont pertinents dans la gamme d'effort, et donc de fuite, étudiée si la possibilité de changer la forme du joint n'est pas recherchée. Afin de proposer de nouvelles solutions d'étanchéité, il faut pouvoir s'affranchir de la dépendance à la géométrie et, en conséquence, vérifier si ces paramètres fonctionnent dans tous les cas.

Pour cela, une dépendance des paramètres précédents à la géométrie est étudiée. Le débit de fuite est donc tracé en fonction de la déformation plastique moyenne le long du contact et en fonction de la longueur de contact. Comme précédemment, les points correspondent aux mesures et aux calculs à 20 min, 40 min, 1 h puis toutes les heures jusqu'à 10 h et les barres verticales sont les écarts-types expérimentaux.

3.3.2.1 Lien entre le débit de fuite et la longueur de contact

En représentant tout d'abord le débit de fuite en fonction de la longueur de contact, Fig. 3.3.5, il apparaît que la fuite diminue lorsque la longueur du contact augmente.

Comme remarqué en 3.3.1.1, la longueur de contact est peu influencée par le changement de la géométrie du bossage et ce quel que soit le chargement pris en compte. Dans le cas du chargement à 3 N.mm^{-1} , elle est comprise entre 0.13 et 0.25 mm pour le bossage large, 0.10 et 0.19 mm pour le moyen n°2, 0.10 et 0.18 mm avec le moyen n°1 et enfin entre 0.09 et 0.16 mm pour le fin.

Le lien détecté auparavant n'est ici plus valable, lorsque la géométrie change, la longueur de contact ne demeure pas un critère pertinent de prédiction du niveau de fuite. Le même type d'analyse qu'avec σ_{zz} et Mises à géométrie fixe peut être mené, à une valeur de l_c correspond différentes valeurs de fuite. A un chargement de 5 N.mm^{-1} , une longueur de contact de 0.25 mm pourrait correspondre à une fuite comprise entre $8.4e^{-4}$ et $1.5e^{-2} \text{ Nml.min}^{-1}.\text{mm}^{-1}$, cette gamme de valeur est beaucoup trop importante pour être utilisée.

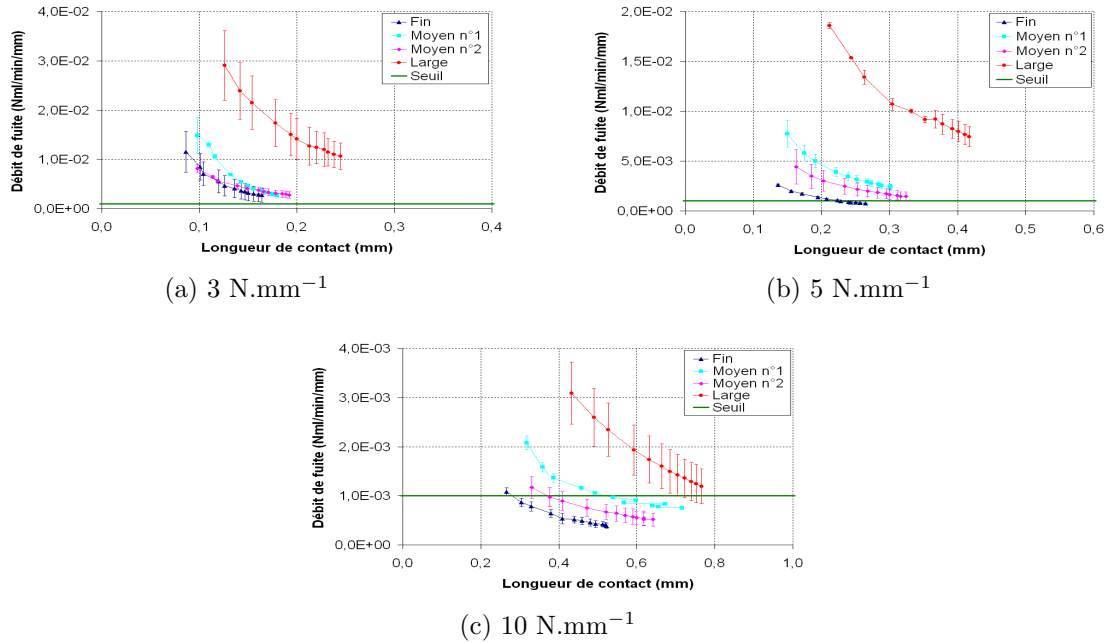


Figure 3.3.5: Débit de fuite en fonction de la longueur de contact

3.3.2.2 Lien entre le débit de fuite et la déformation plastique cumulée p

En ce qui concerne, la déformation plastique cumulée, comme il a été montré en 3.3.1.4, plus le bossage est fin et plus la déformation plastique est élevée et donc meilleure est l'étanchéité, Fig. 3.3.6.

Néanmoins, les deux bossages moyen n°1 et n°2 ne viennent pas s'aligner avec les deux autres. Ce graphique montre que la hauteur de bossage qui différencie les deux versions de la géométrie moyen, Fig. 2.3.2, a une importance pour l'étanchéité. Ainsi, une hauteur plus importante permet de diminuer le débit de fuite à p équivalente : avec le bossage moyen n°2 à 5 N.mm⁻¹, une déformation plastique moyenne de 1 % suffit à atteindre 4e⁻³ Nml.min⁻¹.mm⁻¹ alors qu'il faut une déformation plastique moyenne de 2 % sur le bossage moyen n°1 pour atteindre la même fuite.

A hauteur de bossage identique, un critère basé sur p semble suffisant. En revanche, l'utilisation d'un bossage plus petit comme le moyen n°1 montre que ce critère n'est plus suffisant. En cas de changement plus important dans la géométrie, ce critère reste trop faible et nécessite d'être enrichi.

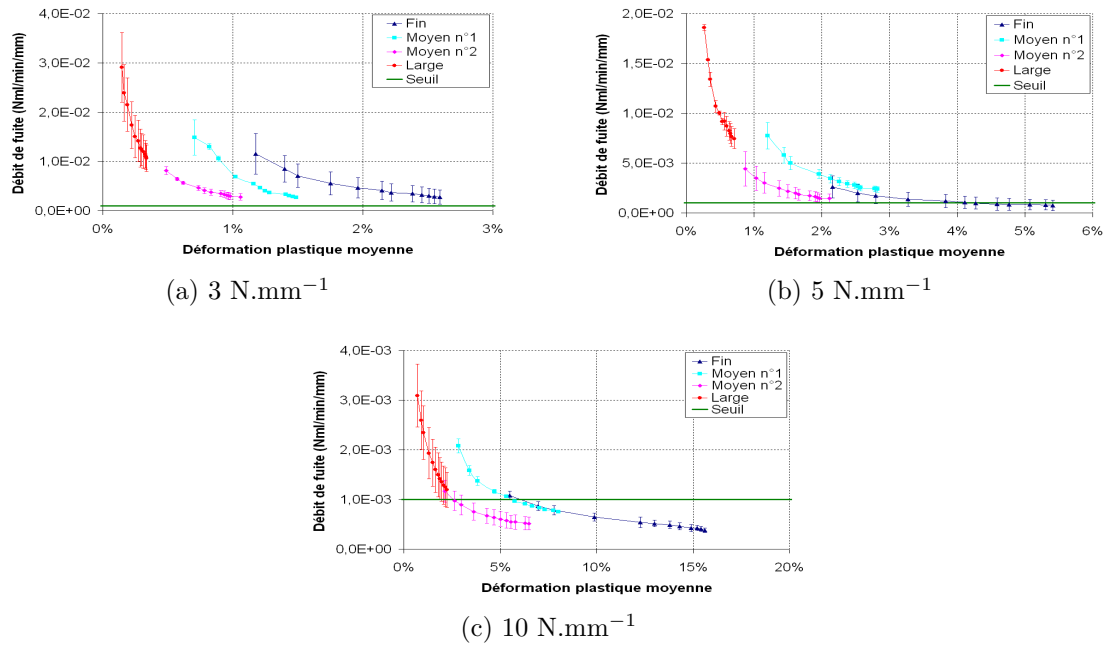


Figure 3.3.6: Débit de fuite en fonction de la déformation plastique cumulée p moyenne

3.3.2.3 Conclusion

A géométrie identique, un des critères définis comme la longueur de contact ou p suffisait à la prédiction d'un débit de fuite. Lorsque la géométrie vient à être modifiée, la longueur de contact n'est plus du tout un critère pertinent tandis que la déformation plastique moyenne cumulée montre ses limites dès lors que trop de paramètres géométriques viennent à changer.

3.4 Conclusion

Les différents essais sur les quatre géométries et sur les trois niveaux de chargement ont été simulés. La portée supérieure présentant un bossage élastique en Udimet 720 vient indenter un joint en FeCrAl ayant un comportement viscoplastique. Les différentes simulations sont réalisées en 2D axisymétrique avec un maillage raffiné dont la taille de maille est de 1 μm dans la zone de contact, avec gestion du contact entre les trois objets et avec un frottement de 0.2 ajusté sur la comparaison entre les déformées calculées et mesurées.

Différents paramètres mécaniques ont été investigués en vue de permettre la prédiction d'un débit de fuite. Il apparaît qu'à géométrie fixe et en faisant varier l'effort de serrage, la longueur de contact et la déformation plastique cumulée moyennée le long du contact

permettent, a priori, de connaître le débit de fuite. En revanche, lorsqu'à effort fixé la géométrie vient à changer, ces deux paramètres demeurent insuffisants.

Il est donc nécessaire d'enrichir ce critère afin qu'il puisse être indépendant de la géométrie et qu'il soit prédictif pour déterminer le débit de fuite au cours d'une expérience quelconque.

Chapter 4

Modélisation de l'étanchéité

Le Chap. 3, a montré la nécessité de définir un critère permettant de prévoir le débit de fuite en fonction de paramètres expérimentaux qui soit indépendant de la géométrie du montage utilisée.

Le débit de fuite est lié par les lois d'écoulement des fluides aux paramètres géométriques du milieu poreux. Certains paramètres mécaniques vont modifier la géométrie du milieu poreux et donc le débit de fuite. Il reste alors à pouvoir lier ces paramètres mécaniques calculés par éléments finis à la géométrie du milieu poreux. Une approche basée sur une analogie avec des lois d'endommagement de fluage est proposée.

4.1 Loi de Darcy et cinétique du bouchage des rugosités

4.1.1 Généralités sur les écoulements gazeux

Une différence de pression entre un milieu extérieur (e) et un milieu intérieur (i) crée un flux de fluide vers le milieu de plus faible pression. Le régime d'écoulement est usuellement caractérisé par trois nombres adimensionnels.

4.1.1.1 Nombre de Reynolds

Tout d'abord, le nombre de Reynolds Re [Stevens 74] qui est le rapport entre les forces d'inerties et les forces visqueuses, caractérise la nature du régime d'écoulement d'un milieu continu fluide. Il est défini de la manière suivante :

$$Re = \frac{\rho v L}{\mu} \quad (4.1.1)$$

Avec ρ la masse volumique du gaz, v la vitesse du fluide, L la longueur caractéristique et μ la viscosité dynamique. Lorsque Re est supérieur à 2000 l'écoulement est dit turbulent sinon il est dit laminaire.

4.1.1.2 Nombre de Mach

Le deuxième nombre adimensionnel est le nombre de Mach Ma . Il correspond au rapport entre la vitesse v d'un fluide et c la vitesse du son dans ce fluide. Ce nombre se réfère aux effets de la compressibilité du milieu fluide.

$$Ma = \frac{v}{c} \quad (4.1.2)$$

Pour des nombres de Mach inférieurs à 1, le flux est subsonique, sinon il est supersonique. Quand Ma devient supérieur à 0.3, les effets de la compressibilité du fluide ne peuvent être ignorés.

4.1.1.3 Nombre de Knudsen

Généralement, de façon schématique et pour simplifier le problème, l'écoulement du gaz est considéré comme s'effectuant à travers un tube. Le diamètre de ce tube conditionne le régime d'écoulement du fluide. Ainsi pour des tubes macroscopiques, l'écoulement est dit de Poiseuille où la vitesse du fluide au niveau de la paroi est nulle et a un profil parabolique dans le tube. Lorsque le tube devient microscopique, le modèle de Poiseuille n'est plus applicable, la vitesse aux parois devient non nulle. Dans ce cas, l'écoulement est dit raréfié. Pour différencier le type d'écoulement considéré selon la continuité, un autre nombre adimensionnel est utilisé, le nombre de Knudsen, [Colin 08].

$$Kn = \frac{\lambda}{L} \quad (4.1.3)$$

Le nombre de Knudsen se définit comme le rapport entre λ , le libre parcours moyen des molécules du gaz c'est à dire la distance moyenne parcourue par les molécules entre deux collisions et L la longueur caractéristique du tube où circulent ces particules.

- Pour $Kn \leq 10^{-3}$, le milieu est assimilable à un milieu continu (Continuum Flow CF). Dans ce cas, les lois de Navier et Stokes sans condition de glissement aux interfaces s'appliquent.
- Lorsque $10^{-3} \leq Kn \leq 10^{-1}$, le milieu et son écoulement sont régis par la mécanique des milieux continus fluides. Cette valeur marque la limite de validité de l'hypothèse des milieux continus utilisée classiquement pour décrire un fluide. Les lois de Navier et Stokes continuent de s'appliquer à condition de modifier les conditions limites en prenant en compte une vitesse non-nulle aux parois. L'écoulement est dit glissant (Slip Flow SF).
- Pour $10^{-1} \leq Kn \leq 10$, ce sont les écoulements de transition (Transition Flow TF), l'approche continue n'est plus valable, les équations de Navier-Stokes ne sont plus applicables. A ce niveau de raréfaction, les collisions entre particules ne sont plus négligeables. Des équations du type de celles de Boltzmann peuvent être utilisées.
- Enfin, pour des nombres de Knudsen $Kn \geq 10$, le milieu fluide est décrit comme un ensemble de molécules libres entre elles (Free Molecular Flow FMF). Le gaz est

tellement raréfié que les collisions intermoléculaires deviennent négligeables devant les collisions avec les parois.

Les différents régimes d'écoulement sont reportés sur la Fig. 4.1.1. Ces limites entre les différents régimes d'écoulement sont en réalité variables suivant par exemple la définition de L [Ewart 07].

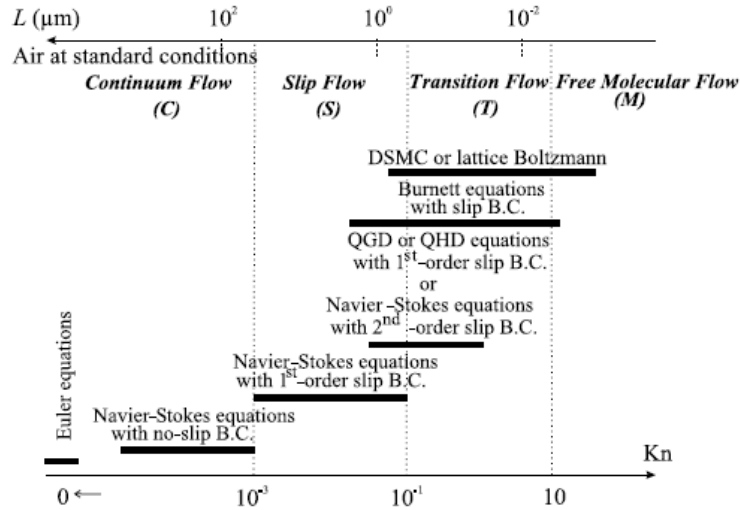


Figure 4.1.1: Les différents régimes d'écoulement et les principaux modèles en fonction du nombre de Knudsen [Colin 08]

Le nombre de Knudsen peut s'écrire en fonction des nombres de Mach et de Reynolds, où γ est le rapport des capacités thermiques massiques du gaz, $\gamma = \frac{C_p}{C_v}$, [Colin 05]:

$$Kn = \sqrt{\frac{\gamma\pi}{2}} \frac{Ma}{Re} \quad (4.1.4)$$

L'Eq. 4.1.4 montre le lien entre les effets de la viscosité (Re), de la compressibilité (Ma) et de la raréfaction (Kn) du gaz, [Pitakarnnop 09].

4.1.1.4 Libre parcours moyen

Le calcul de λ dépend du modèle de collision entre particules choisi. Les équations qui sont présentées ne sont valables que pour des gaz dilués, c'est à dire lorsque la taille des molécules du gaz est faible devant la distance moyenne entre molécules. Les différents modèles de collision entre molécules sont présentés dans la Fig. 4.1.2. Suivant leur complexité, ces modèles prennent en compte les forces attractives, les forces répulsives et sont ou non dépendantes de l'angle de collision. L'expression du libre parcours moyen est donnée par l'Eq. 4.1.5. λ dépend alors d'un coefficient k_λ sans dimension dont la valeur est fonction du modèle d'interaction, de la viscosité μ du gaz, de sa pression P ,

de la constante spécifique du gaz qui s'exprime selon la constante des gaz parfaits R et de la masse molaire du gaz M , $R_S = \frac{R}{M}$ et de la température T .

$$\lambda = k_\lambda \frac{\mu}{P} \sqrt{R_S T} \quad (4.1.5)$$

- Le modèle le plus simple est le modèle des sphères dures (Hard Sphere HS), [Cutchis 77, Shutler 06]. Les molécules du gaz sont assimilées à des sphères impénétrables. Les forces d'interaction sont infinies lorsque deux sphères se touchent et nulles sinon. Dans ce cas, $k_\lambda = \frac{16}{5\sqrt{2\pi}}$.
- Un modèle proche du modèle HS est celui développé par [Chapman 70] et pour lequel k_λ vaut $\sqrt{\frac{\pi}{2}}$.
- D'autres modèles plus précis sont basés sur des lois en puissance inverse (Inverse Power Law IPL) où les forces d'interaction sont inversement proportionnelles à la distance séparant deux molécules.
 - Le plus connu et le plus utilisé est le modèle de [Maxwell 67] (Maxwell Molecule MM) qui est un cas particulier des IPL avec un rapport de proportionnalité en $r_{molé}^{-5}$ où $r_{molé}$ est la distance entre molécules. Ici, $k_\lambda = \sqrt{\frac{2}{\pi}}$. Les modèles HS et MM sont considérés comme étant les bornes du comportement réel des gaz.
 - Le modèle dit VHS pour Variable Hard Sphere développé par [Bird 83] où le rayon des sphères va dépendre de la vitesse des molécules. Le coefficient k_λ dépend du gaz considéré au travers du paramètre ω dont dépend la viscosité du gaz, $k_\lambda = \frac{2(7-2\omega)(5-2\omega)}{15\sqrt{2\pi}}$.
 - Le modèle VHS a été modifié par [Hassan 92] pour les cas de mélanges gazeux, c'est le GHS Generalized Hard Sphere.
 - Le modèle VHS a été affiné par [Koura 91], c'est le modèle VSS pour Variable Soft Sphere où les collisions sont considérées comme molles. Pour le modèle VSS, $k_\lambda = \frac{4\delta(7-2\omega)(5-2\omega)}{5(\delta+1)(\delta+2)\sqrt{2\pi}}$ où δ est un paramètre d'ajustement. Avec $\delta = 1$, on retrouve le modèle VHS. Ce modèle prend aussi en compte le potentiel d'attraction entre molécules.
 - On peut encore citer le modèle VS pour Variable Sphere de [Matsumoto 02].
 - Enfin, le modèle de VHS a été généralisé par [Fan 02], c'est le GSS Generalized Soft Sphere utilisant un autre type de forces intermoléculaires.

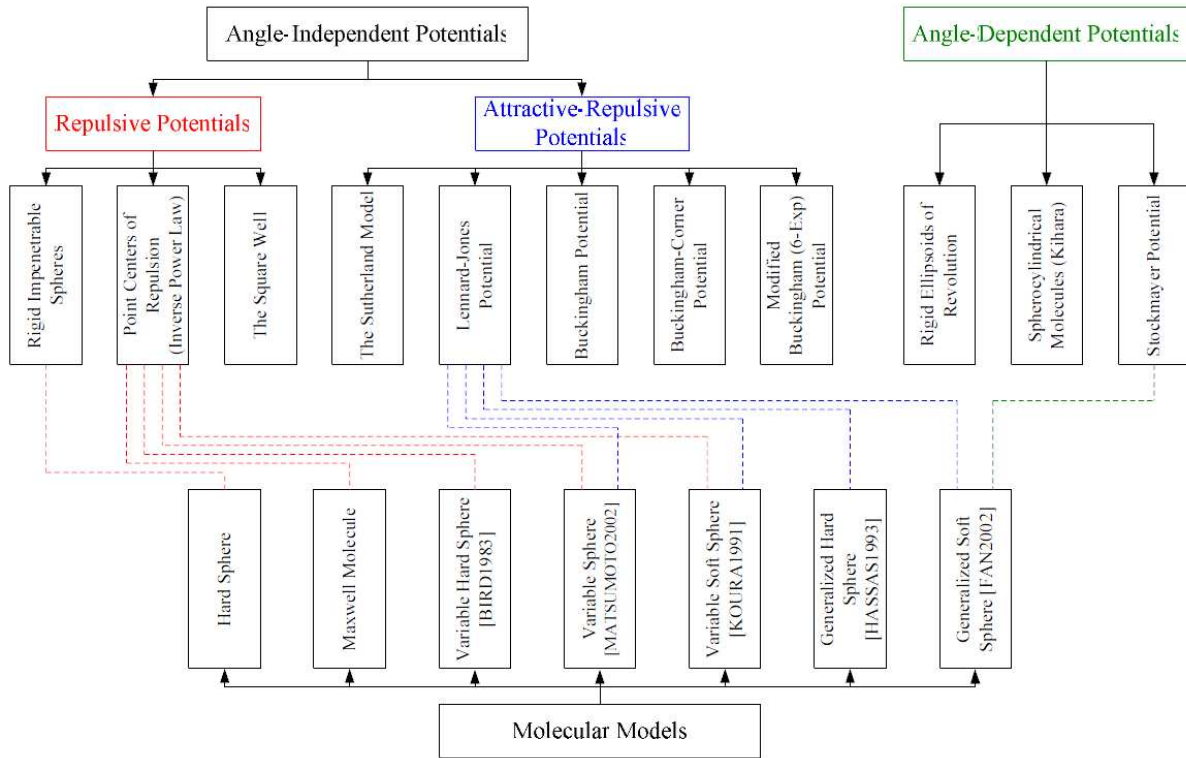


Figure 4.1.2: Classification des différents modèles de collision [Pitakarnop 09]

4.1.2 Régime d'écoulement

Afin de savoir quel est le régime de description de l'écoulement qui gouverne notre débit de fuite, il faut calculer la valeur du nombre de Knudsen. Comme vu dans la partie 4.1.1, la valeur de Kn dépend de k_λ et donc du type de modèle d'interaction choisi et des paramètres expérimentaux de pression, viscosité du gaz, constante spécifique et température. Mais Kn dépend aussi et surtout de la définition qui est donnée à la longueur caractéristique et ainsi de la valeur choisie.

4.1.2.1 La température

La température est fixée pour chaque expérience à 800 °C soit 1073.15 K. La valeur est imposée et mesurée par les thermocouples au plus près de l'échantillon.

4.1.2.2 La pression

La pression extérieure est considérée comme étant celle de la pression atmosphérique et vaut 1 bar. Une surpression de 200 mbar est imposée dans le milieu intérieur soit

1.2 bar. Elle est régulée en ajustant le débit afin de la maintenir constante en cours d'essai.

4.1.2.3 La constante spécifique du gaz

La constante spécifique d'un gaz, R_S s'exprime comme le rapport entre la constante des gaz parfaits et la masse molaire du gaz. Le gaz utilisé est de l'air dont la masse molaire est de $2.90.10^{-2}$ kg.mol⁻¹. Il en découle que $R_S = 287$ J.kg⁻¹.K⁻¹.

4.1.2.4 La viscosité

La viscosité d'un gaz est indépendante de la pression mais dépend de la température [Maxwell 66] et peut être obtenue en utilisant la loi de Sutherland :

$$\mu = \mu_0 \left(\frac{T}{T_0} \right)^{\frac{3}{2}} \frac{T_0 + T_S}{T + T_S} \quad (4.1.6)$$

Où μ_0 est la viscosité de référence à la température de référence T_0 . T_S est la température de Sutherland qui dépend du gaz et n'est valable que dans une certaine gamme de température. En utilisant les paramètres du Tab. 4.1, la viscosité dynamique obtenue pour l'air est de $\mu_{air} = 4.34.10^{-5}$ Pa.s.

Gaz	μ_0 (Pa.s)	T_0 (K)	T_S (K)	Température de validité (K)
Air	$1.72.10^{-5}$	273	111	170-1900

Table 4.1: Paramètres pour la loi de Sutherland [White 91]

4.1.2.5 La longueur caractéristique

La longueur caractéristique est souvent prise comme étant égale au diamètre de la conduite dans laquelle se produit l'écoulement. Néanmoins, dans les cas où le milieu dans lequel s'écoule le fluide est plus complexe, la définition de la longueur caractéristique est plus difficile. Ainsi, pour un contact rugueux, lorsque la surface usinée du matériau présente une certaine régularité (cas des surfaces tournées), on peut estimer que le chemin de fuite sera circonférentiel et que la longueur caractéristique peut être prise comme étant la largeur des stries d'usinage. Ceci est le cas pour les surfaces B1 et B2 issues de la thèse de Marie [Marie 02], Fig. 4.1.3. En revanche, si la surface usinée ne présente pas de régularité et que la fuite se produit alors radialement, ce qui est le cas de son éprouvette A ou pour notre étude, il n'y a pas de définition idéale ou du moins pratique de cette longueur. Toutefois, dans ce cas, on peut supposer que le fluide s'écoulera dans les anfractuosités de la surface et on considérera pour la suite que la longueur caractéristique est assimilable à la rugosité arithmétique de la surface. Pour rappel, la rugosité de nos surfaces est comprise entre 0.3 et 0.8 μ m.

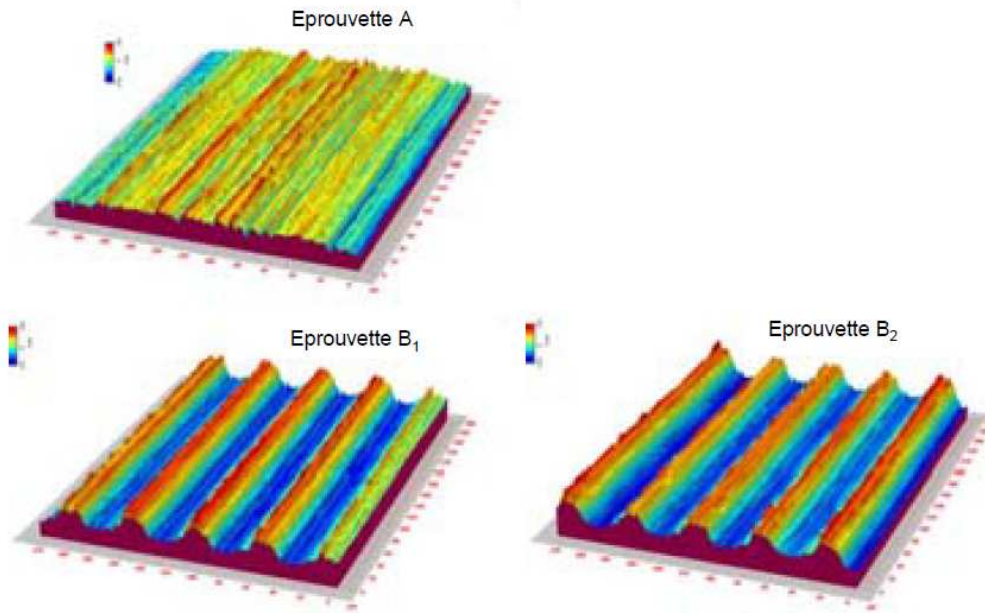


Figure 4.1.3: Etats de surface [Marie 02]

4.1.2.6 Le nombre de Knudsen

Dans cette partie, sont regroupées les valeurs des nombres de Knudsen en fonction du type de modèle de collision sélectionné en prenant comme valeur de $\omega=0.77$ pour l'air [Bird 98], Tab. 4.2. La température est fixée à 800 °C et la pression à 1.2 bar comme dans nos expériences. Pour rappel, les modèles de Hard Sphere et de Maxwell donnent les bornes du nombre de Knudsen, ce qui donne $3.17.10^{-1} \leq Kn \leq 5.08.10^{-1}$. Quel que soit le modèle considéré et en prenant une longueur caractéristique de 0.5 μm , le calcul du nombre de Knudsen indique que l'écoulement est dans le régime d'écoulement glissant. Les lois de Navier et Stokes continuent de s'appliquer à la condition d'avoir une condition limite aux parois avec une vitesse non nulle.

Modèle	Libre parcours moyen (m)	Knudsen	Régime d'écoulement
Hard Sphere	$2.54.10^{-7}$	$5.08.10^{-1}$	Écoulement glissant
Chapman	$2.49.10^{-7}$	$4.98.10^{-1}$	Écoulement glissant
Maxwell	$1.59.10^{-7}$	$3.17.10^{-1}$	Écoulement glissant
Variable Hard Sphere	$2.00.10^{-7}$	$4.00.10^{-1}$	Écoulement glissant

Table 4.2: Valeur du nombre de Knudsen et régime d'écoulement suivant le modèle de collision

4.1.3 Loi de Darcy

Comme il a été expliqué dans la partie 2.1.4, pour des raisons évidentes de sécurité de mise en œuvre, les mesures sont réalisées sous air et non sous hydrogène. Dans notre dispositif, la fuite est supposée être seulement due au différentiel de pression entre l'intérieur et l'extérieur, sans diffusion (air dans air).

L'écoulement est considéré comme pouvant être décrit par un modèle de représentation du fluide de type milieu continu (Stokes), où les effets visqueux dominent sur les effets inertiels ce qui est valable pour des nombres de Reynolds très petits. Pour ce type d'écoulement, sous des conditions stationnaires (les variables sont indépendantes du temps), l'écoulement d'un fluide à travers un milieu poreux, à l'échelle macroscopique, est décrit par la loi dite de Darcy qui est une simplification des lois de Navier et Stokes [Darcy 56, Marie 02]. Le débit de fuite est alors relié aux paramètres géométriques ainsi qu'aux caractéristiques du fluide utilisé. Ce type de loi est analogue à la loi de Fourier en conduction thermique, à la loi d'Ohm en électricité ou encore à la loi de Fick pour la diffusion de matière. La loi de Darcy s'écrit de manière générale :

$$Q_m = KA \frac{\Delta P}{L} \quad (4.1.7)$$

Le débit de fuite massique Q_m dépend de A , la surface de la section de passage, ΔP le différentiel de pression entre les deux milieux, L la longueur caractéristique et K la conductivité hydraulique ou coefficient de perméabilité. K est un terme dépendant d'une part des propriétés du milieu poreux où l'écoulement a lieu et d'autre part des propriétés du fluide étudié.

$$K = \frac{k_{app}\rho}{\mu} \quad (4.1.8)$$

Avec k_{app} la perméabilité apparente du milieu poreux décrivant la facilité que peut avoir un fluide à traverser le milieu. La perméabilité s'exprime en fonction de la perméabilité réelle k qui est la perméabilité du milieu lorsque le fluide est un liquide et d'un terme correctif $f(Kn)$, avec Kn le nombre de Knudsen, Eq. 4.1.9. L'introduction d'un terme correctif est rendu nécessaire par le fait que l'on se trouve ici dans un écoulement glissant, la vitesse du gaz à la paroi n'est plus nulle à la différence des cas où l'on utilise un liquide [Noel 06]. Dans un écoulement glissant, la correction utilisée est appelée correction de Klinkenberg [Klinkenberg 41, Houpeurt 00].

$$k_{app} = kf(Kn) \quad (4.1.9)$$

Dans le cas d'un écoulement radial, la loi de Darcy pour un gaz devient :

$$Q_m = \frac{A\rho k_{app}}{\mu} \frac{dP}{dr} \quad (4.1.10)$$

Lorsque le fluide est compressible, ce qui est le cas dans le cadre de ce travail, la densité va dépendre de la pression. En faisant l'hypothèse que le gaz suit la loi des gaz parfaits, on a l'équation d'état suivante :

$$\rho = \frac{MP}{RT} \quad (4.1.11)$$

En remplaçant dans l'Eq. 4.1.10, il vient :

$$Q_m = \frac{AMk_{app}}{\mu RT} \frac{PdP}{dr} \quad (4.1.12)$$

L'aire A s'exprime en fonction du rayon de contact r et de la hauteur h de la surface étudiée, voir Fig. 4.1.4.

$$A = 2\pi rh \quad (4.1.13)$$

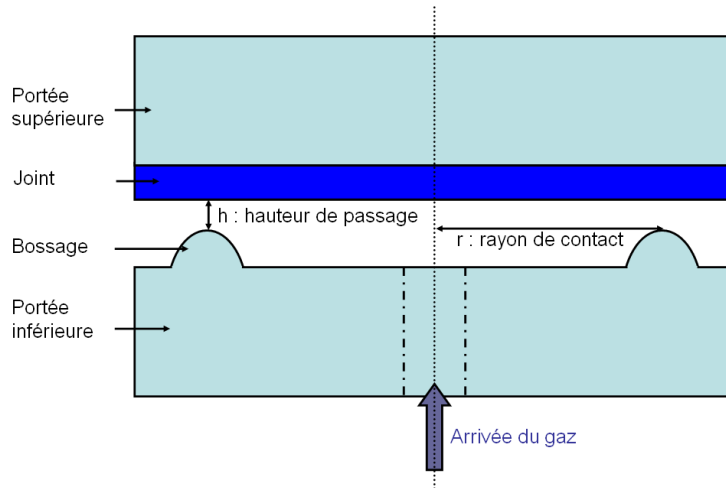


Figure 4.1.4: Section de passage

En remplaçant dans l'Eq. 4.1.12 :

$$Q_m \frac{dr}{r} = \frac{2\pi M}{\mu RT} h k_{app} P dP \quad (4.1.14)$$

Dans l'Eq. 4.1.14, le terme $\frac{2\pi M}{\mu RT} = \delta$ ne dépend pas des variables d'intégration r et P . En revanche, la hauteur de passage et la perméabilité dépendent de r puisqu'elles varient en fonction de la zone qui sera en contact, dans la suite $h k_{app} = \kappa(r)$.

Pour déterminer le débit massique de fuite entre l'intérieur et l'extérieur, il faut intégrer l'Eq. 4.1.14 en prenant en compte les conditions limites de ces deux milieux :

$$Q_m \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r} = \delta \int_{P_i}^{P_e} P dP \quad (4.1.15)$$

Ce qui donne :

$$Q_m \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r} = \frac{\delta}{2} (P_e^2 - P_i^2) \quad (4.1.16)$$

Le débit de fuite radial analytique selon la loi de Darcy s'exprime alors en fonction d'une différence des carrés des pressions entre deux milieux, de paramètres géométriques du dispositif considéré ainsi que de paramètres liés au fluide étudié.

L'Eq. 4.1.16 peut aussi s'écrire :

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}} (P_e^2 - P_i^2) \quad (4.1.17)$$

Plus le milieu est perméable, plus le fluide peut s'écouler facilement et plus la fuite est importante. De même, plus la hauteur de passage est importante, plus le débit de fuite sera élevé. Dans l'Eq. 4.1.17, $\kappa(r)$ contient les termes de perméabilité et de hauteur de passage favorisant la fuite. Par conséquent, lorsque $\frac{1}{\kappa(r)}$ augmente, cela signifie que la fuite diminue et que les chemins facilitant le passage du fluide sont peu à peu bouchés. L'Eq.4.1.17 correspond alors au bouchage des porosités par le serrage mécanique.

$$\int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r} = \frac{\delta(P_e^2 - P_i^2)}{2Q_m} \quad (4.1.18)$$

La grandeur $\int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}$ est facilement déterminable en interprétant les essais puisque le débit de fuite Q_m ainsi que les paramètres de pression, température, masse molaire et viscosité sont connus pour chaque expérience.

4.1.4 Cas particuliers

Cas particuliers dans le cas de fluides incompressibles ou de petites longueurs de contact.

4.1.4.1 Fluide incompressible

Dans le cas d'un fuite incompressible, l'expression de Q_m est modifiée. En effet, la densité ρ devient constante et donc indépendante de la pression. L'intégration de l'Eq. 4.1.10 devient :

$$Q_m \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r} = \frac{2\pi\rho}{\mu} \int_{P_i}^{P_e} dP = \frac{2\pi\rho}{\mu} (P_e - P_i) \quad (4.1.19)$$

$$Q_m = \frac{2\pi\rho}{\mu} \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r} (P_e - P_i) \quad (4.1.20)$$

L'équation est simplifiée et la dépendance se fait avec la différence des pressions et non plus avec la différence des carrés des pressions.

4.1.4.2 Petite longueur de contact

Lorsque la longueur de contact devient très faible et en supposant que l'évolution de κ ne dépende plus de r , il y a simplification de l'Eq. 4.1.16 :

$$Q_m \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa r} = \frac{Q_m}{\kappa} \ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right) = \frac{\delta}{2} (P_e^2 - P_i^2) \quad (4.1.21)$$

Par un développement limité à l'ordre un, $\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right) = \ln\left(1 + \frac{l_c}{r_i}\right) \simeq \frac{l_c}{r_i}$ avec $l_c = r_e - r_i$ la longueur de contact. Il vient alors :

$$Q_m = \frac{\delta r_e}{2\kappa l_c} (P_e^2 - P_i^2) \quad (4.1.22)$$

4.2 Le fluage

Maintenant que nous avons caractérisé le régime d'écoulement dans le milieu entre le joint et la portée, nous allons chercher, dans cette partie, à relier les champs mécaniques locaux à la porosité locale responsable de la fuite. Pour cela, une approche basée sur les lois locales d'endommagement de fluage est proposée.

4.2.1 Généralités sur le fluage

Lorsqu'un matériau est soumis, à haute température, à une contrainte constante, provoquant alors sa déformation plastique, on parle de fluage. Haute température s'entend pour des températures qui sont supérieures au tiers de la température de fusion du matériau. En réalité, les essais de fluage sont généralement réalisés à effort constant et on mesure la déformation au cours du temps. En effet, comme en cours d'essai, la section des éprouvettes diminue, le niveau de contrainte va y augmenter, il est alors plus facile de piloter l'essai en maintenant un effort constant. Pour un essai de traction, un poids est appliqué à une extrémité de l'éprouvette, tandis que l'autre est fixée au bâti. On mesure alors le déplacement de la partie mobile au cours du temps.

Lors d'un essai de fluage, trois phases successives peuvent être identifiées et ont été définies par [da C. Andrade 10], Fig. 4.2.1. La première phase est celle du fluage primaire, la vitesse de déformation diminue au cours du temps. Au cours de la seconde partie, le fluage secondaire, la vitesse de fluage est minimale et constante. Enfin, la dernière phase est celle du fluage tertiaire, la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture du matériau.

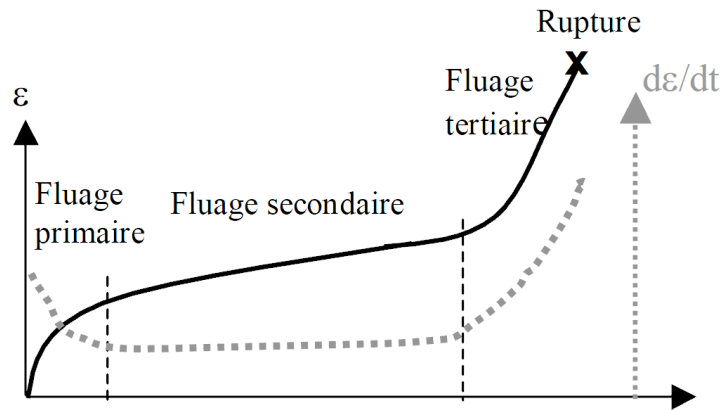


Figure 4.2.1: Les différentes phases du fluage [Goffé 03]

4.2.2 Mécanismes de déformation en fluage

Différents mécanismes de déformation ont lieu dans le matériau en fonction de la température et de la contrainte appliquée, on distingue le fluage-dislocation et le fluage diffusion. Des abaques établis par [Frost 82] permettent, en fonction de la température et de la contrainte, de connaître le mode de déformation prédominant pour de nombreux matériaux.

4.2.2.1 Le fluage-dislocation

Le fluage-dislocation est le mode prédominant à forte contrainte. On distingue dans cette catégorie, le fluage-restauration et le fluage contrôlé par le glissement des dislocations. Le fluage-dislocation résulte de la compétition entre d'un côté l'écroutissage qui induit de la déformation plastique et de l'autre côté, la restauration qui favorise la mobilité des dislocations, leur élimination et améliore la ductilité du matériau. Le fluage secondaire est atteint une fois que la création de dislocation par écroutissage est compensée par leur élimination par la restauration ou par la montée des dislocations.

4.2.2.2 Le fluage-diffusion

Le deuxième mode de déformation en fluage est le fluage par diffusion qui intervient pour des plus hautes températures et des contraintes plus faibles. Il y a transport des atomes dans le sens opposé à celui des lacunes qui s'évacuent vers la surface. Ce flux peut, selon les modèles, soit avoir lieu à l'intérieur des grains [Nabarro 48], soit aux joints de grains (prépondérant pour les petites tailles de grain) [Coble 63], soit selon un mode mixte où les deux transports interviennent par glissement aux joints de grains [Raj 71].

4.2.3 Mécanismes de l'endommagement en fluage

Le processus d'endommagement de fluage se déroule en trois phases : la germination des cavités, leur croissance et enfin leur coalescence conduisant alors à la rupture [Journaux 99]. Le taux d'endommagement d'un matériau étant défini par la taille et le nombre des cavités.

4.2.3.1 La germination

Il s'agit de la première étape de l'endommagement. L'apparition des cavités est principalement localisée entre les grains, aux joints de grains, Fig. 4.2.2. Différents mécanismes seraient à l'origine de l'apparition de ces cavités dans le matériau : le glissement intergranulaire, la condensation de lacune par diffusion, la décohésion entre précipités et matrice ou le blocage des déformations intergranulaires hétérogènes.

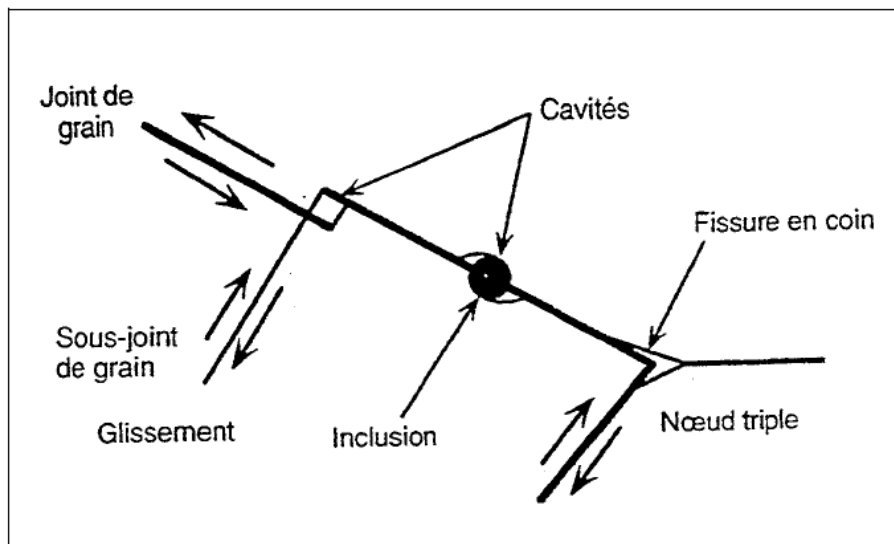


Figure 4.2.2: Les mécanismes de germination [Journaux 99]

4.2.3.2 La croissance

La croissance des cavités est liée à deux phénomènes. D'une part à la diffusion des lacunes qui vont alors se condenser et d'autre part, à la déformation plastique du matériau liée au fluage.

4.2.3.3 La coalescence

Enfin, la coalescence des cavités se produit grâce la propagation de fissure dans le matériau. Ces fissures qui se propagent orthogonalement à l'effort de traction, joignent les différentes cavités ce qui conduit à la ruine du matériau.

4.2.4 Modèles d'endommagement

4.2.4.1 L'approche locale

Les modèles d'endommagement basés sur une approche dite locale reposent d'une part sur des essais de fluage où des mesures de l'endommagement intergranulaire sont menées et d'autre part sur des calculs par éléments finis où les champs mécaniques sont calculés. L'approche consiste ensuite à pouvoir relier cet endommagement mesuré aux champs calculés.

4.2.4.2 Mesure de l'endommagement de fluage

Afin de mesurer l'endommagement, des essais de fluage sur des éprouvettes plates ou cylindriques doivent être faits. Il y a différentes méthodes pour mesurer le dommage, soit avec des techniques directes d'observations microscopiques qui renseignent sur le taux d'endommagement, sa localisation, son type, soit avec des mesures indirectes où les propriétés du matériau sont suivies en cours d'essai (module d'Young, coefficient de Poisson, résistivité, ...). Pour pouvoir observer le dommage, les essais doivent être arrêtés avant la rupture de l'éprouvette pour que les mesures ne soient pas perturbées par le faciès de rupture. Le faciès de rupture peut de son côté renseigner sur la localisation de la rupture (intra ou intergranulaire) et sur la ductilité. Le dommage peut s'observer en réalisant des coupes longitudinales dans les éprouvettes, puis en polissant et attaquant ces coupes pour faire apparaître la microstructure. La surface étudiée peut alors être divisée en différentes zones dont la taille est proche du maillage qui sera utilisé pour le calcul aux éléments finis. Dans chaque "maille", le dommage peut, par exemple, se calculer comme étant le rapport entre la longueur des joints fissurés sur la longueur totale de joints de grains [Levaillant 84, Chabaud-Reytier 99]. Le taux d'endommagement peut aussi être calculé comme étant le rapport entre la taille des cavités et les distances entre cavités, la taille de la plus grosse vacuole, la taille moyenne des cavités ou encore la densité de ces cavités [Journaux 99].

4.2.4.3 Paramètres de l'endommagement de fluage

Pour pouvoir corrélérer l'endommagement mesuré à celui qui est calculé par éléments finis, il est nécessaire de déterminer les paramètres mécaniques qui sont liés au dommage. Le choix des paramètres du modèle se fait donc en comparant, aussi bien à la mise en charge que pendant le fluage, la localisation entre l'endommagement mesuré et les champs mécaniques. Il apparaît que seules la déformation plastique équivalente et la contrainte σ_{zz} peuvent être reliées au dommage [Levaillant 84, Chabaud-Reyrtier 99, Piques 89]. L'évolution de l'endommagement D s'exprime alors en fonction de ces deux paramètres et de trois coefficients λ , α et β à déterminer :

$$dD = \lambda \sigma_{zz}^\alpha p^\beta dp \quad (4.2.1)$$

4.3 Choix des paramètres du modèle de fuite

Nous venons de voir que les lois locales d'endommagement de fluage utilisent un terme de contrainte et un terme de cumul de déformation plastique le long du trajet de chargement pour décrire la génération de porosités au sein du volume de matériau sollicité. Par analogie avec ce type de loi, nous allons chercher à relier les champs mécaniques locaux à la porosité locale responsable de la fuite. Ainsi, plutôt que de considérer un paramètre de dommage, nous proposons l'introduction d'un paramètre $D_{nœud}$ représentant le bouchage des porosités sous l'effet du serrage mécanique entre le joint et sa portée. On retient le formalisme de l'approche locale et $D_{nœud}$ s'exprime à chaque nœud du contact par l'Eq. 4.3.1 en intégrant le long du trajet de chargement un terme de pression de contact σ_{zz} et un deuxième terme de cumul de déformation plastique p . La loi présente 3 paramètres à ajuster : λ , α et β .

$$D_{nœud} = \int_p \lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}} \right)^\alpha \left(\frac{p}{p_0} \right)^\beta dp \quad (4.3.1)$$

La contrainte axiale σ_{zz} et la déformation plastique cumulée sont normalisées par une contrainte de référence σ_{ref} qui a été fixée à 1 MPa et par p_0 qui vaut 1 %, afin de s'affranchir des problèmes d'unités. D'après l'Eq. 4.1.18 issue de la loi de Darcy, le bouchage des porosités est lié à $\kappa(r)$ qui contient les termes de perméabilité du milieu ainsi que de la hauteur de passage du gaz. Ces caractéristiques peuvent être reliées au bouchage de trous $D_{nœud}$. Ainsi, lorsque $D_{nœud}$ augmente, cela signifie que la porosité est comblée et que le fluide aura moins de facilité à s'échapper. Comme vu dans la partie 4.1.3, lorsque $\frac{1}{\kappa(r)}$ augmente, l'étanchéité s'améliore. Les termes $D_{nœud}$ et $\frac{1}{\kappa(r)}$ peuvent donc être rapprochés et on admet que : $D_{nœud} = \frac{1}{\kappa(r)}$. Ce qui implique que $D_{nœud}$ et plus précisément λ ait la même unité que $\frac{1}{\kappa(r)}$ soit le m^{-3} .

Dans un deuxième temps, et pour tenir compte de l'ensemble des porosités participant au passage du gaz, ce terme de bouchage $D_{nœud}$ doit être intégré le long du contact. L'originalité de l'approche proposée consiste à pouvoir décrire le lien entre les champs mécaniques et la fuite par un seul paramètre D représentant le comblement des porosités par viscoplasticité.

$$\int_{r_i}^{r_e} \frac{1}{\kappa(r)r} dr = \int_{r_i}^{r_e} \frac{D_{nœud}}{r} dr \quad (4.3.2)$$

Le débit de fuite peut alors être obtenu à partir d'un calcul aux éléments finis :

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}} (P_e^2 - P_i^2) = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{D_{nœud}}{r} dr} (P_e^2 - P_i^2) \quad (4.3.3)$$

Le calcul du bouchage des trous revient à faire une double intégration d'abord en p afin de prendre en compte l'histoire du chargement de chaque nœud et une intégration en r pour considérer tous les nœuds venant au contact entre le joint et la portée et qui participent ainsi à l'étanchéité.

Q_m peut soit être obtenu en fonction de paramètres expérimentaux, soit à partir de paramètres mécaniques locaux et de trois coefficients à déterminer.

4.3.1 Cas particuliers

Avant de pouvoir déterminer les paramètres du modèle, il faut connaître les plages de valeurs possibles afin de ne pas obtenir des résultats physiquement aberrants et pour aussi limiter la zone de recherche des paramètres. Les exemples suivants sont présentés pour un différentiel de pression non nul.

4.3.1.1 Fuite infinie

La fuite est infinie ou maximale, lorsqu'il n'y a plus contact entre le joint et la portée. Ceci se traduit expérimentalement à l'interface entre la portée et le joint par une hauteur maximale. D'après l'Eq. 4.1.18, un débit massique Q_m infini conduit à ce que le terme géométrique $\frac{1}{\int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}}$ soit aussi infini, ce qui correspond à un $\kappa(r)$ infini et donc à des pores infinis.

Numériquement, ensuite, l'absence de contact correspond à une contrainte axiale nulle, le terme $D_{nœud}$ devient alors aussi nul seulement si l'exposant sur la contrainte, α , est positif. Et si $D_{nœud}$ est nul, il y a bien aussi Q_m nul.

4.3.1.2 Fuite nulle

Le cas d'une fuite nulle peut être vérifié lorsque l'interface entre les matériaux est parfaitement étanche, ce qui revient à dire que la hauteur de passage est nulle ou que

$\kappa(r) = 0$. Ceci aboutit bien à ce que Q_m soit nul.

Numériquement, une fuite nulle devrait correspondre à une contrainte et une déformation très élevées afin d'assurer un bouchage des porosités. Pour que Q_m soit nul, il faut que le terme D_{nceud} soit très grand et croissant avec la déformation plastique cumulée. Pour cela, α doit être positif et l'effet de la contrainte sera d'autant plus grand qu'il sera supérieur à 1. Le coefficient β doit lui être supérieur à -1.

Si on considère que le terme de contrainte est constant, on a :

$$D_{nceud} = \lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}} \right)^\alpha \int_p \left(\frac{p}{p_0} \right)^\beta dp \quad (4.3.4)$$

Ainsi pour $-1 < \beta < 0$, les déformations les plus faibles vont prendre une place prépondérante dans le calcul de D_{nceud} . Sur la Fig. 4.3.1, $p^{\beta+1}$ est tracé en fonction de p , on voit bien que pour des déformations très faibles, le terme en $p^{\beta+1}$ devient très important, ce qui pourrait poser des problèmes d'intégration.

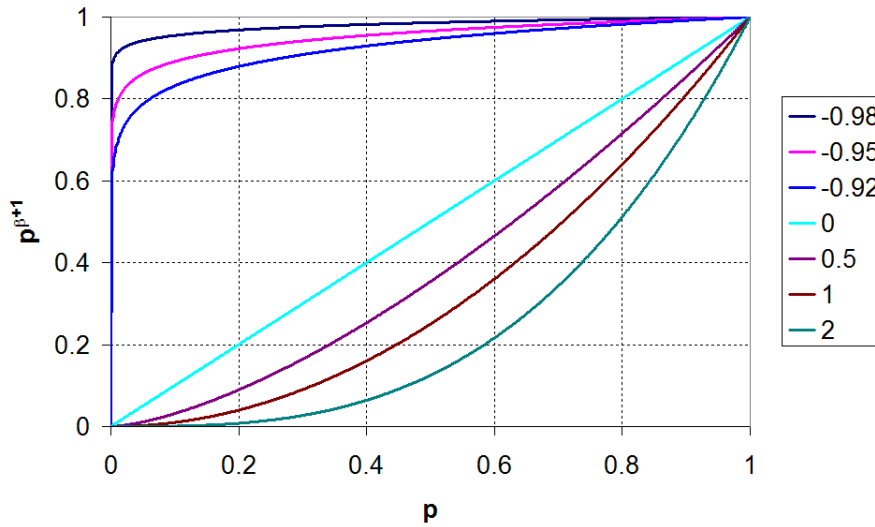


Figure 4.3.1: Influence du paramètre β sur la valeur de $p^{\beta+1}$

4.3.1.3 En déchargeant

Expérimentalement, il apparaît que si l'effort de serrage est diminué en cours d'essai, l'étanchéité n'est pas immédiatement perdue. Des essais ont été réalisés en fixant l'effort à 5 N.mm^{-1} puis en le diminuant à 3 N.mm^{-1} et finalement 1 N.mm^{-1} pour des paliers de 10 h sur les géométries à bossages large, moyen n°2 et fin. Sur la Fig. 4.3.2, les débits de fuite et le niveau d'effort (échelle de droite) sont reportés. Il apparaît que si le déchargement n'est pas trop brutal, le niveau d'étanchéité est conservé et ce jusqu'à

1 N.mm^{-1} pour les essais sur le bossage moyen n°2. Pour les autres essais, le niveau de fuite augmente au passage à 1 N.mm^{-1} tout en restant dans la gamme de mesure.

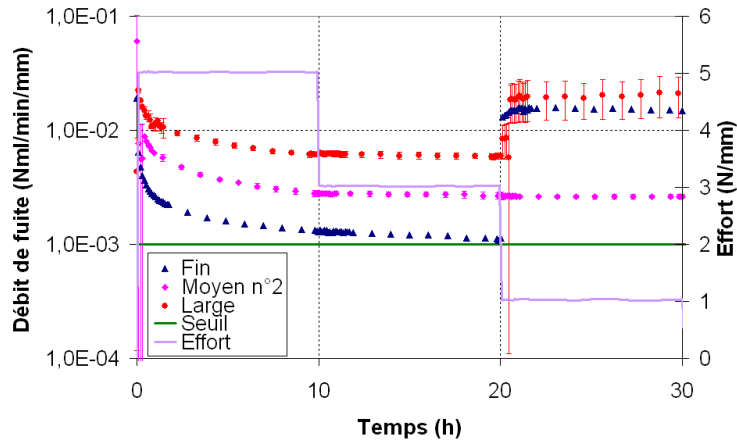


Figure 4.3.2: Evolution du débit de fuite à chargement décroissant

Ainsi, si au cours d'un essai, l'effort appliqué diminue et qu'en conséquence la contrainte axiale σ_{zz} baisse au contact entre le bossage et le joint, le débit de fuite lui n'augmente pas, il n'y a pas immédiatement de perte d'étanchéité. Ceci semble indiquer la présence d'un seuil en contrainte à partir duquel l'étanchéité serait perdue. La conservation d'un même débit de fuite entre 5 et 3 N.mm^{-1} montre que même si σ_{zz} a chuté, c'est la déformation plastique qui a été cumulée auparavant qui joue alors un rôle prépondérant. A ce moment là, c'est le terme en p qui gouverne la fuite et qui justifie que le calcul de Q_m se fasse en intégrant en p .

4.4 Stratégie d'optimisation

Afin d'identifier les coefficients λ , α et β de l'Eq. 4.3.3, il faudra minimiser le résidu, c'est-à-dire l'écart entre $\frac{\delta}{2Q_m}(P_e^2 - P_i^2)$ et $\int_{r_i}^{r_e} \frac{D_{n\text{caud}}}{r} dr$. Ces différents coefficients doivent rendre compte de l'influence des deux paramètres mécaniques étudiés (déformation plastique cumulée et contrainte axiale) et le rôle prépondérant constaté expérimentalement du paramètre de déformation.

L'optimisation a été menée avec le logiciel Matlab et la procédure est détaillée ci-après.

4.4.1 Données expérimentales

Expérimentalement, la base de données est constituée d'environ trois essais pour chacune des géométries aux trois niveaux d'effort. Le débit mesuré Q en $\text{Nml.min}^{-1}.\text{mm}^{-1}$ est converti en débit massique Q_m en kg.s^{-1} suivant la formule :

$$Q_m = \frac{Q * M * Péri}{V_m * 60 * 1000} \quad (4.4.1)$$

Où $Péri = 2\pi r$ est le périmètre de contact du bossage avec $r=25e^{-3}$ m, M la masse molaire du gaz, $V_m=22.4$ l.mol⁻¹ est le volume molaire du gaz pris dans les conditions normales de température et de pression, diviser par 60 permet de passer des minutes aux secondes et diviser par 1000 pour passer en m³.

4.4.2 Données numériques

Tous les essais ayant été calculés, il y a donc 12 fichiers résultats issus de ces simulations numériques. Les valeurs de σ_{zz} et de p sont extraites aux nœuds du contact entre le bossage en Udimet et le joint en FeCrAl. Il y a entre 187 nœuds pour le bossage fin et 713 nœuds pour le bossage large, qui sont concernés par ce contact pour chaque pas de temps.

4.4.3 Algorithme de résolution

L'algorithme utilisé est présenté en Fig. 4.4.1. La résolution démarre avec des valeurs de α , β et λ qui permettent d'avoir un débit de fuite calculé par le modèle qui soit déjà proche du débit de fuite expérimental afin de diminuer le temps de calcul et pour aussi utiliser des valeurs des coefficients α et β qui soient physiquement cohérentes avec ce qui est recherché.

Le calcul des coefficients va dépendre du nombre d'expériences différentes réalisées suivant la géométrie et l'effort (n_manip), du nombre de temps calculés (n_temps), du nombre de nœuds sur lesquels les déformations et les contraintes ont été calculées ($n_nœud$) et des essais effectués par type d'expérience (n_essai). L'algorithme commence par le calcul de $D_{nœud}$, selon la formule de l'équation Eq. 4.3.1, à chaque nœud du contact pour chaque temps calculé et pour chaque type d'expérience. Une fois $D_{nœud}$ calculé localement en chaque nœud, Q_m est ensuite obtenu selon la formule Eq. 4.3.3.

Comme les temps calculés ne coïncident pas exactement avec les temps mesurés, une interpolation linéaire est utilisée pour obtenir les valeurs de Q_m aux pas de temps mesurés. L'écart entre le débit de fuite mesuré $Q_{m_{exp}}$ et celui calculé selon le modèle puis interpolé $Q_{m_{num\ in}}$, appelé ici norme, est ensuite évalué pour essai selon l'Eq. 4.4.2 :

$$\sqrt{\sum_{i_temps_mesuré} \frac{\left(Q_{m_{num\ in}}(i_temps_mesuré) - Q_{m_{exp}}(i_temps_mesuré)\right)^2}{n_temps_mesuré}} \quad (4.4.2)$$

Cette norme est calculée pour chaque essai de chaque type d'expérience pour tenir compte de la dispersion expérimentale ce qui n'aurait pas été le cas en calculant la norme

entre $Q_{m_{numin}}$ et la moyenne des débits de fuite mesurés. Enfin la “norme totale” est calculée en prenant la moyenne des normes de chaque type d'expérience.

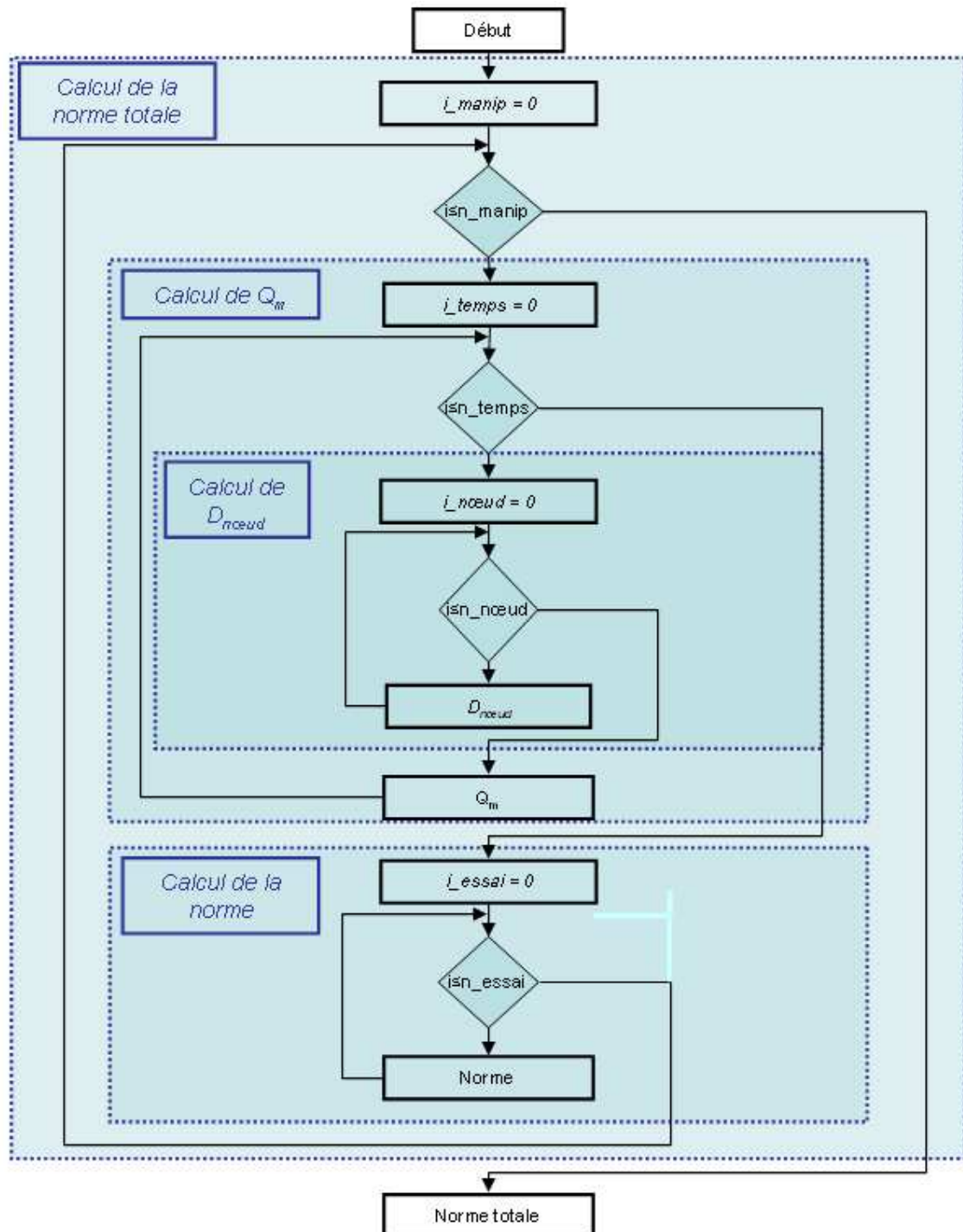


Figure 4.4.1: Algorithme de résolution

A l'issu de ces différents calculs, pour ces valeurs de α , β et λ , une norme totale est donc obtenue. Un algorithme de minimisation est utilisé pour chercher les valeurs de ces coefficients pour que la norme totale soit la plus faible possible. L'algorithme utilisé sous Matlab est la fonction `fminsearch` qui est une technique de recherche directe, sans contrainte c'est à dire qu'il n'y a pas de limite dans les valeurs que peuvent prendre ces coefficients, utilisant la méthode du simplex pour la résolution. Cette méthode démarre avec les valeurs initiales des coefficients choisis puis cherche à minimiser la fonction en faisant varier les paramètres. Une telle méthode est limitée par le point de départ choisi, le risque étant de trouver un minimum local et non global. Ici, différents points de départ ont été testés afin de rechercher le minimum global. En fin de compte, quel que soit le point de départ qui a pu être testé pour les coefficients, les valeurs optimisées obtenues ont été identiques.

4.4.4 Stratégie d'optimisation

L'optimisation est faite en plusieurs étapes afin d'avoir un point de départ permettant d'obtenir des valeurs de débit de fuite relativement proches entre les valeurs obtenues expérimentalement et celles issues du modèle.

Cette stratégie est illustrée Fig. 4.4.2. L'optimisation est d'abord faite sur un seul essai de la géométrie moyen n°2 pour un chargement de 3 N.mm^{-1} . Les résultats obtenus servent ensuite de point de départ pour rechercher l'optimum de tous les essais de cette géométrie et de ce chargement. Les nouveaux coefficients calculés sont utilisés pour l'optimisation avec tous les essais de tous les efforts de cette même géométrie. Enfin, après avoir obtenu de nouveaux résultats, ceux-ci sont utilisés pour calculer les coefficients optimaux de tous les essais à tous les niveaux d'effort de toutes les géométries. Ici aussi, même en changeant l'essai choisi comme point de départ, les résultats obtenus sont les mêmes.

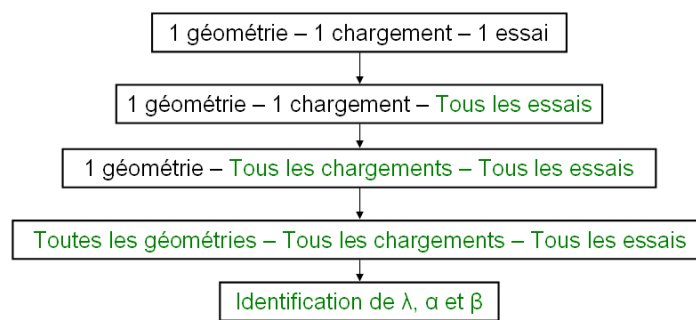


Figure 4.4.2: Stratégie d'optimisation

4.5 Résultats

4.5.1 Les paramètres du modèle

Après optimisation, les trois paramètres λ , α et β ont pu être déterminés, les valeurs obtenues sont reportées dans le Tab.4.3.

Coefficient	Valeur obtenue
λ	$2.06e^{14} \text{ m}^{-3}$
α	3.49
β	$-9.69e^{-1}$

Table 4.3: Coefficients du modèle obtenus après optimisation

La valeur de λ tient compte de la différence d'ordre de grandeur entre, d'une part le débit de fuite qui est compris entre $1e^{-7}$ et $1e^{-9} \text{ kg.s}^{-1}$ dans les unités S.I. et les paramètres utilisés en mécanique qui sont de l'ordre du MPa pour la contrainte et du pourcent pour la déformation plastique cumulée.

Le paramètre α portant sur la contrainte axiale s'élève à environ 3.5, ce qui est proche de l'exposant de fluage de la loi de comportement (4.58 à 800 °C). Ce coefficient important sur σ_{zz} permet d'être sélectif. En effet, comme il a été vu dans la partie 3.2.1, la contrainte est élevée lorsqu'il y a contact et nulle hors de ce contact. Ainsi, quelle que soit la valeur de p , qui peut être non négligeable par des effets de structure, D_{noeud} sera nul en dehors du contact. Ce qui permet effectivement de ne prendre en compte que les nœuds ayant un rôle dans l'établissement de l'étanchéité.

Enfin, l'exposant sur la déformation plastique cumulée est proche de -1 ce qui donne beaucoup d'importance aux petites déformations, celles qui vont favoriser en premier le contact entre les rugosités. Afin de contrôler que cette valeur ne pose pas de problème d'intégration, pour le calcul de D_{noeud} , $\lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}}\right)^\alpha \left(\frac{p}{p_0}\right)^\beta$ est tracé en fonction de p pour un nœud du contact, Fig. 4.5.1. On peut voir sur ce graphique que $\lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}}\right)^\alpha \left(\frac{p}{p_0}\right)^\beta$ est nul lorsque le nœud n'est pas au contact puis augmente rapidement lors de la mise en contact. On constate en fin de chargement, une baisse de cette valeur par plastification et redistribution des contraintes lorsque la zone au contact s'élargit. Il ne semble pas y avoir de problème lié à la valeur de β proche de -1. Néanmoins, on pourrait envisager par la suite d'utiliser une formulation un peu différente avec $\frac{dD}{dp} = \lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}}\right)^\alpha \left(\frac{p-p_c+p_x}{p_0}\right)^\beta$ lorsque le nœud est au contact et $\frac{dD}{dp} = 0$ sinon. Dans cette loi, p_c est le niveau de déformation plastique pour lequel le contact a lieu, la valeur étant déterminée par le calcul aux éléments finis pour chaque nœud et p_x serait un autre paramètre à ajuster.

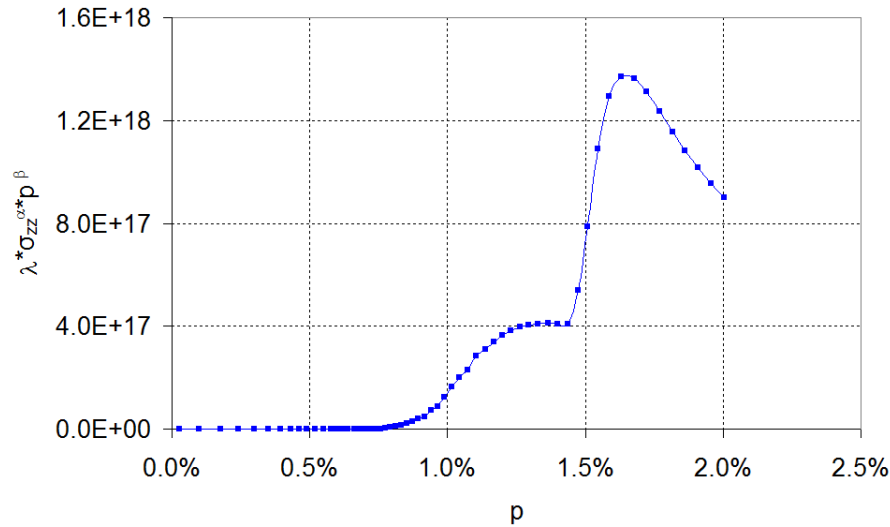


Figure 4.5.1: Calcul de $\lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}} \right)^\alpha \left(\frac{p}{p_0} \right)^\beta$ en un nœud du contact

Les trois paramètres optimisés obtenus permettent de répondre à ce qui est attendu du critère d'établissement de l'étanchéité : tenir compte du comblement des rugosités dans la zone de contact.

4.5.2 Le calcul de $D_{nœud}$

Sur la Fig. 4.5.2 a été tracé $D_{nœud}$, avec les paramètres optimisés, en fonction du temps de maintien pour tous les calculs. L'évolution est représenté pour quelques nœuds le long du contact, ce sont les mêmes que ceux du Chap. 3. De plus, pour une même géométrie, les nœuds sélectionnés sont identiques. Cette représentation permet, d'une part de voir les nœuds qui contribuent le plus à $D_{nœud}$ et d'autre part de voir comment évolue $D_{nœud}$ au cours du temps pour un nœud donné. Par exemple, le nœud n°200 de la géométrie moyen n°1 a des valeurs de $D_{nœud}$ très faibles à 3 N.mm⁻¹. Le nœud n'est pas au contact, il ne contribue donc pas à l'étanchéité. A 5 N.mm⁻¹, ce nœud n'est, au début, pas au contact mais comme le bossage vient écraser le joint, la longueur de contact augmente et après quelques heures de maintien, il vient au contact et sa participation à l'étanchéité augmente. Enfin, à 10 N.mm⁻¹, ce nœud est au contact à la mise en charge et il participe pleinement à l'étanchéité.

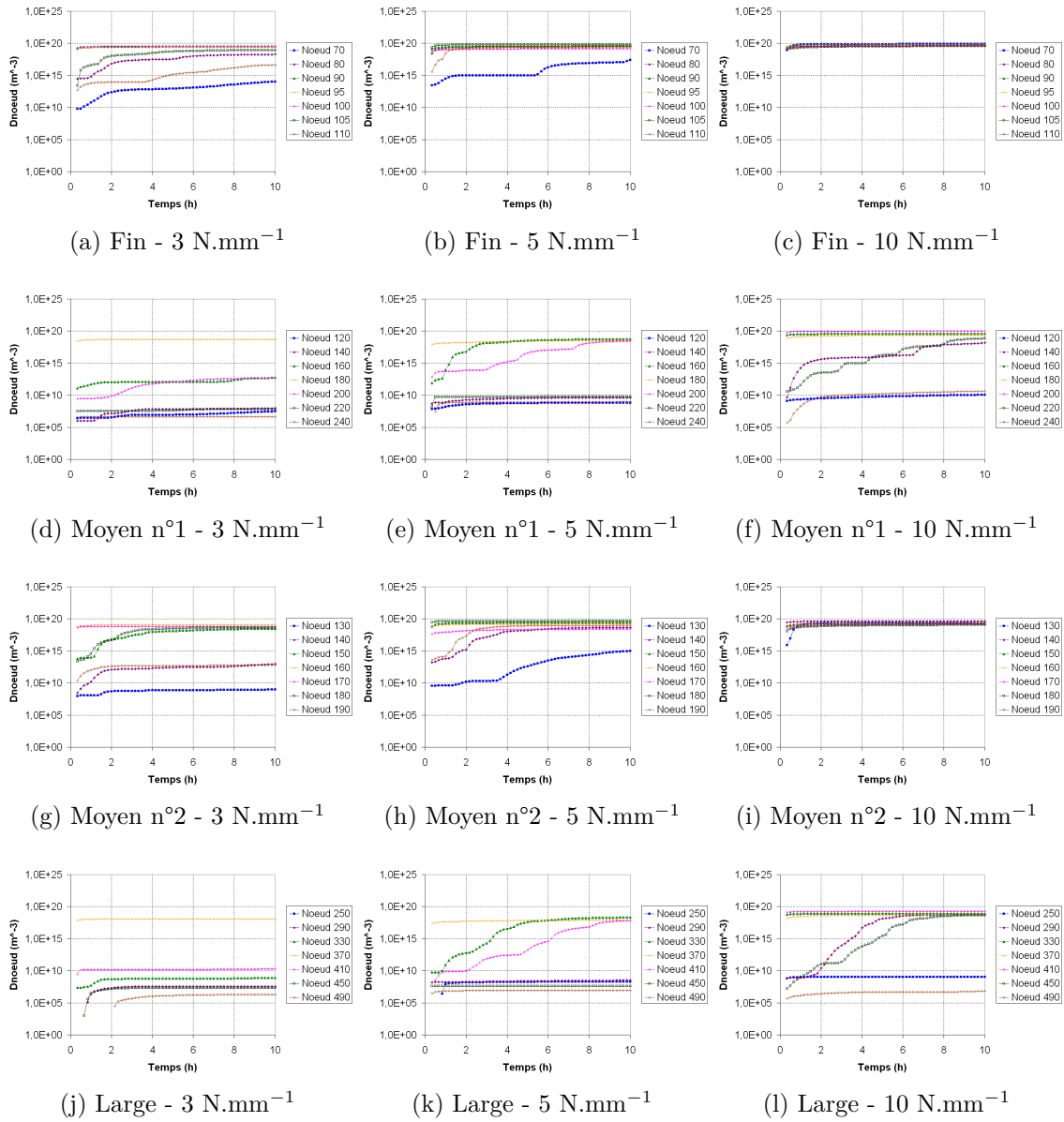


Figure 4.5.2: $D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement pour les quatre géométries aux trois efforts

En traçant cette fois $D_{nœud}$ en fonction de la position, Fig. 4.5.3, il apparaît que $D_{nœud}$ a le même profil que σ_{zz} ou p , soit deux pics avec des valeurs très faibles à l'extérieur de ces pics et des valeurs importantes à l'intérieur correspondant aux nœuds précédemment entrés en contact comme l'indique l'évolution de $D_{nœud}$ en temps. Ces graphiques montrent bien les nœuds qui sont au contact et qui participent alors à l'étanchéité. Cette zone de contact augmente avec l'effort appliqué pour toutes les géométries. Cela signifie

que l'étanchéité sera meilleure avec un effort plus important. La zone de contact augmente aussi, à effort constant, lorsque le bossage s'élargit. En revanche, cela n'indique pas que l'étanchéité sera meilleure puisque les essais ont montré que pour que le débit de fuite soit plus faible, il fallait que le bossage soit plus fin. En effet, le débit de fuite étant calculé en prenant l'intégrale de D_{nceud} , plus l'aire est grande meilleure est l'étanchéité. Or le niveau de déformation plastique étant beaucoup plus important avec un bossage fin, les valeurs maximales de D_{nceud} sont aussi plus importantes pour ce bossage. En conséquence, l'aire en sera plus grande, ce qui est difficilement visible avec une échelle logarithmique mais apparaît clairement en linéaire, Fig. 4.5.4. Même après seulement 2 h, l'aire est beaucoup plus importante pour le bossage fin que pour le large. C'est donc bien pour le bossage le plus fin que l'étanchéité sera la meilleure.

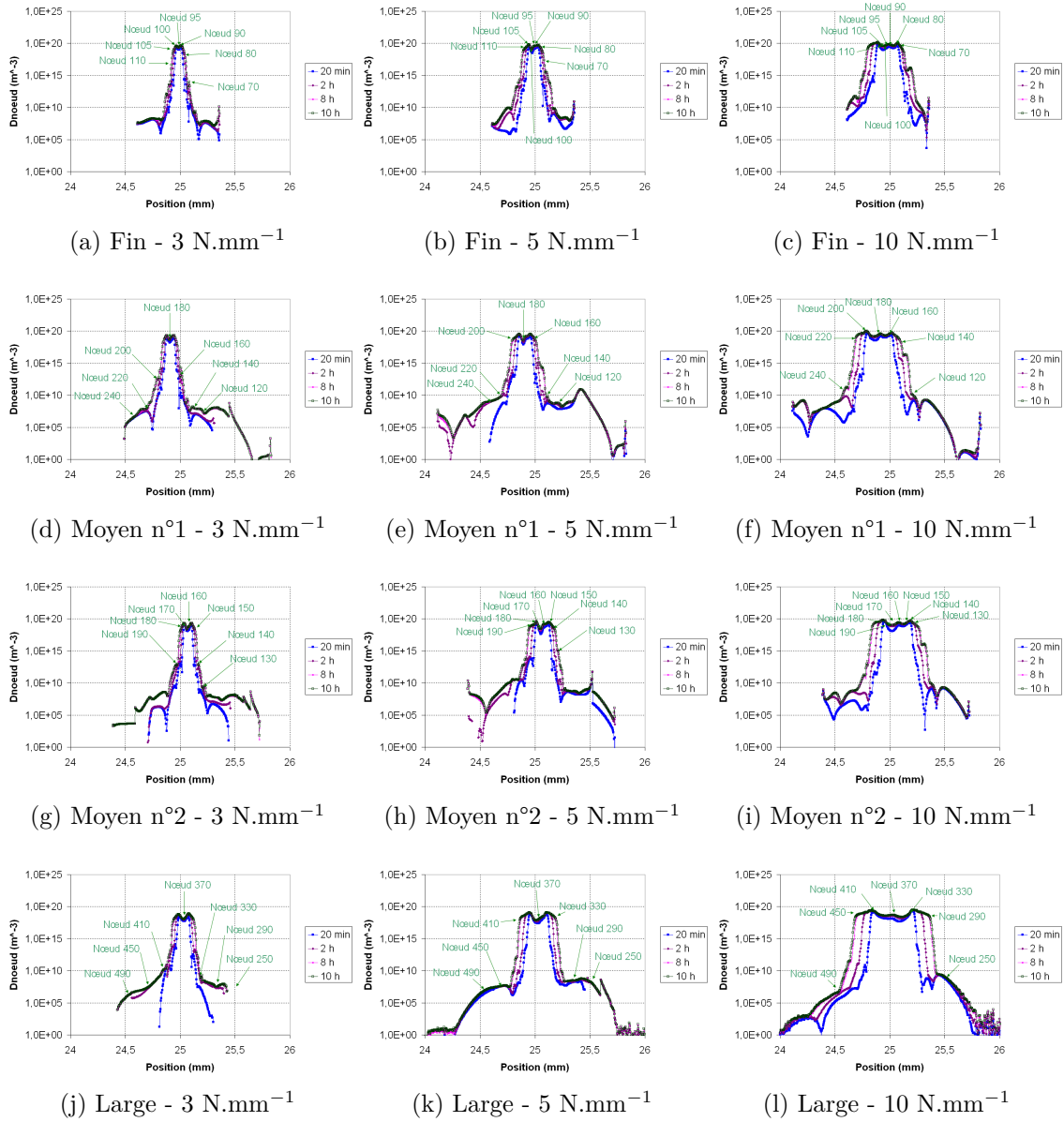
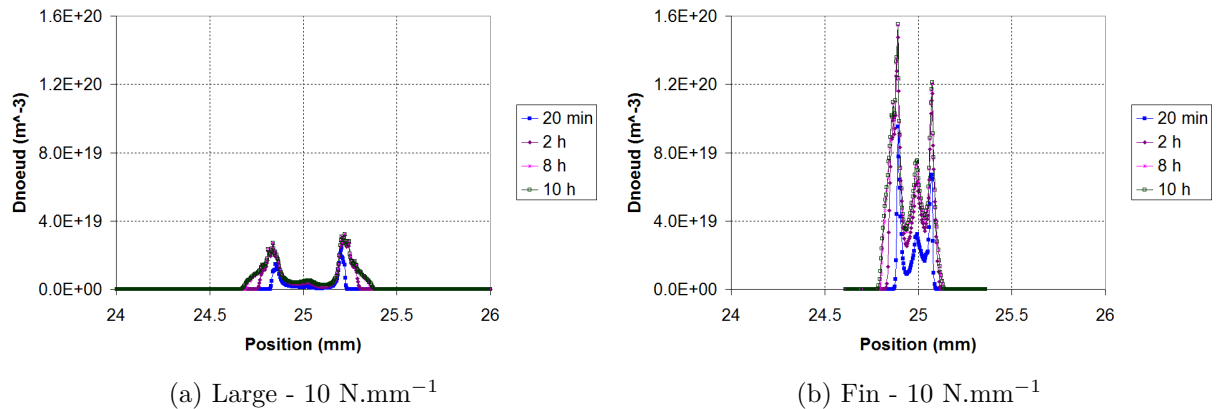


Figure 4.5.3: $D_{nœud}$ en fonction de la position pour les quatre géométries aux trois efforts

Figure 4.5.4: Comparaison entre l'aire de D_{nceud} pour deux géométries

4.5.3 Comparaison entre le débit de fuite expérimental et le modèle

Ces paramètres optimisés du modèle, sont appliqués pour calculer le débit de fuite, Fig. 4.5.5. L'échelle de fuite utilisée est en logarithme afin de pouvoir représenter pour une même géométrie, les différents débits de fuite en fonction de l'effort et pour conserver la même échelle d'une géométrie à l'autre. La fuite est indiquée dans les unités S.I. soit en kg.s^{-1} . Les points représentent la valeur moyenne de la fuite mesurée pour les différents essais et les barres verticales correspondent à la dispersion expérimentale (écart-type). Le débit de fuite calculé à l'aide des coefficients identifiés du modèle est lui représenté sous la forme d'un trait continu. Enfin, le seuil est indiqué afin de visualiser comment chaque type d'expérience vient se placer par rapport à l'objectif du projet, il vaut $3.39\text{e}^{-9} \text{ kg.s}^{-1}$.

Les courbes du débit calculé avec les coefficients optimisés viennent globalement bien se positionner dans la dispersion expérimentale. C'est le cas pour le bossage fin à 3 ou 10 N.mm^{-1} , avec le bossage moyen n°1 à 5 ou 10 N.mm^{-1} , avec le moyen n°2 pour 10 N.mm^{-1} et pour le large avec 3 et 10 N.mm^{-1} . L'écart le plus important est obtenu pour le cas du bossage large à 5 N.mm^{-1} , le débit de fuite mesuré étant de $2.87\text{e}^{-8} \text{ kg.s}^{-1}$ est celui calculé de $1.48\text{e}^{-8} \text{ kg.s}^{-1}$ après 10 h.

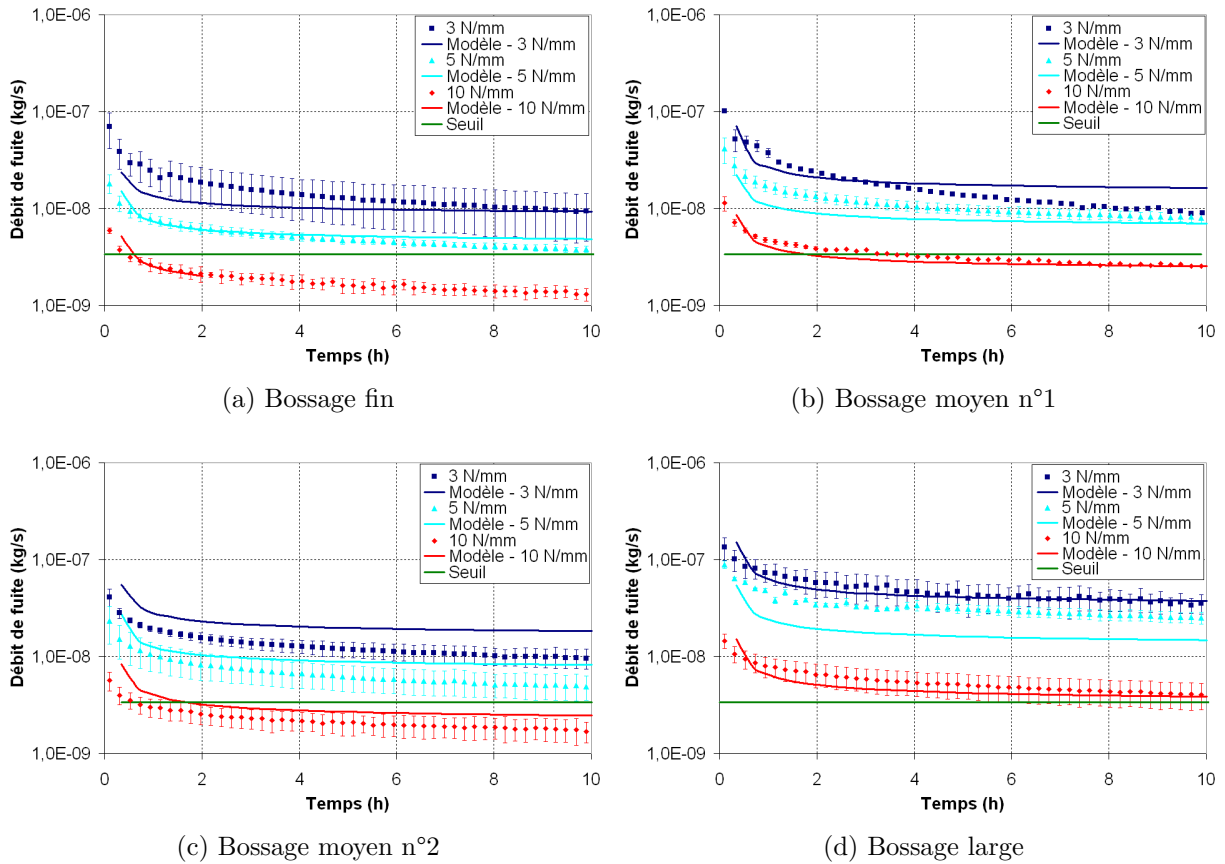


Figure 4.5.5: Comparaison entre le débit de fuite mesuré et calculé avec les coefficients identifiés

4.6 Conclusion

Cette partie a permis de montrer qu'il était possible dans un premier temps, à partir d'un modèle simple d'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux, de calculer le débit de fuite en fonction de paramètres géométriques du milieu, de la pression et des caractéristiques du fluide. Puis à partir d'un modèle de bouchage des cavités inspiré des modèles d'endommagement de fluage, de calculer ce débit de fuite en fonction de paramètres mécaniques que sont la contrainte axiale et de déformation plastique cumulée. Enfin, une approche permettant l'optimisation et le calcul de trois coefficients λ , α et β tels que $\frac{\delta}{2Q_m}(P_e^2 - P_i^2)$ et $\int_{r_i}^{r_e} \frac{D_{neceud}}{r} dr$ soient les plus proches possibles quels que soient les cas étudiés a été développée. Avec ces coefficients optimisés, $\lambda = 2.06e^{14} m^{-3}$, $\alpha = 3.49$ et $\beta = -9.69e^{-1}$, le débit de fuite prévu par le modèle est relativement proche de la fuite mesurée.

Il s'agit maintenant de faire varier les paramètres expérimentaux de température, de

pression, de chargement, de gaz et de géométrie afin de valider le modèle et de voir dans quelles limites il est applicable.

Chapter 5

Validation du modèle et étude de cas

Le modèle de fuite a été optimisé sur 4 géométries différentes à 3 niveaux d'efforts. Dans cette partie, la validité du modèle sur de nouveaux cas de figures sera investiguée afin de tester son domaine d'application et ses limites. Ainsi, différents tests sont exposés dans ce chapitre où la stratégie de chargement, la pression, la température, la nature du gaz ou encore la géométrie ont été modifiées.

5.1 Effet de l'historique de chargement

Jusqu'à présent, les essais ont été faits en maintenant pendant 10 h un effort constant. Pour les essais présentés ici, la stratégie a été modifiée. Dans la première section, l'effort est progressivement augmenté par paliers de 10 h de 3 à 5 puis à 10 N.mm^{-1} . Ensuite, dans la deuxième section, l'effort est diminué en partant de 5 N.mm^{-1} puis 3 et enfin 1 N.mm^{-1} . L'intérêt de cette partie est de vérifier la dépendance à la déformation plastique cumulée p du modèle. Cette partie doit aussi permettre d'envisager une nouvelle stratégie de chargement pour l'EVHT de manière à protéger les cellules électrochimiques qui sont extrêmement fragiles.

5.1.1 Chargement croissant

5.1.1.1 Résultats expérimentaux

Dans ce paragraphe, l'effort a donc été augmenté, par paliers de 10 h de 3 à 5 puis 10 N.mm^{-1} . Trois des géométries : large, fin et moyen n°2 ont été testées deux fois chacune. Ces essais sont reportés sur la Fig. 5.1.1. Pour les trois géométries différentes, les paliers de 10 h permettent de stabiliser le débit de fuite et les sauts d'effort entraînent une brusque chute de cette fuite.

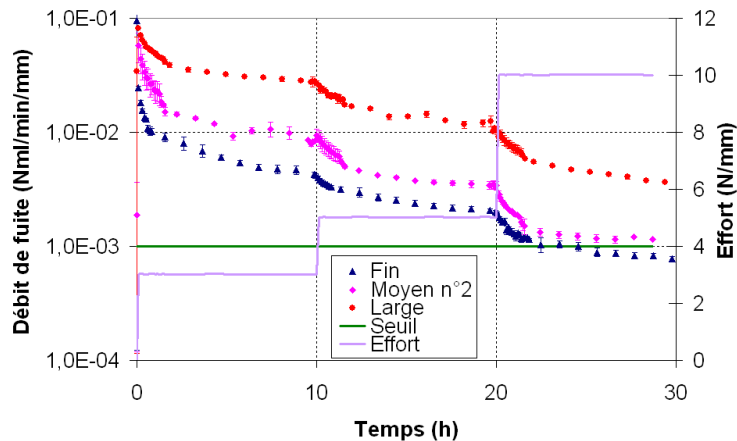


Figure 5.1.1: Effet d'un chargement croissant sur le débit de fuite

5.1.1.2 Résultats numériques

Rappelons que les calculs ont été faits en considérant une répartition homogène de l'effort sur tout le périmètre du joint. En comparaison des calculs du Chap. 3, le maillage a été allégé afin de diminuer le temps de calcul. En effet, en passant à des temps de chargement de 30 h, les temps de calcul peuvent alors atteindre des durées supérieures au mois pour le maillage large qui est celui possédant le plus grand nombre de mailles. Même si le nombre de maille dans la zone de contact a été diminué, les résultats obtenus restent tout à fait acceptables, voir l'Annexe A.

Pour les différentes géométries, l'évolution de la déformée au cours du chargement est tracée ainsi que des comparaisons entre le calcul et la mesure effectuée par profilométrie laser ou optique, Fig. 5.1.2. La déformée calculée est tracée à différents temps : après la mise en charge, puis après 20 min, 10 h et 20 h de maintien et enfin après le déchargement. Pour tous les bossages, la profondeur de la déformée augmente fortement avec l'effort appliqué et avec le temps de chargement. Passant par exemple de 9 à 33 μm sur la géométrie fine entre 20 h et 30 h. Les mesures montrent que la profondeur n'est pas la même dans toutes les zones de mesure, indiquant que l'effort a été mal réparti au cours de l'essai. C'est notamment le cas de la zone 3 pour le bossage fin avec une profondeur de 37 μm alors que la zone 2 ne s'est enfoncée que de 15 μm . C'est aussi le cas de la zone 2 pour l'essai avec la géométrie moyen n°2 ou de la zone 1 avec la large. Lorsque l'on prend la moyenne de ces profondeurs sur les quatre zones, le calcul est en bonne adéquation avec les mesures pour les bossages large et moyen n°2. En revanche, le calcul surestime la pénétration dans le joint par le bossage fin comme c'était déjà le cas pour les essais de 10 h à fort chargement, voir le Chap. 3.

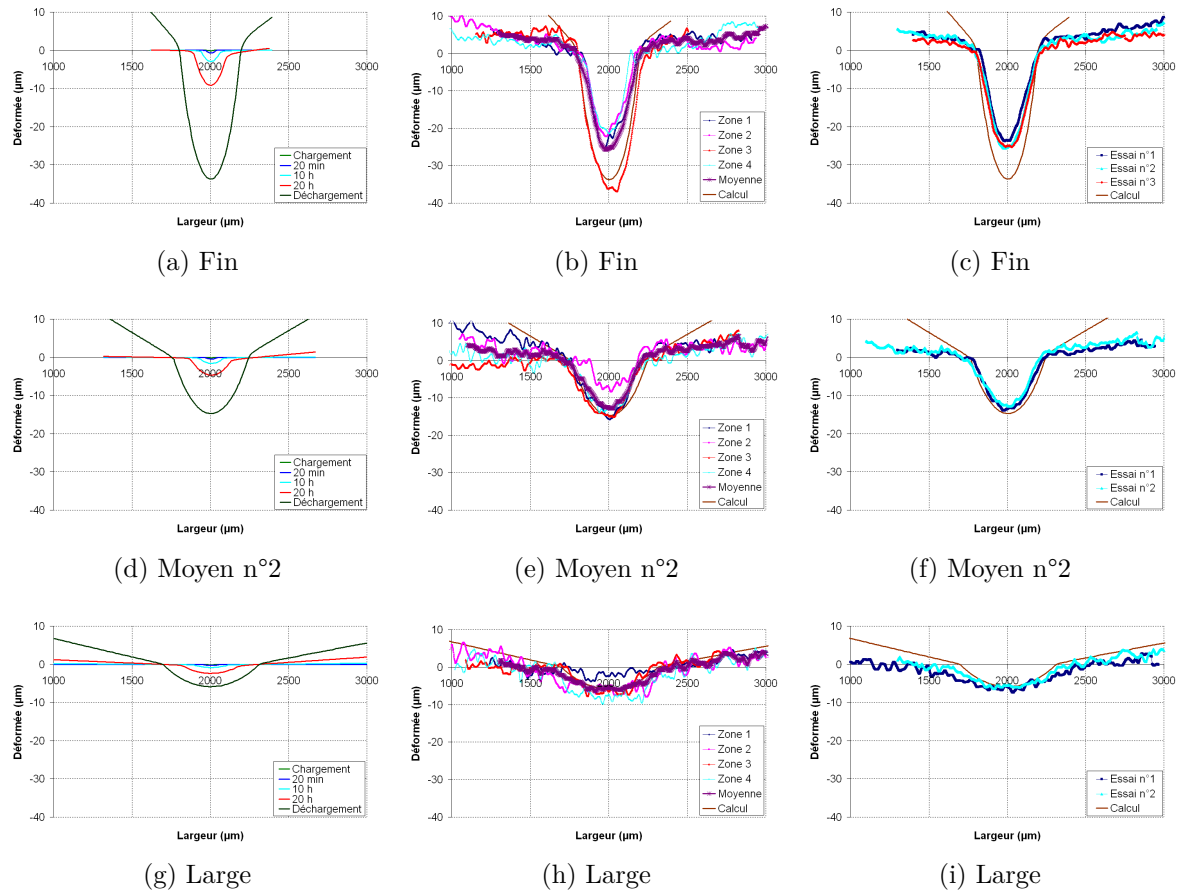


Figure 5.1.2: Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), (d) et (g), comparaison entre les mesures et le calcul (b), (e) et (h) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c), (f) et (i)

Les champs de σ_{zz} sont représentés pour toutes les géométries après le premier chargement, puis après 10 et 30 h de maintien, Fig. 5.1.3. La contrainte est plus élevée au niveau du contact et plus précisément aux bords de ce contact. Le niveau de contrainte diminue ensuite dans l'épaisseur du joint. On voit ici nettement que le niveau de contrainte est plus élevé avec le bossage fin. La déformée du joint est aussi nettement visible après 30 h de chargement ainsi que le soulèvement du joint de chaque côté du contact.

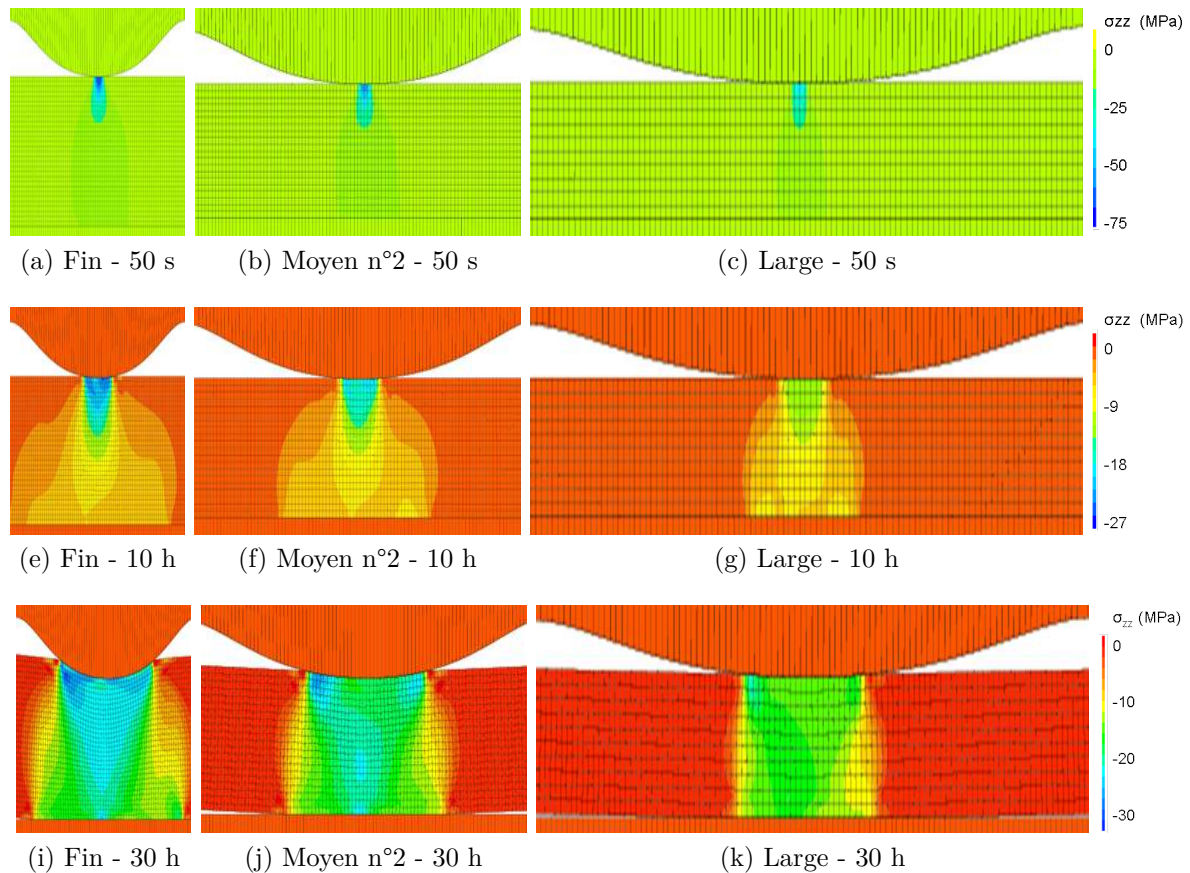


Figure 5.1.3: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries

La distribution des contraintes est maintenant étudiée plus localement, le long du contact entre le joint et la portée supérieure. Sur la figure suivante, Fig. 5.1.4, la contrainte axiale calculée ramenée aux nœuds est tracée en fonction du temps de chargement pour quelques nœuds du contact puis en fonction de la position pour différents temps. Ceci permet de pouvoir comparer l'évolution de σ_{zz} pour des nœuds qui sont initialement au contact comme le n°95 du bossage moyen n°2. Il y a diminution de la contrainte par redistribution dans la zone du contact puis augmentation lorsque le niveau de chargement est augmenté à 5 puis 10 $\text{N}\cdot\text{mm}^{-1}$. Alors que pour des nœuds qui sont plus loin du contact comme le n°110 de la même géométrie, la contrainte est nulle pendant le chargement à 3 $\text{N}\cdot\text{mm}^{-1}$, le nœud n'est pas au contact. Puis dans la deuxième phase de chargement, le nœud arrive progressivement au contact et le niveau de contrainte y augmente. Enfin, dans la troisième phase, le nœud étant déjà au contact tandis que la longueur de contact augmente, sa contrainte diminue par redistribution et par plastification. Les graphiques (b), (d) et (f) nous renseignent sur la distribution des contraintes le long du contact à différents temps. Ils permettent des comparaisons entre géométries sur la longueur de

contact ou le niveau maximal de contrainte par exemple. Ainsi, à un même temps et donc pour un même effort de serrage, la contrainte est naturellement plus élevée lorsque la zone de contact est plus faible. Les contraintes sont alors maximales avec le bossage fin et le contact plus long pour le bossage large.

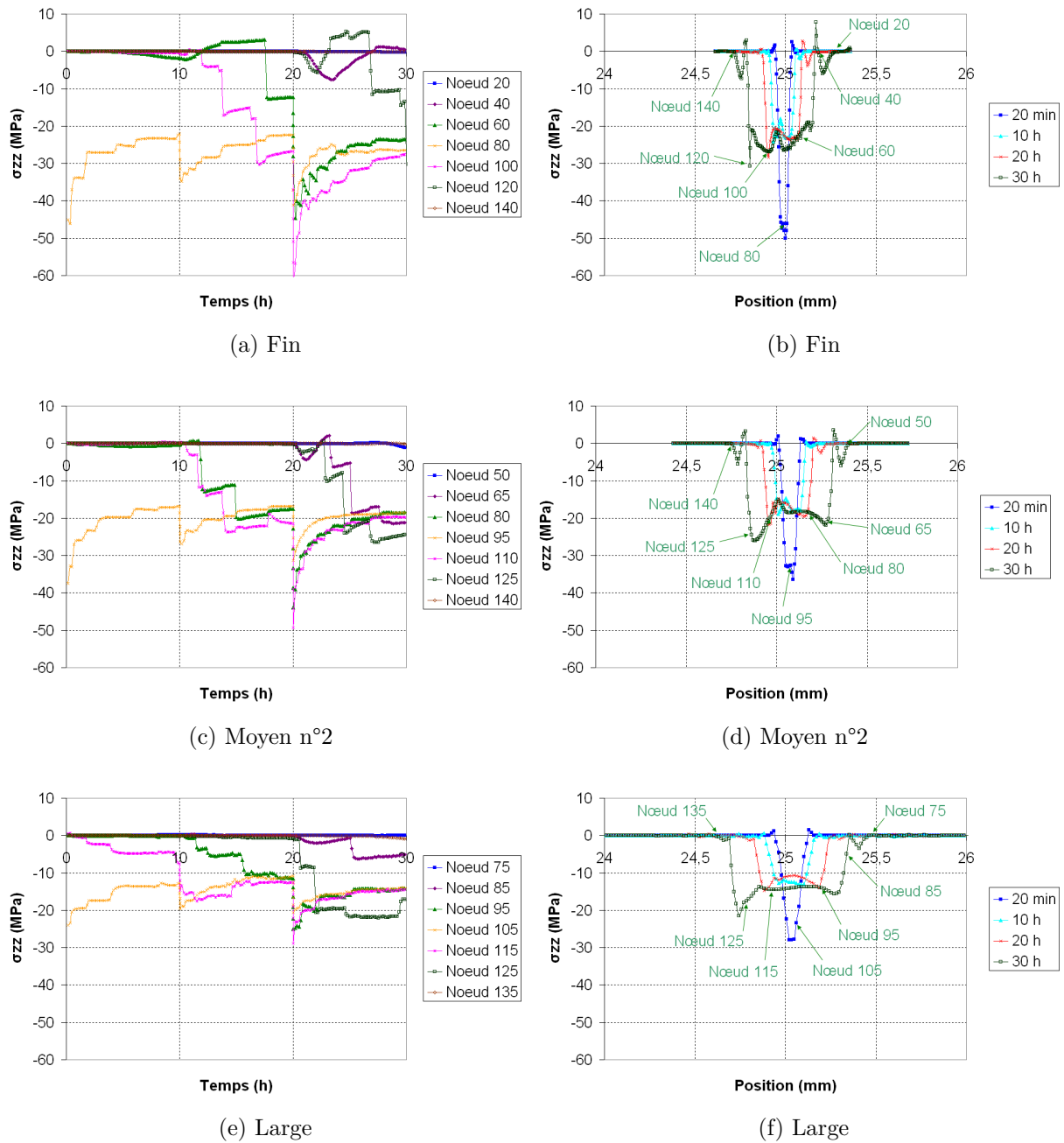


Figure 5.1.4: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries

Sur la Fig. 5.1.5, ce sont les champs de p qui sont représentés. La déformation plastique cumulée est plus élevée au cœur du joint, sous le contact. Des niveaux élevés sont aussi localisés aux extrémités du contact nouvellement formé. p n'étant pas nulle en dehors

du contact, le rôle de σ_{zz} est prépondérant pour “éliminer” ces points dans le calcul de $D_{nœud}$.

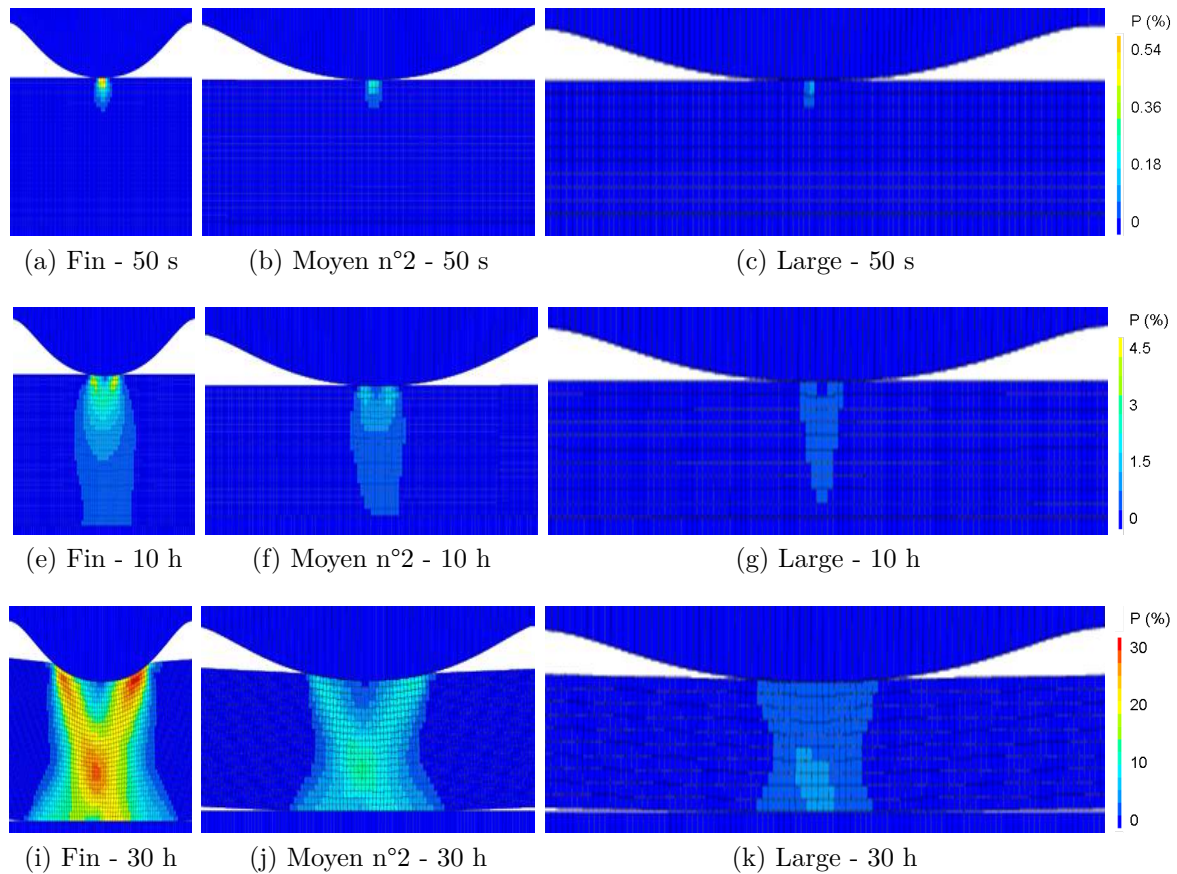


Figure 5.1.5: Champs de p au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries

De même que pour σ_{zz} , la déformation plastique cumulée p est représentée en fonction du temps de chargement et de la position, Fig. 5.1.6. Ici aussi, on peut comparer l'évolution de p entre un nœud qui va être au contact dès le début et un nœud qui le sera plus tard. En reprenant l'exemple du n°95 du bossage moyen n°2, on voit que la déformation plastique est pratiquement constante pendant les 30 h avec de faibles augmentations aux différents paliers. Le n°110 lui a une déformation plastique nulle pendant le premier palier, puis elle augmente pendant le second lorsqu'il entre au contact avant de stagner au cours du troisième palier une fois que le contact a été établi. Sur les graphiques où p est tracé en fonction de la position, on peut voir la très forte augmentation entre les différents niveaux d'effort, l'augmentation est particulièrement importante au passage de 20 à 30 h pour le bossage fin. Cette évolution est à rapprocher de celle de la déformée du joint par le bossage de la Fig. 5.1.2. Le niveau de déformation

plastique atteint est très important, d'environ 28 % pour le fin alors qu'il n'atteint que 2 % avec le bossage large malgré les 30 h de chargement.

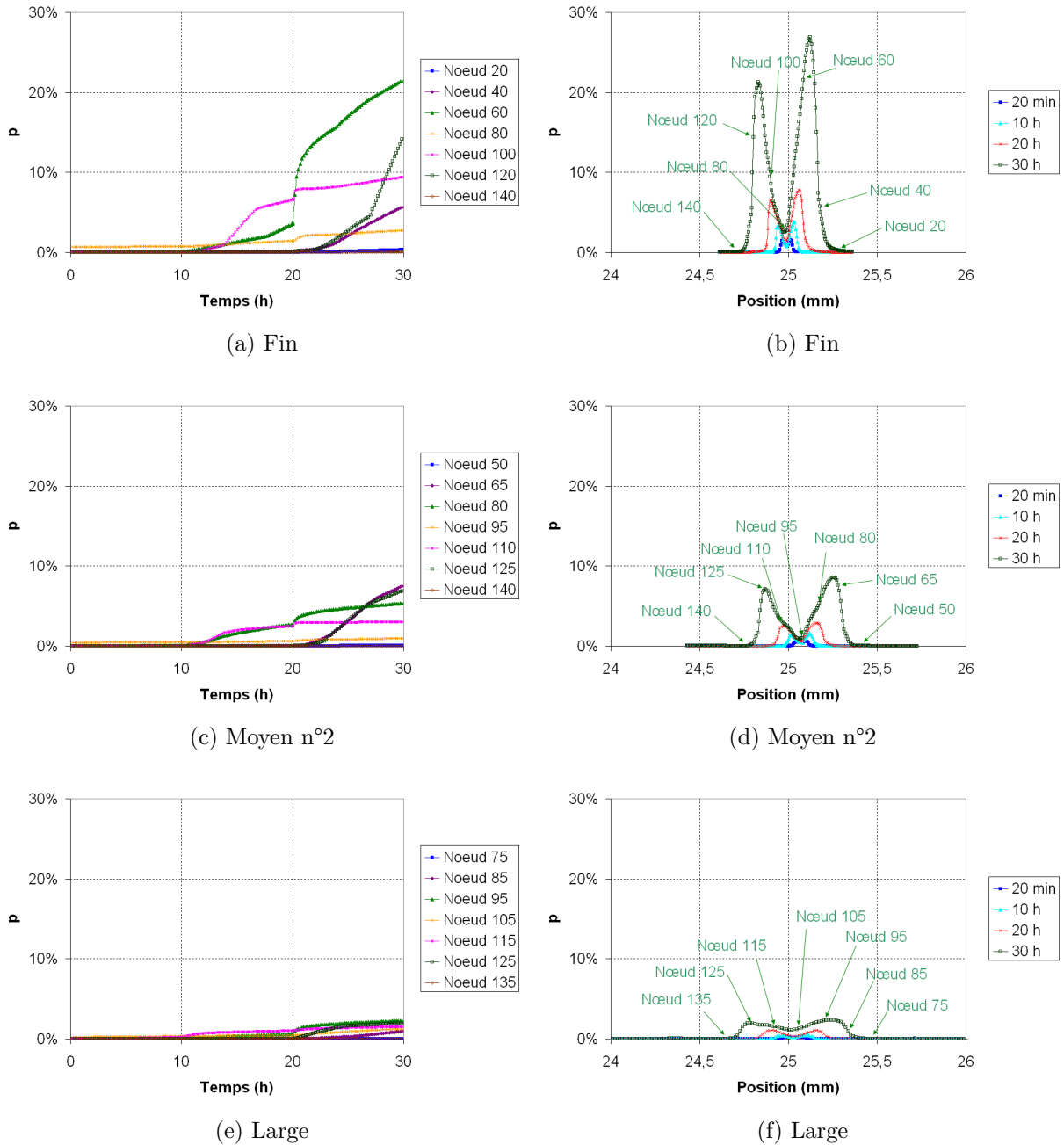


Figure 5.1.6: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries

5.1.1.3 Résultats du modèle

Il s'agit dans cette partie de voir quelle est l'influence des champs mécaniques locaux sur le débit de fuite. Sur le même principe que précédemment, $D_{nœud}$ qui a été calculé avec les paramètres optimisés du modèle est tracé suivant le temps de chargement et de la position avec une échelle logarithmique, Fig. 5.1.7. On peut ainsi voir l'apport de chaque nœud à l'étanchéité selon le temps du chargement. Toujours en prenant l'exemple du nœud 95 de la géométrie moyen n°2, on constate que la valeur de $D_{nœud}$ en ce nœud évolue peu dans le temps. Comme il est au contact dès le début, sa contribution à l'étanchéité est constante. Une diminution du débit de fuite ne peut alors se faire qu'en augmentant la longueur de contact et donc en permettant à d'autres nœuds d'y contribuer. Cet apport peut alors être effectué par des nœuds plus lointains comme le n°110 où sa valeur de $D_{nœud}$ est initialement très faible, il ne participe alors pas à l'étanchéité. Mais lorsqu'il arrive au contact, $D_{nœud}$ augmente fortement jusqu'à atteindre le niveau du nœud 95 et ensuite stagne une fois le contact créé. Sur les graphiques de droite, on peut voir que si le nombre de nœud qui est au contact est plus important avec le bossage large, les valeurs maximales de $D_{nœud}$ sont atteintes avec le bossage fin. Cela permet de mettre en évidence les effets ici prépondérants du chargement (p et σ_{zz}) devant la longueur de contact. Le débit de fuite calculé suivant le modèle étant l'intégrale de $D_{nœud}$, c'est donc pour le bossage fin que l'étanchéité sera la meilleure.

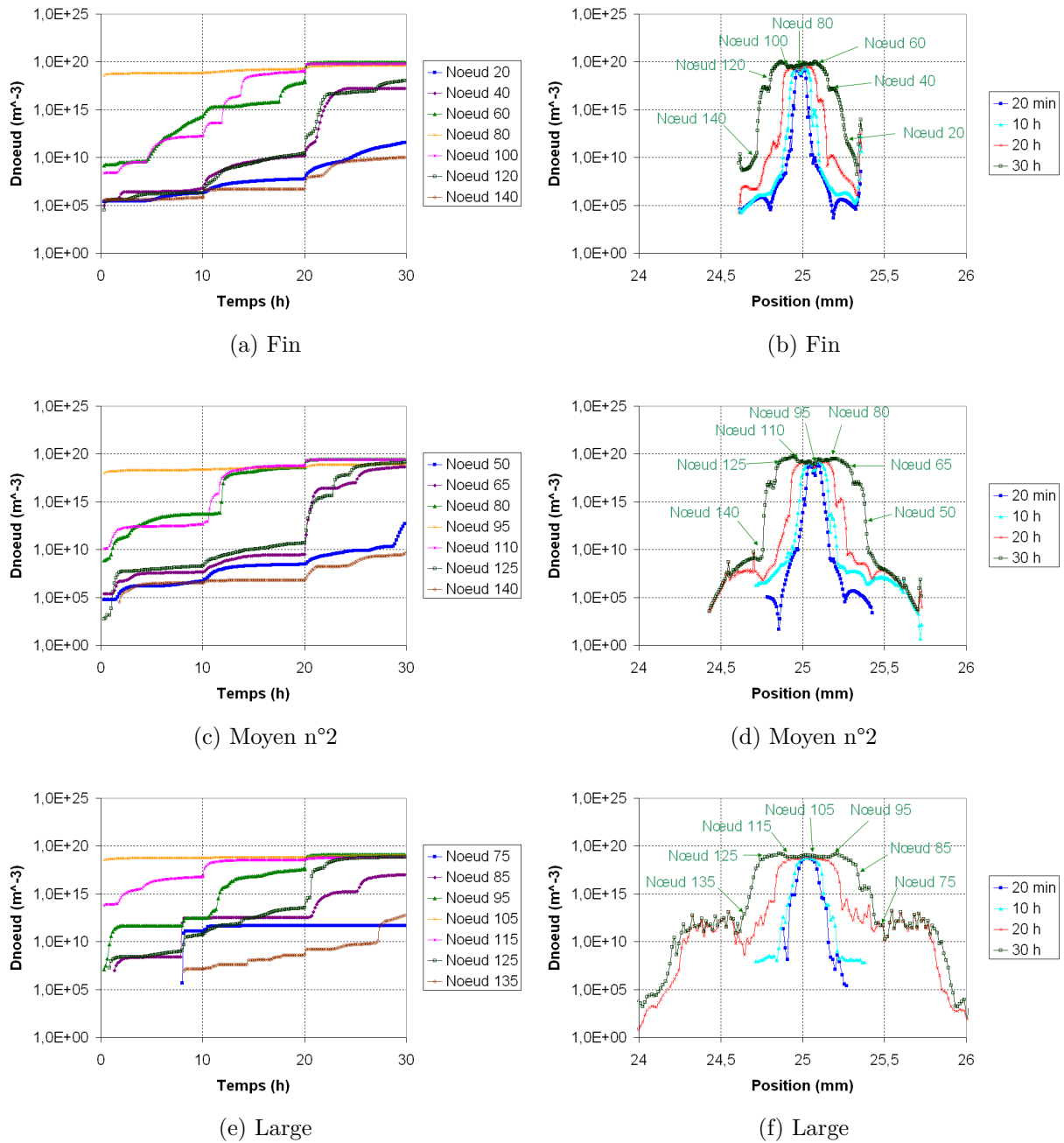


Figure 5.1.7: D_{noeud} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries

Finalement, le modèle est appliqué sur ce cas de chargement de 30 h à effort croissant, Fig. 5.1.8. Le débit de fuite est calculé en utilisant les coefficients qui ont été optimisés pour le modèle : $\lambda=2.06e^{14} \text{ m}^{-3}$, $\alpha=3.49$ et $\beta=-9.69e^{-1}$. L'adéquation entre le modèle

et l'expérience est bonne. Le modèle se montre apte à suivre l'augmentation du niveau d'effort appliqué pour les trois géométries présentées. Les sauts de débit de fuite aux changements de paliers, correspondant à une augmentation de D_{noeud} , sont correctement reproduits ainsi que la stabilisation après plusieurs heures de maintien.

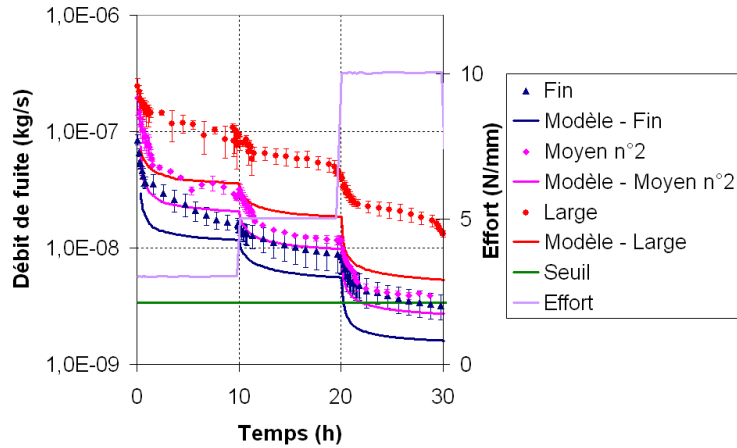


Figure 5.1.8: Influence d'un chargement croissant sur le modèle

5.1.2 Chargement décroissant

5.1.2.1 Résultats expérimentaux

Cette fois ci, le chargement est diminué progressivement de 5 à 3 puis 1 N.mm^{-1} par paliers de 10 h. Les essais ont déjà été présentés dans la partie 4.3.1.3 pour justifier le choix de créer un modèle qui soit dépendant de l'histoire du chargement et de tenir ainsi compte du rôle de la déformation plastique cumulée. Pour rappel, en diminuant l'effort de serrage à 3 N.mm^{-1} , le niveau d'étanchéité est maintenu. En revanche, pour les géométries fin et large, il y a une perte d'étanchéité si l'effort est diminué jusqu'à 1 N.mm^{-1} . Ce qui n'est pas le cas avec le bossage moyen n°2 où le débit de fuite demeure constant, voir Fig. 5.1.9.

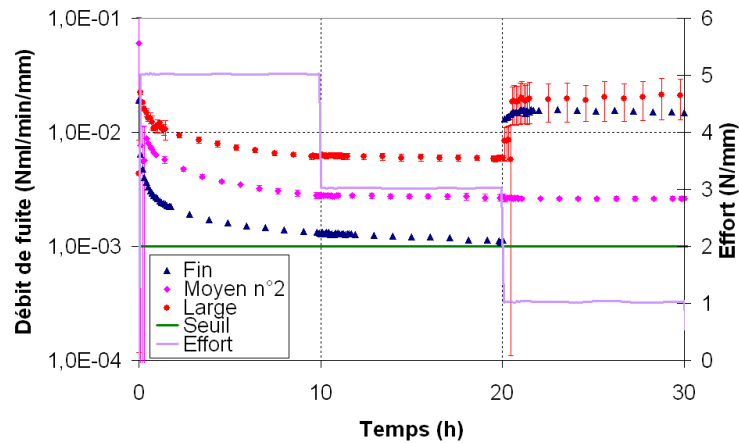


Figure 5.1.9: Effet d'un chargement décroissant sur le débit de fuite

5.1.2.2 Résultats numériques

Comme pour les calculs à chargement croissant de 30 h, ici aussi la finesse du maillage a été diminuée dans la zone de contact afin de réduire les temps de calcul. L'allègement entraîne une légère surestimation du débit de fuite dans chacun des cas tout en restant dans les limites acceptables définies dans l'Annexe A.

Sur la Fig. 5.1.10, l'évolution de la déformée suivant le temps de maintien ainsi que la comparaison entre la déformée mesurée et celle calculée sont représentées. Pour tous les chargements, le bossage déforme rapidement le joint pendant le premier palier de 10 h à 5 N.mm^{-1} . On note ensuite que la déformée n'évolue plus entre 10 et 20 h à 3 N.mm^{-1} ni entre 20 h et 30 h à 1 N.mm^{-1} . Avec le léger retour élastique au déchargement, la profondeur de la déformée est alors moins importante à la fin du calcul qu'après 20 h. La mesure du profil dans 4 zones différentes montre que l'effort peut avoir été mal réparti. Cela est d'autant plus marqué entre la zone n°1 pour l'essai avec le bossage fin enfoncée de $16 \mu\text{m}$ et la zone n°2 enfoncée de $3 \mu\text{m}$. Néanmoins, en moyenne, le calcul reproduit bien l'enfoncement mesuré.

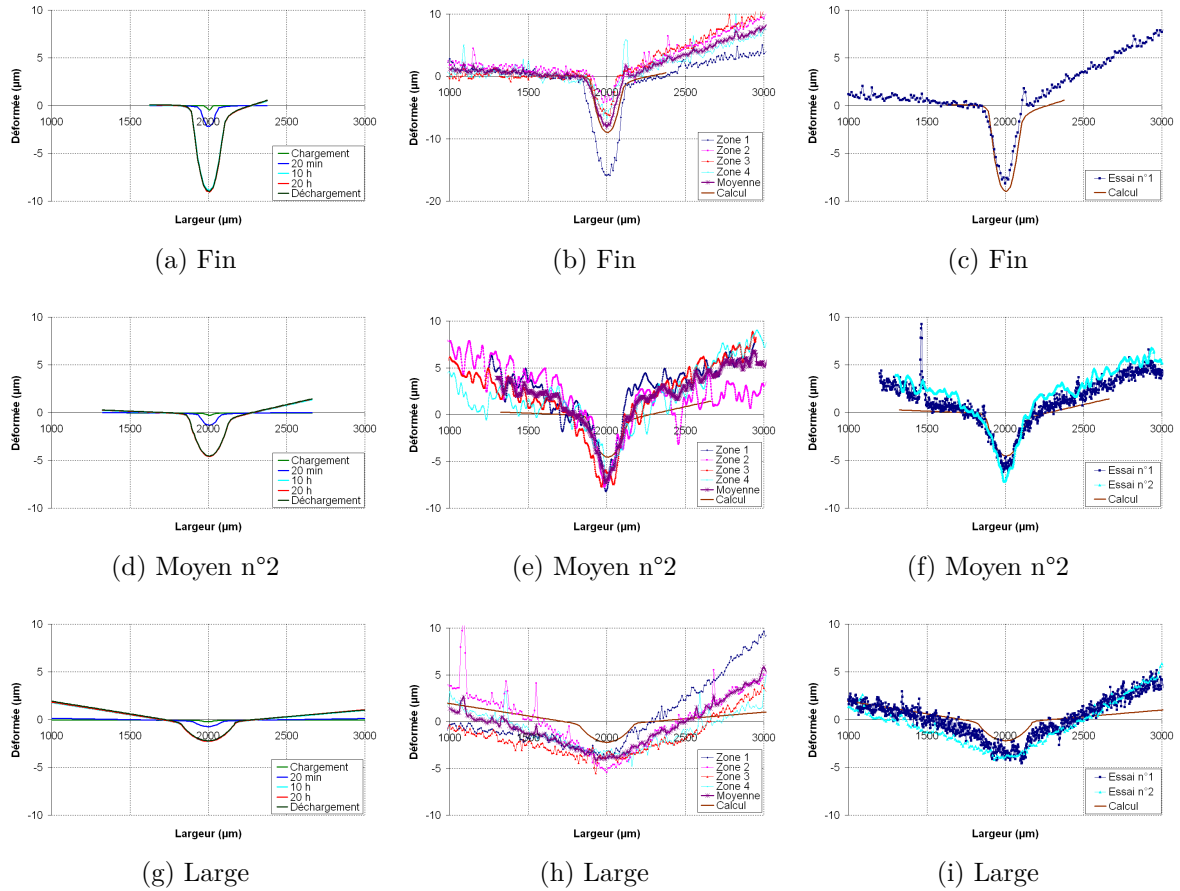


Figure 5.1.10: Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), (d) et (g), comparaison entre les mesures et le calcul (b), (e) et (h) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c), (f) et (i)

Avant d'analyser l'influence de ce type de chargement sur le modèle, il faut d'abord voir comment il va influencer les champs mécaniques locaux. Dans un premier temps, les champs de contrainte axiale à différents temps sont représentés Fig. 5.1.11. Ces champs permettent de voir que les maxima de contrainte sont localisés au niveau de la zone de contact dans le joint et que la contrainte est nulle dans les mailles où le bossage et le joint ne se touchent pas encore. Entre 10 et 30 h, la contrainte maximale chute pour toutes les géométries passant notamment de 30 à 10 MPa pour le calcul avec bossage fin à cause du déchargement progressif de la portée supérieure.

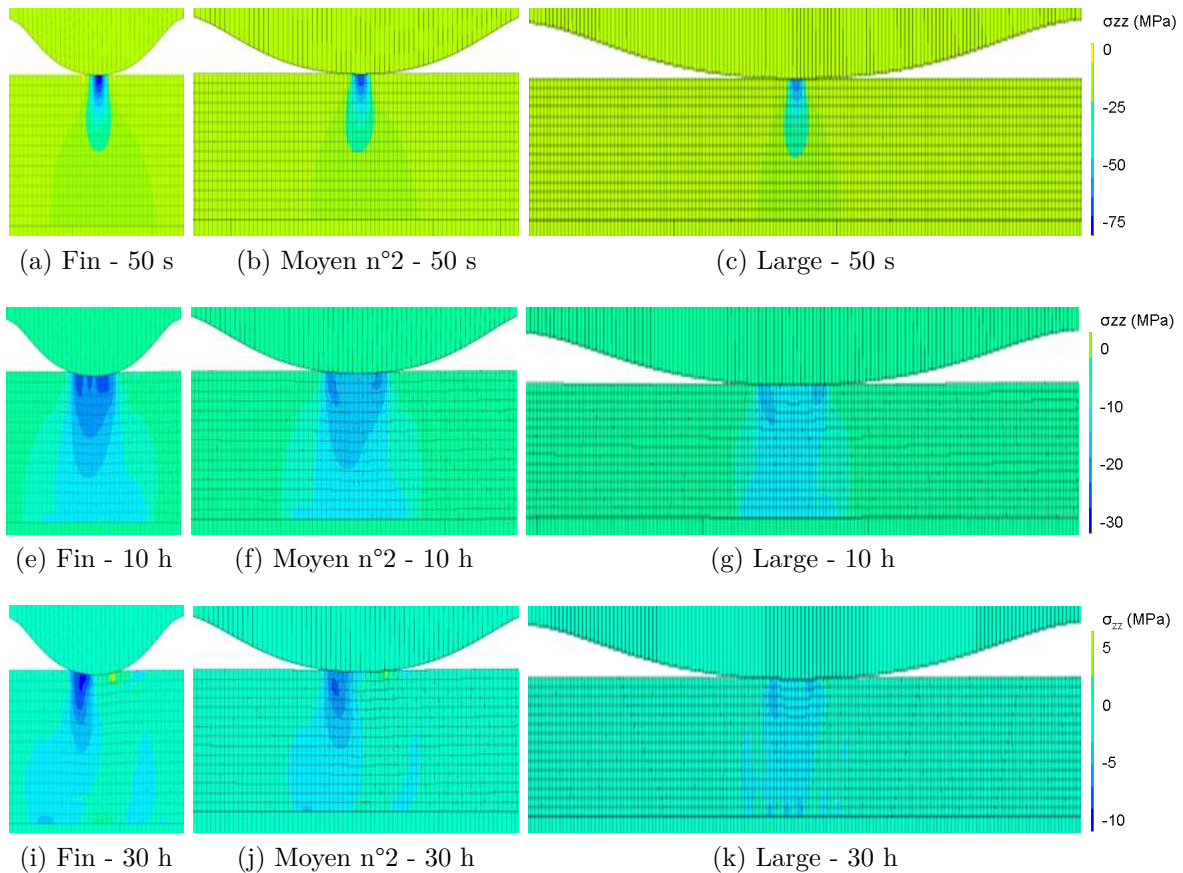


Figure 5.1.11: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries

On s'intéresse maintenant plus précisément à l'évolution de σ_{zz} le long du contact en fonction du temps de chargement et de la position, Fig. 5.1.12. Ces graphiques, comme pour les calculs à chargement croissant, permettent de voir comment les nœuds vont participer au contact et à quel moment. Ainsi, il y a peu d'évolution de la longueur de contact entre le premier palier à 5 N.mm^{-1} et les suivants. Aux deux derniers paliers, il y a peu de redistribution des contraintes. Il y a même une diminution de la longueur de contact après 30 h pour le bossage large, Fig. 5.1.12f. Cela peut expliquer la perte d'étanchéité observée pour ce palier. Pour les nœuds qui sont dès le premier chargement au contact, σ_{zz} diminue pendant le premier palier par redistribution des contraintes lorsque la zone de contact s'élargit. La contrainte diminue ensuite au changement de palier puisque l'effort appliqué est moins important. Enfin, pendant les autres paliers, comme la longueur de contact n'évolue plus, la contrainte est constante. C'est le cas par exemple du nœud 160 pour le bossage large, la contrainte est initialement importante à 28 MPa, diminue pendant le premier palier, chute lors des transitions et reste constante au cours des paliers 2 et 3. Des nœuds situés plus loin du contact initial comme le

n°180 de la même géométrie ont une contrainte nulle lorsqu'il n'y a pas contact, puis σ_{zz} augmente lorsque le contact se crée. Ensuite, comme pour le nœud précédent, la contrainte va évoluer de la même façon, diminuant lors des changements d'effort et stagnant lorsque cet effort est maintenu.

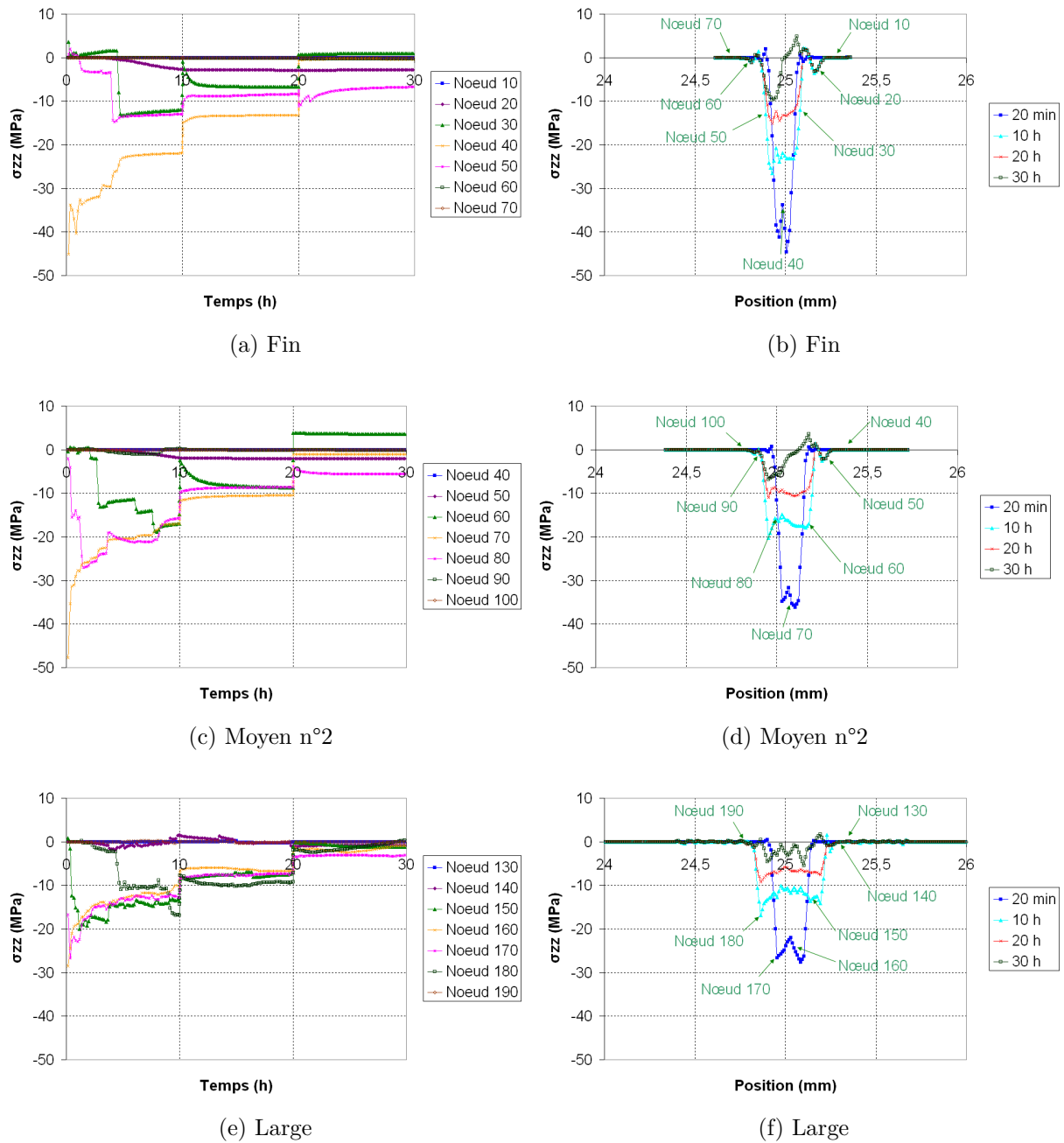


Figure 5.1.12: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries

Dans un deuxième temps, ce sont les champs de p pour différents temps qui sont tracés, Fig. 5.1.13. La déformation plastique augmente beaucoup entre le chargement et les 10 h de maintien à 5 N.mm^{-1} . En revanche, lorsqu'il y a déchargement entre 10

et 30 h la déformation plastique cumulée n'évolue pas dans le joint, les champs sont presque identiques entre ces deux temps. Ceci explique que la déformée calculée n'ait alors pas changé de 10 h à 30 h de serrage.

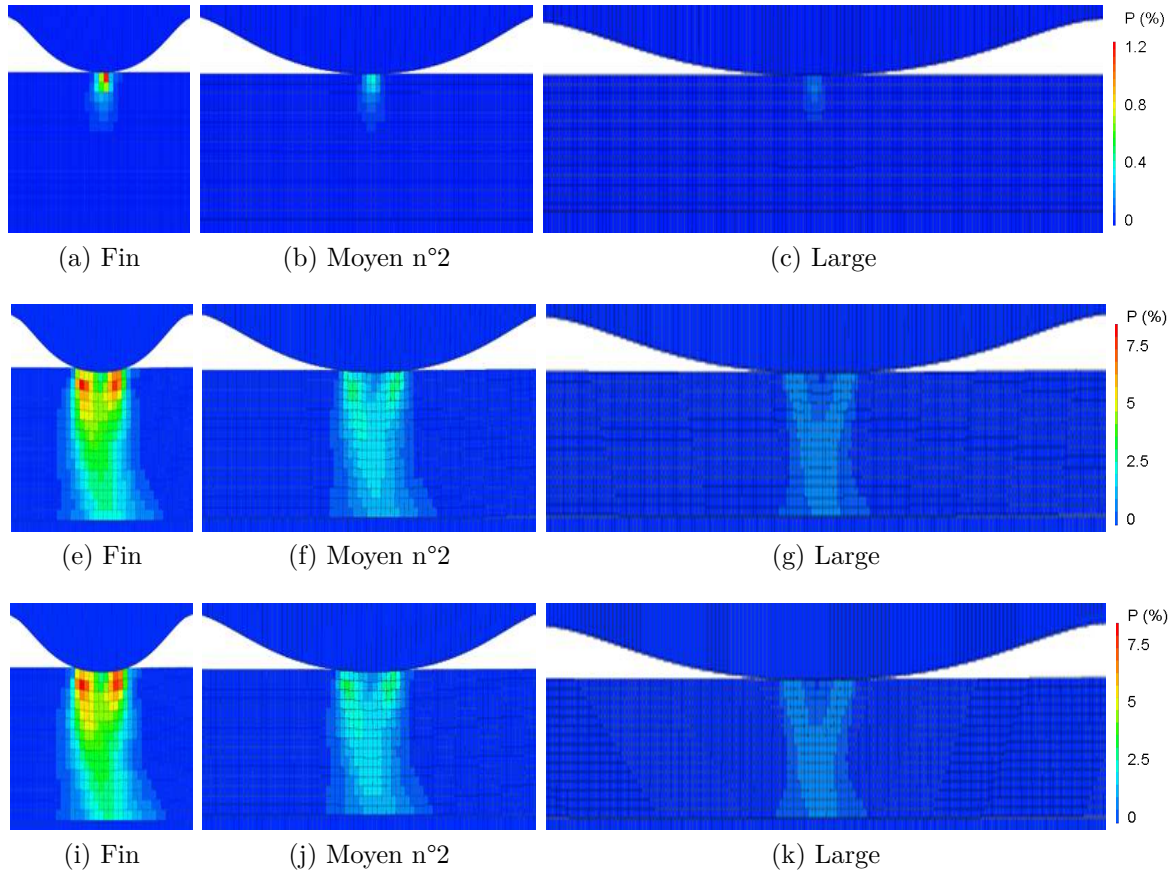


Figure 5.1.13: Champs de p au chargement (a), (b) et (c) après 10 h (e), (f) et (g) et après 30 h (i), (j) et (k) pour les trois géométries

Comme pour la contrainte axiale, la déformation plastique est représentée selon le temps de chargement et la position le long du contact, Fig. 5.1.14. On retrouve bien que p n'a pratiquement pas changé entre 10 et 30 h, les courbes sur les graphiques (b), (d) et (f) se superposent entre ces temps. En reprenant les exemples des nœuds 160 et 180 du bossage large, pour un nœud au contact au chargement, p n'augmente pas tout au long du serrage alors que pour le nœud 180, p est nulle initialement, augmente lorsque se produit le contact et se maintient quand l'effort appliqué diminue.

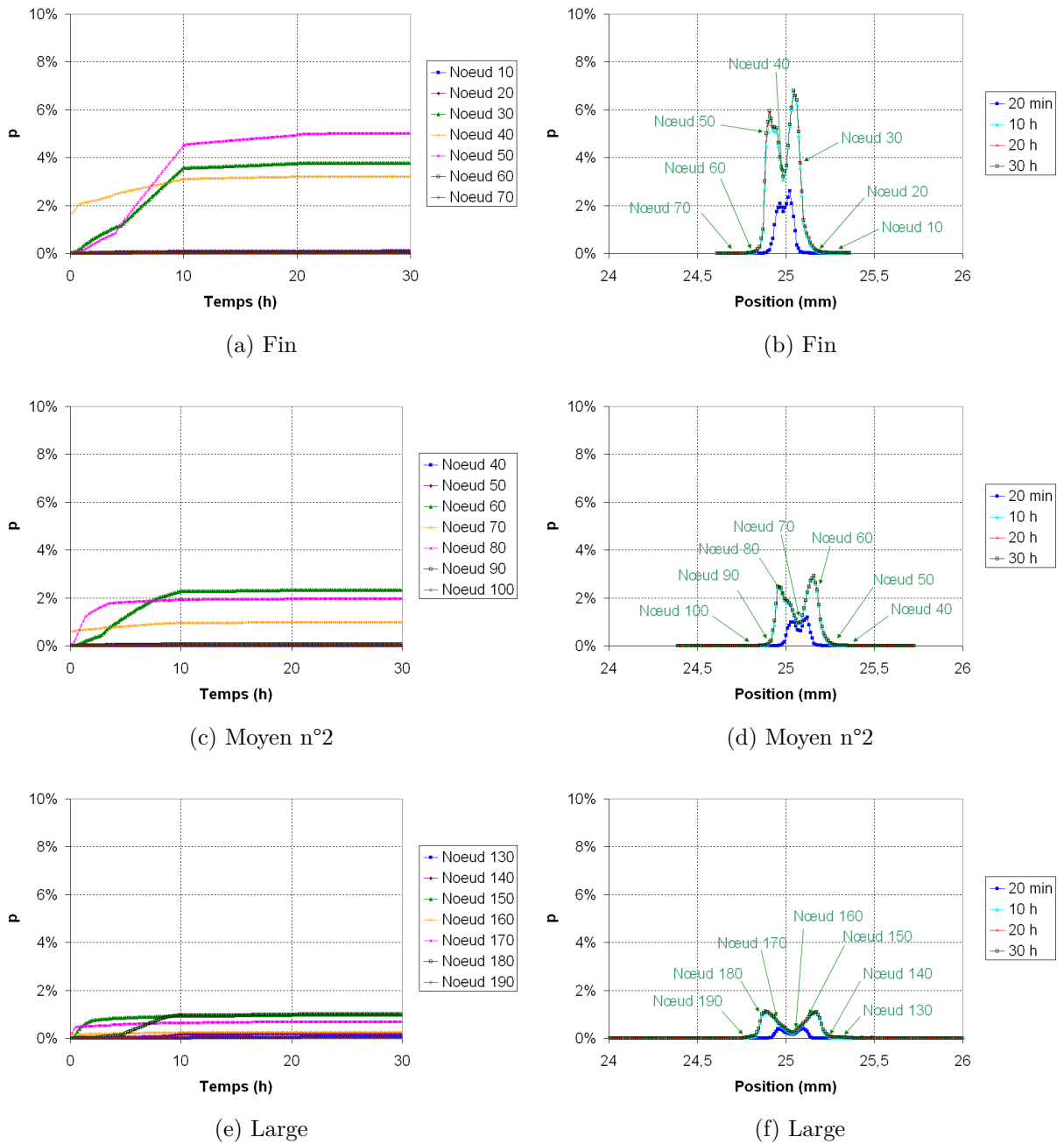


Figure 5.1.14: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries

5.1.2.3 Résultats du modèle

Après avoir étudié l'influence de ce type de chargement sur les champs mécaniques locaux, il faut regarder l'effet que cela a sur le modèle. $D_{nœud}$ qui a été calculé avec les paramètres optimisés du modèle est tracé comme pour p et σ_{zz} en fonction du temps de maintien et de la position, Fig. 5.1.15. Etant donné que le calcul de $D_{nœud}$ se fait en intégrant selon p , on retrouve la même évolution que pour la déformation plastique cumulée : $D_{nœud}$ n'évolue pas de 10 à 30 h. Cela signifie que le débit de fuite calculé en fonction de $D_{nœud}$ sera le même entre ces deux instants. Toujours pour les mêmes exemples de nœud, le n°160 a une valeur de $D_{nœud}$ constante pendant tout le calcul, son apport à l'étanchéité sera donc aussi constant. Pour le n°180, $D_{nœud}$ augmente lorsque le nœud vient au contact, atteint une valeur équivalente à celle du nœud 160 et stagne ensuite. Après 7 h, ces deux nœuds auront des apports équivalents à l'étanchéité.

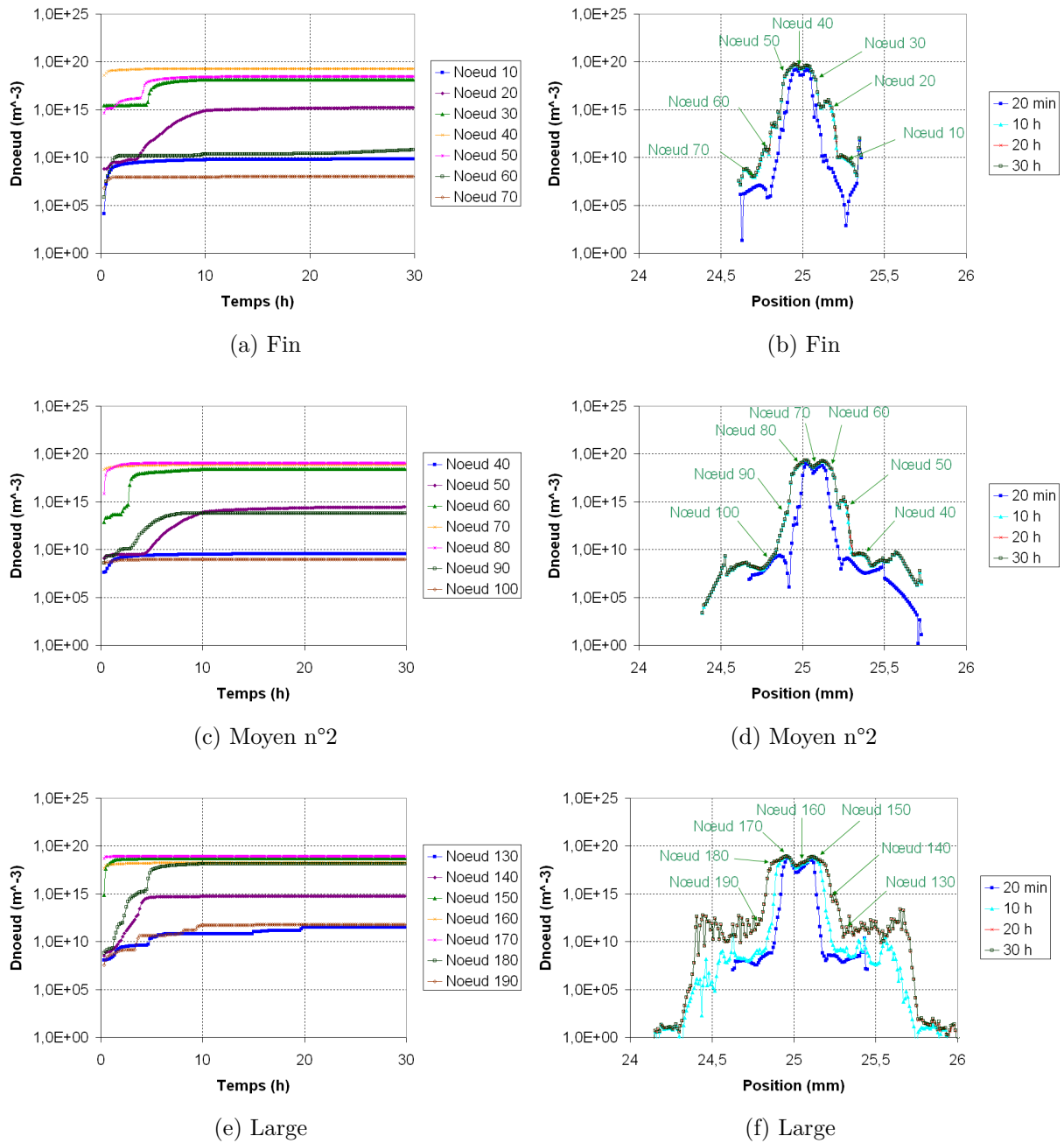


Figure 5.1.15: D_{noeud} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour différentes géométries

Alors que les essais ont montré que le débit de fuite restait stable au passage de 5 à 3 N.mm⁻¹, le modèle reproduit bien cette stabilité. La stabilité est liée au fait que lorsque le niveau d'effort appliqué diminue, p n'augmente plus, en conséquence D_{noeud}

est stable et le débit de fuite sera constant même si le niveau de contrainte au contact a diminué. En revanche, si expérimentalement, la fuite peut augmenter si l'effort est grandement diminué au passage à 1 N.mm^{-1} , sauf pour le bossage moyen n°2, le modèle ne reproduit pas ce saut. Le modèle étant écrit en incrémentant sur la déformation plastique cumulée, une diminution de la longueur de contact ou une forte diminution des contraintes ne sont alors pas prises en compte. Cela pourrait impliquer la nécessité d'inclure dans le modèle une condition de seuil sur la contrainte σ_{zz} . Lorsque celle-ci repasserait en dessous d'une certaine valeur dans la zone de contact, l'étanchéité serait alors en partie perdue.

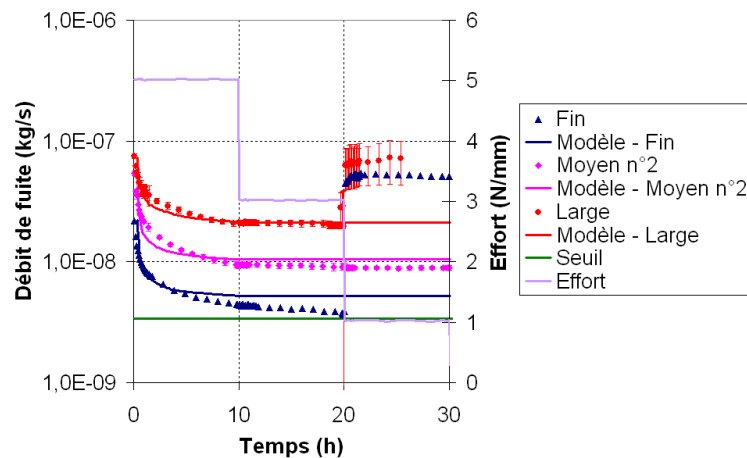


Figure 5.1.16: Influence d'un chargement décroissant sur le modèle

Cette partie montre tout l'intérêt de la stratégie choisie pour le chargement. Comme constaté ici, il est possible d'établir l'étanchéité avec un serrage important pour ensuite diminuer l'effort tout en conservant un même débit de fuite et limiter ainsi l'enfoncement au cours du temps par fluage. Cet enfoncement peut en effet poser des problèmes de conception pour l'ensemble de l'empilement. Dans un empilement réel de cellules dans un EVHT ou un SOFC, le déplacement du joint lié à son écrasement est limité par les différentes pièces de l'empilement. Cela conduit à fixer l'écrasement maximal du joint qui va, dans ce cas, fonctionner en relaxation. L'effort appliqué diminue alors nettement au cours du temps. Les résultats obtenus ici montrent que l'étanchéité ne serait pas perdue, à condition de ne pas desserrer totalement.

5.2 Effet de la pression

Les essais ayant conduit à l'optimisation du modèle ont été menés en imposant une surpression de 200 mbar dans la zone à étancher entre la portée et le joint. L'intérêt de

cette partie est de valider la dépendance du débit de fuite du modèle à la pression, liée à une différence des pressions au carré, Eq. 5.2.1.

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}} (P_e^2 - P_i^2) \quad (5.2.1)$$

5.2.1 Résultats expérimentaux

Le dispositif expérimental permet de mener des essais avec des surpressions allant de 50 à 1000 mbar. C'est donc dans cette gamme que le modèle a été testé. Il est à noter que changer le niveau de surpression implique de changer, en parallèle, le niveau d'effort qui est appliqué, afin de tenir compte du changement d'effet de fond. De même, pour avoir à éviter de mener un nouveau calcul pour chaque pression, il convient d'avoir $P_{réelle}$ qui soit constant afin d'appliquer le modèle dans de bonnes conditions. Par exemple, avec une surpression de 200 mbar et un effort de 10 N.mm^{-1} sur un diamètre de contact de 50 mm, la force appliquée est de 1570 N. En passant à 50 mbar de surpression et pour un même effort, la force à appliquer doit alors être de 1540 N. Ainsi le calcul précédemment mené pour 200 mbar sera encore utilisable avec 50 mbar puisque $P_{réelle}$ est la même dans tous les cas. Ceci est possible car l'effort de serrage est bien appliqué après l'introduction du gaz.

L'effet de la pression a été testé sur le bossage moyen n°2. Tout en maintenant constant $P_{réelle}$ comme expliqué, une surpression de 50, 100, 200, 300, 500, 800 et 1000 mbar par paliers de 2 h et pour un effort de 10 N.mm^{-1} est appliquée, Fig. 5.2.1. L'augmentation de la pression favorise comme attendu la fuite. Celle-ci augmente par paliers, à mesure que la pression augmente.

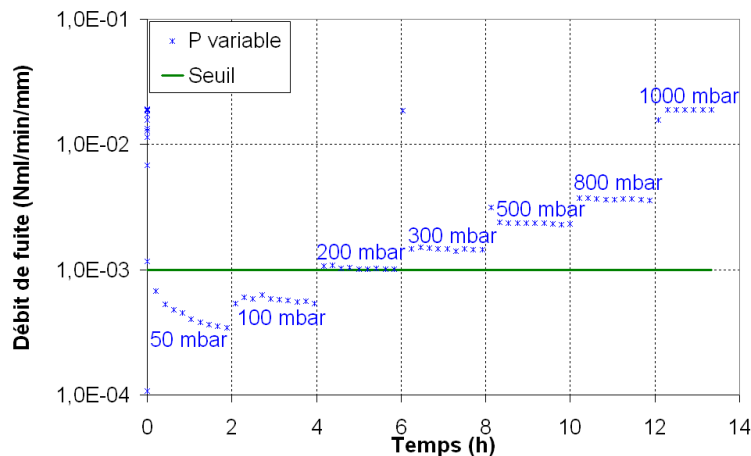


Figure 5.2.1: Effet du changement de pression sur le débit de fuite

5.2.2 Résultats du modèle

Le calcul déjà disponible sur le bossage moyen n°2 à 10 N.mm^{-1} peut être utilisé puisque la force vue par l'échantillon est restée constante. Il n'est donc pas nécessaire de refaire un calcul pour voir l'effet d'un changement de pression sur le modèle. Il suffit de changer la valeur de P_i dans l'Eq. 5.2.2 :

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{D_{n\text{ceud}}}{r} dr} (P_e^2 - P_i^2) \quad (5.2.2)$$

Sur la Fig. 5.2.2, le modèle permet de bien suivre l'évolution de la pression dans la gamme de pression testée. En revanche comme les calculs ont été limités à 10 h de maintien, le modèle est aussi ici limité à 10 h. Le modèle ne va donc pas jusqu'à 14 h comme l'expérience mais le débit de fuite évoluant peu après plusieurs heures de maintien on peut tout de même voir que le modèle serait proche du débit de fuite expérimental.

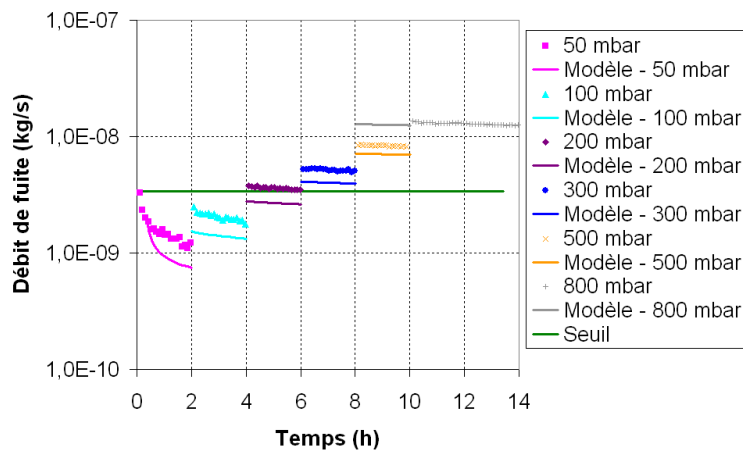


Figure 5.2.2: Influence de la surpression sur le modèle

Ces essais sont rassurants quant à la loi étudiée. Il ne faut néanmoins pas perdre de vue qu'à ces pressions, la différence entre une loi dépendant de la différence des pressions ou de la différence des pressions au carré n'est pas très visible, Fig. 5.2.3.

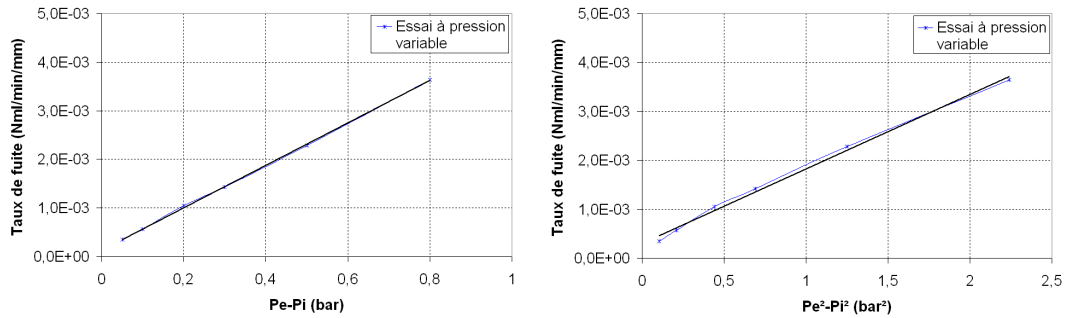


Figure 5.2.3: Comparaison entre une dépendance en $(P_e - P_i)$ ou en $(P_e^2 - P_i^2)$

5.3 Discussion sur les résultats expérimentaux

Même si pour les cas précédents, le modèle est bien validé, il a été constaté sur les derniers essais menés que le niveau d'étanchéité avait tendance à se dégrader en comparaison avec les premiers essais présentés dans le Chap. 2. Et cela pour toutes les géométries.

5.3.1 Contrôle des palets par profilométrie

Ainsi, bien qu'en effectuant le même réglage de la machine, les résultats d'essais successifs sont de moins en moins bons en terme d'étanchéité. Pour chercher l'origine de cette dégradation, des mesures de contrôle à l'aide d'un profilomètre laser ont été réalisées sur les différents bossages en Udimet 720 afin de voir si un vieillissement pouvait être observé à cette échelle. Des mesures comparatives avant et après essais sont illustrées en Fig. 5.3.1. Le bossage fin avait subi 14 essais à 800 °C totalisant près de 220 h de maintien, le moyen n°1 3 essais pour 53 h et en ce qui concerne le bossage moyen n°2, 30 essais pour 670 h. Malgré ces différents cyclages, les bossages en eux-mêmes n'ont pas été affectés, la forme globale du bossage est restée inchangée.

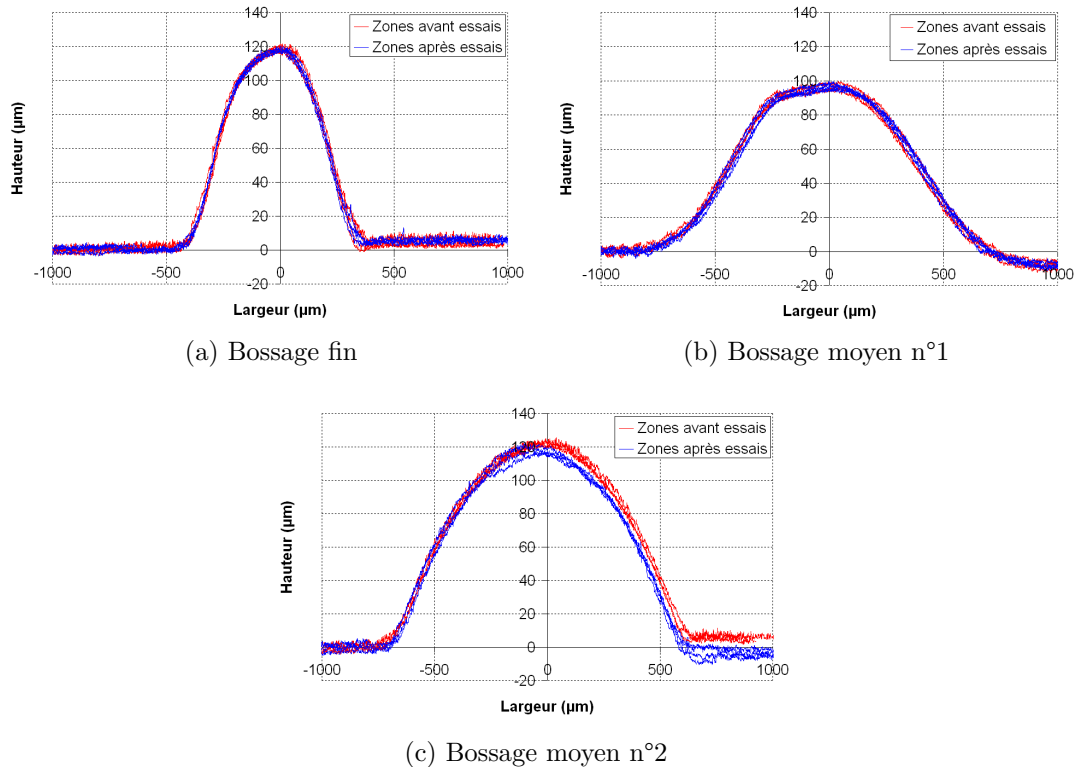


Figure 5.3.1: Profilométrie laser des bossages avant et après essais

En revanche, en effectuant une profilométrie sur l'ensemble de la pièce et plus seulement sur le bossage, une modification de la planéité de la pièce apparaît, Fig. 5.3.2. Les mesures effectuées tout le long de la pièce mettent en évidence un décalage de $44\ \mu\text{m}$ entre les deux côtés de la portée avec bossage fin et de $68\ \mu\text{m}$ pour celle avec le bossage moyen n°2. Cette différence de hauteur conduit à l'impossibilité de pouvoir correctement régler l'alignement de la machine après de nombreux cycles. En effet, le bossage se retrouve surélevé dans les zones notées 1 et 3 par rapport aux zones notées 2 et 4, voir Fig. 5.3.3. Il est alors impossible de corriger ce défaut de forme et donc de régler le parallélisme des portées en appuyant de manière identique sur tout le périmètre du bossage.

Cette évolution de la planéité des portées après plusieurs essais et donc l'évolution de la répartition de l'effort affecte le débit de fuite mesuré. A conditions expérimentales équivalentes, l'étanchéité sera alors moins bonne.

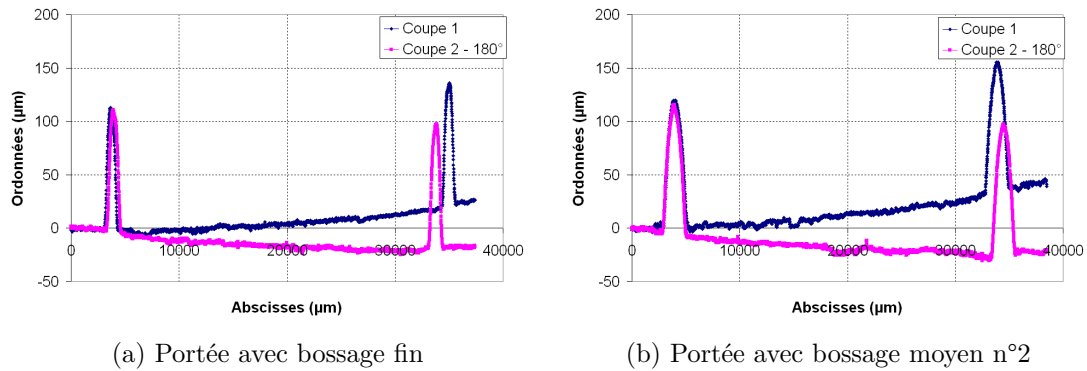


Figure 5.3.2: Profilométrie laser de l'ensemble de la portée

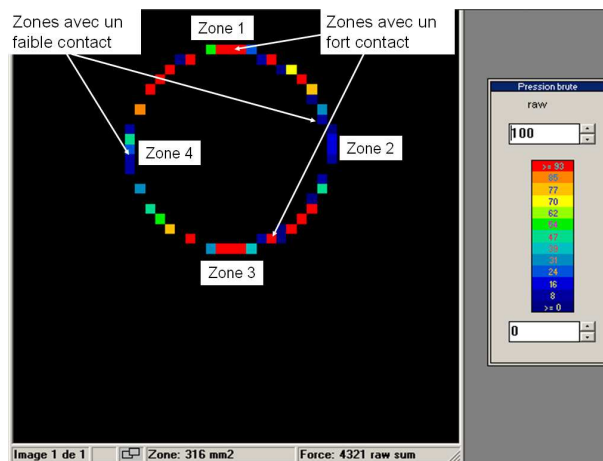


Figure 5.3.3: Réglage du parallélisme à l'aide du Teskscan

5.3.2 Effet sur les essais à chargement variable

5.3.2.1 Chargement croissant

Si on représente les essais à chargement croissant (essais de 30 h représentés avec des symboles pleins) sur le même graphique que les premiers essais de 10 h (symboles évidés), on observe une nette augmentation du débit de fuite, Fig. 5.3.4. Cet effet prononcé se retrouve pour chaque géométrie. L'augmentation du débit de fuite pourrait ainsi être liée au problème précédemment exposé du vieillissement du montage. L'effort de serrage n'étant pas réparti identiquement dans toutes les zones, le gaz aurait alors beaucoup plus de facilité à s'échapper dans les zones 2 et 4 de moindres efforts de la Fig. 5.3.3. Cet effet de la répartition de l'effort se retrouve dans l'analyse des déformées post-essais. Il a bien été constaté qu'entre les différentes zones, la profondeur de la déformée pouvait être très variable, Fig. 5.1.2.

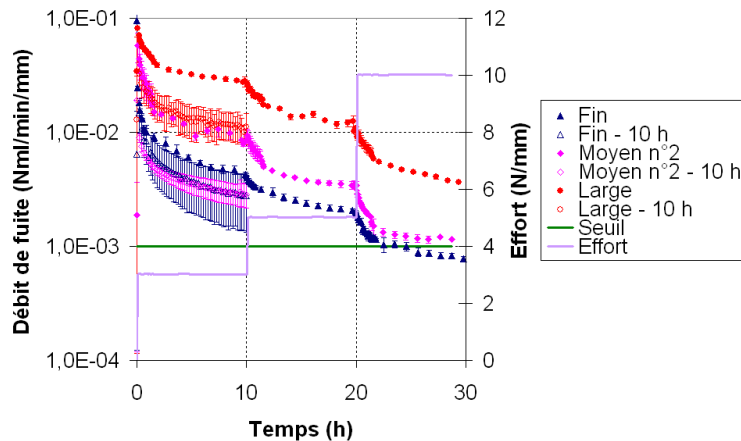


Figure 5.3.4: Effet du vieillissement du montage sur les essais à effort croissant

5.3.2.2 Chargement décroissant

Cette augmentation du débit de fuite se retrouve sur les essais à effort décroissant, surtout pour le bossage moyen n°2 qui a été le plus utilisé. En revanche, il ne semble pas y avoir eu de détérioration avec le bossage large, Fig. 5.3.5. Là aussi l'analyse de la déformée indique que l'effort a mal été réparti sur tout le périmètre, Fig. 5.1.10.

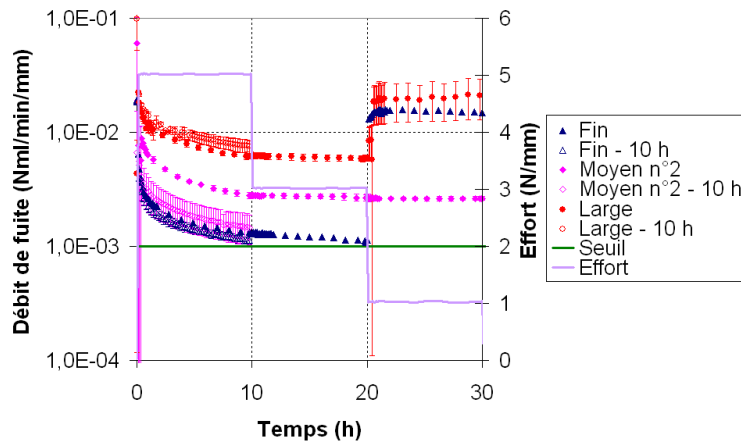


Figure 5.3.5: Effet du vieillissement du montage sur les essais à effort décroissant

5.3.3 Effet sur les essais à pression variable

Enfin, il faut noter que pour les essais en pression, comme pour les essais à chargements variables, le montage a subi de nombreux cycles et a vieilli. Même si un serrage important, de 10 N.mm^{-1} , permet de compenser dans une certaine mesure le défaut de

forme du montage en le rattrapant par une déformation importante du joint, le débit de fuite est plus important que ce qui était obtenu précédemment pour le même type d'essai (courbe rouge), Fig. 5.3.6. Le débit de fuite des premiers essais est plus proche de celui où la surpression est à 100 mbar que de celui à 200 mbar.

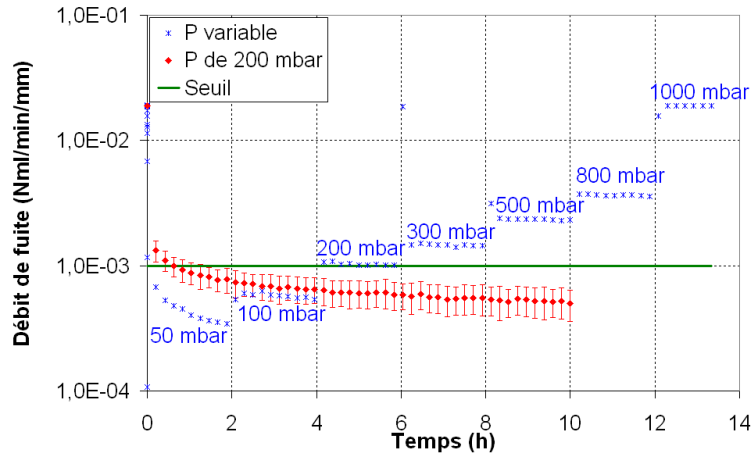


Figure 5.3.6: Effet du vieillissement du montage sur les essais à pression variable

5.3.4 Conclusion

Pour chacun des essais, il faut donc tenir compte de cette perte en étanchéité. Comme on peut le constater, le débit de fuite calculé selon le modèle, pour les cas de chargement et de pression variables, est toujours plus faible que celui des essais. En tenant compte de cette dégradation, le modèle est alors encore plus proche de la réalité.

Afin d'éviter pour la suite de la validation, des problèmes liés à un moins bon réglage de la machine à cause du vieillissement du montage, un nouveau palet a été usiné et les essais ont alors été réalisés avec ce dernier.

5.4 Effet de la géométrie du poreux

Après avoir évalué la dépendance du modèle à la pression, un des autres paramètres de la loi à valider est celui de la dépendance à la géométrie du milieu poreux, c'est à dire au terme $\int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}$ de l'Eq. 5.4.1 ou plus précisément à la modification du rayon r .

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}} (P_e^2 - P_i^2) \quad (5.4.1)$$

5.4.1 Résultats expérimentaux avec le bossage D20

Dans cet objectif, une nouvelle portée en Udimet 720 a été usinée afin de créer un bossage ayant un rayon de contact réduit à 10 mm au lieu de 25 mm, Fig. 5.4.1a. Le profil de ce bossage, mesuré à l'aide d'un microscope optique 3D est comparé aux autres bossages sur la Fig. 5.4.1b. Par la suite, cette géométrie sera appelée D20. Elle est comparable aux précédents bossages avec une hauteur de 94 μm et une largeur à la base de 1500 μm .

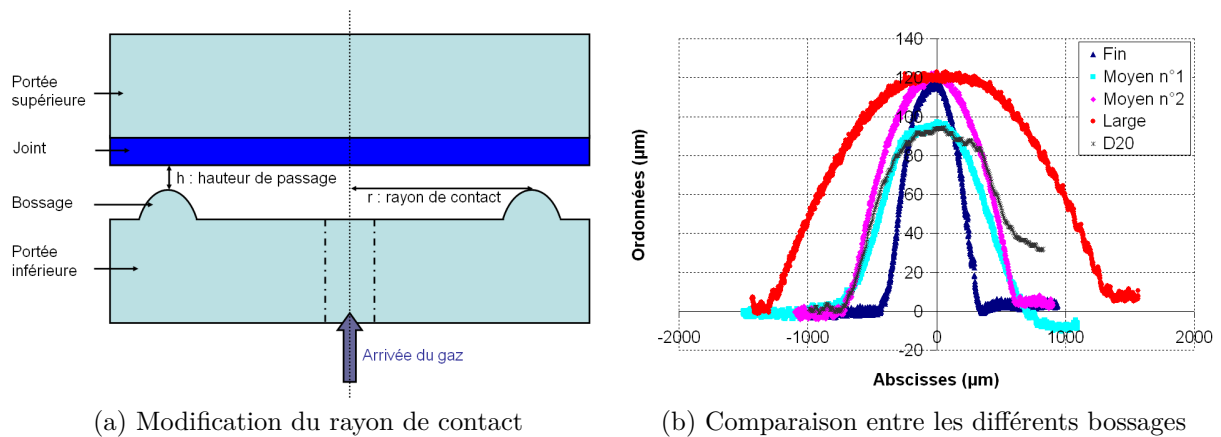


Figure 5.4.1: Caractéristiques du nouveau bossage

La forme du bossage D20 est relativement proche de celle du bossage moyen n°1. Les résultats obtenus pour un serrage de $5 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$ sont présentés Fig. 5.4.2. Étant donné que le rayon r est plus faible, l'effort à appliquer en Newton par millimètre de joint est aussi plus faible. Les résultats sont normés en divisant le débit de fuite obtenu par le périmètre de joint en contact. Il est donc naturel de retrouver des débits de fuite proches entre ces deux bossages bien que leurs rayons r soient différents. Les points représentent la moyenne des débits de fuite pour les différents essais et les barres verticales, l'écart-type.

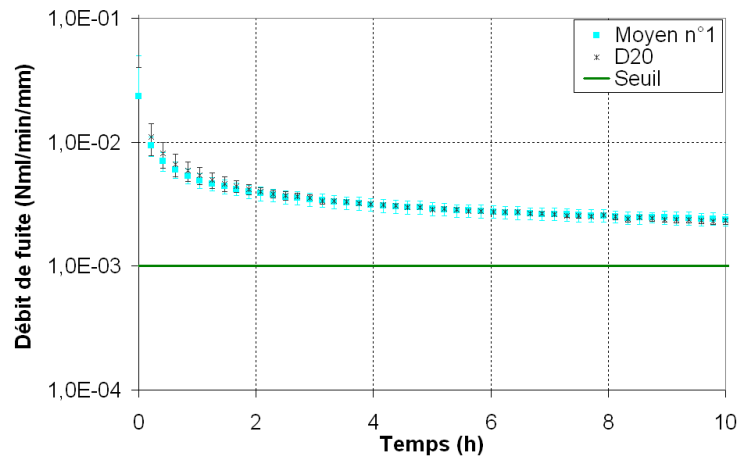


Figure 5.4.2: Comparaison entre les débits de fuite des géométries moyen n°1 et D20

5.4.2 Résultats numériques

Le maillage de cette nouvelle géométrie pour le calcul associé est présenté Fig. 5.4.3a, il présente une taille de maille identique aux autres maillages dans la zone de contact. Le nombre de mailles est de 13300 pour 40300 nœuds. Le maillage étant réalisé comme pour les autres, en lissant la forme du bossage par un polynôme de degré 6 et en modifiant ensuite les paramètres dans Cast3m, Fig. 5.4.3b.

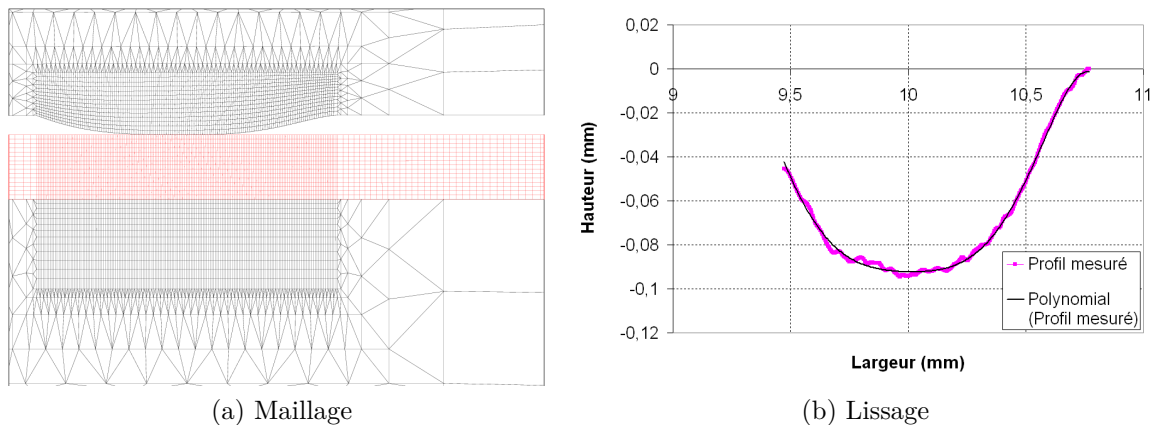


Figure 5.4.3: Maillage et lissage du nouveau bossage D20

La Fig. 5.4.4 montre l'évolution de la déformée du joint par le bossage D20 ainsi que la comparaison entre cette déformée calculée et celle mesurée par microscope 3D. La déformée calculée évolue rapidement en début de chargement, les deux-tiers de l'enfoncement étant réalisés après 2 h. Alors qu'ensuite, entre 8 h et le déchargement, le profil n'a

pas évolué. Les mesures effectuées en 4 zones montrent que pour ce palet nouvellement usiné, l'enfoncement est le même ce qui signifie que l'effort a été bien réparti sur tout le périmètre. En comparant la déformée calculée de celle mesurée, on constate que le calcul sous-estime l'enfoncement. Ainsi la profondeur maximale calculée est de $1.9 \mu\text{m}$ au lieu de $5.2 \mu\text{m}$ pour la profondeur réelle ce qui est comparable avec les enfoncements du bossage moyen n°1.

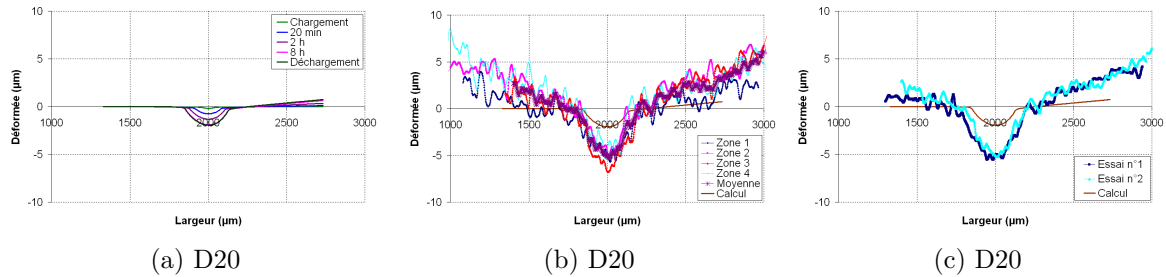


Figure 5.4.4: Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), comparaison entre les mesures et le calcul (b) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c)

L'étude des champs mécaniques, Fig. 5.4.5, permet de voir la répartition des contraintes et de la déformation plastique cumulée dans le joint. Entre le chargement et 10 h de maintien, le maximum de contrainte diminue mais plus de mailles se retrouvent au contact à l'interface entre le bossage et le joint. Les maxima étant localisés aux extrémités du contact. La déformation plastique maximale augmente de 0.2 à 2 % entre ces deux instants. Les zones les plus déformées étant toujours situées au cœur du joint et aux extrémités du contact.

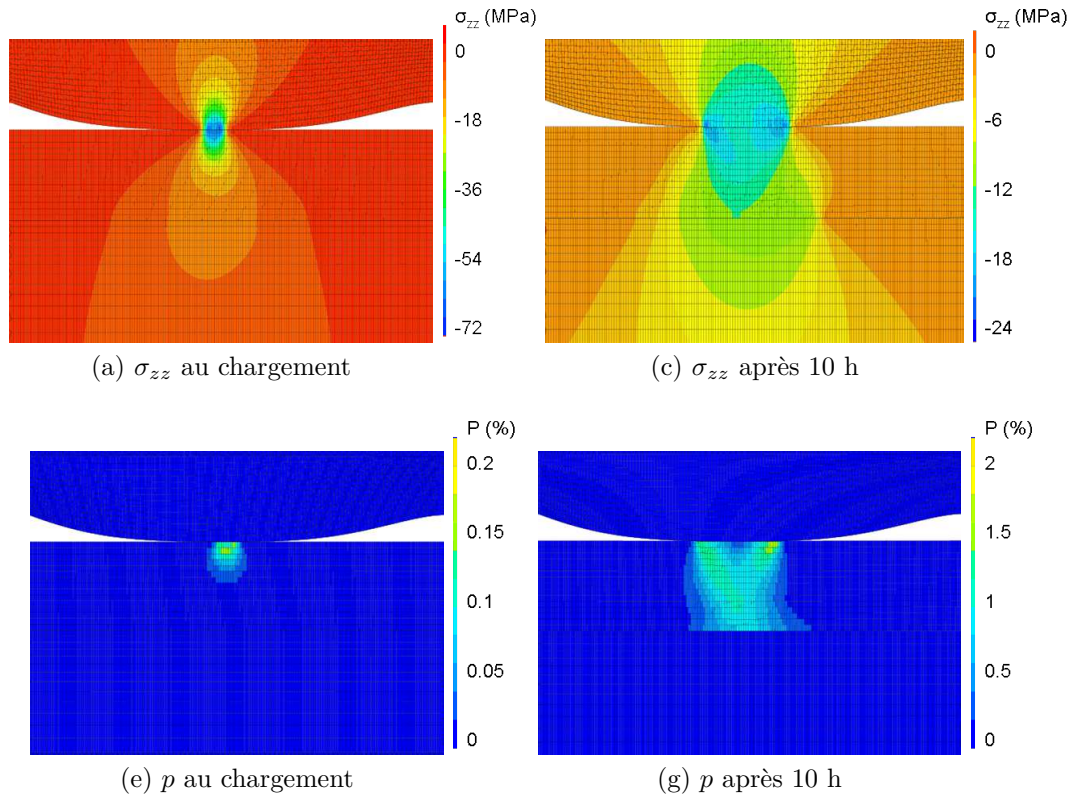


Figure 5.4.5: Champs de σ_{zz} et p au chargement (a) et (e) et après 10 h (c) et (g) pour le bossage D20 à $5 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$

Sur la Fig. 5.4.6, les profils de σ_{zz} et de p sont tracés en fonction du temps pour certains nœuds et en fonction de la position à certains temps. On peut par exemple voir que le nœud 205 va venir au contact après 20 min de chargement. La contrainte axiale augmente brutalement avant de diminuer progressivement par redistribution des contraintes du à l’allongement de la zone de contact. De même, la déformation plastique cumulée augmente en début de chargement avant de rester constante. Pour des nœuds au départ plus éloignés du contact, comme le nœud 145, σ_{zz} et p sont nulles. Mais au cours du chargement, on peut suivre sa venue au contact progressive par l’augmentation des champs mécaniques.

En comparaison avec la géométrie moyen n°1 dont la forme du bossage est la plus proche, on constate que la déformation plastique cumulée maximale chute de 4.3 % pour le moyen n°1 à 1.5 % avec le D20 et la contrainte maximale passe de 21 MPa pour le bossage moyen n°1 à 18 MPa pour le D20.

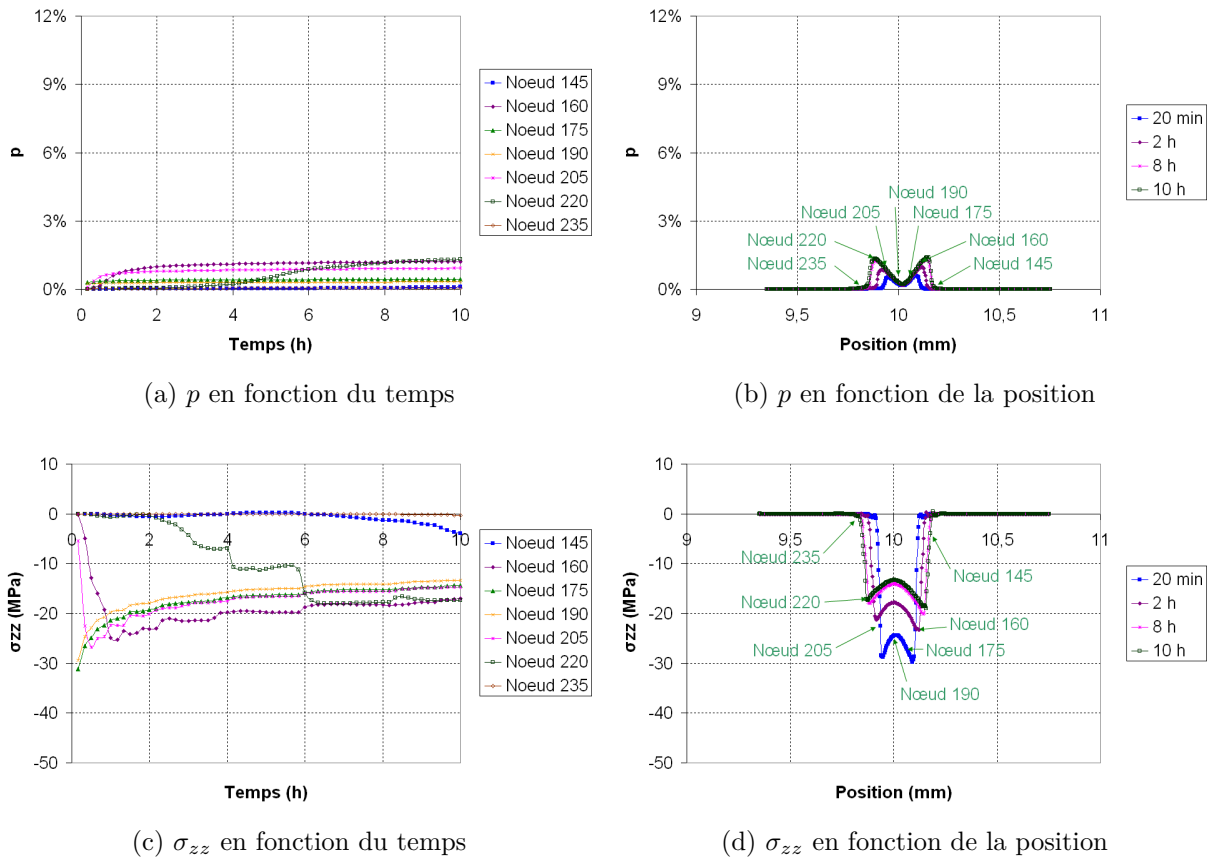


Figure 5.4.6: σ_{zz} et p en fonction du temps de chargement (a) et (c) et de la position (b) et (d) pour le bossage D20 à 5 N.mm^{-1}

5.4.3 Validation du modèle sur cette nouvelle géométrie

L'utilisation du modèle sur cette géométrie permet de tracer la répartition de $D_{nœud}$ le long du contact, Fig. 5.4.7. Le nœud 205 est très tôt au contact et en conséquence, sa contribution à l'étanchéité est constante. Pour le 145, au début du chargement il ne participe pas à l'étanchéité, $D_{nœud}$ est alors très faible. Ensuite alors que le joint se déforme, la longueur de contact augmente et le nœud va venir progressivement au contact. Les champs mécaniques augmentent et donc $D_{nœud}$ aussi, il va alors venir participer à l'étanchéité.

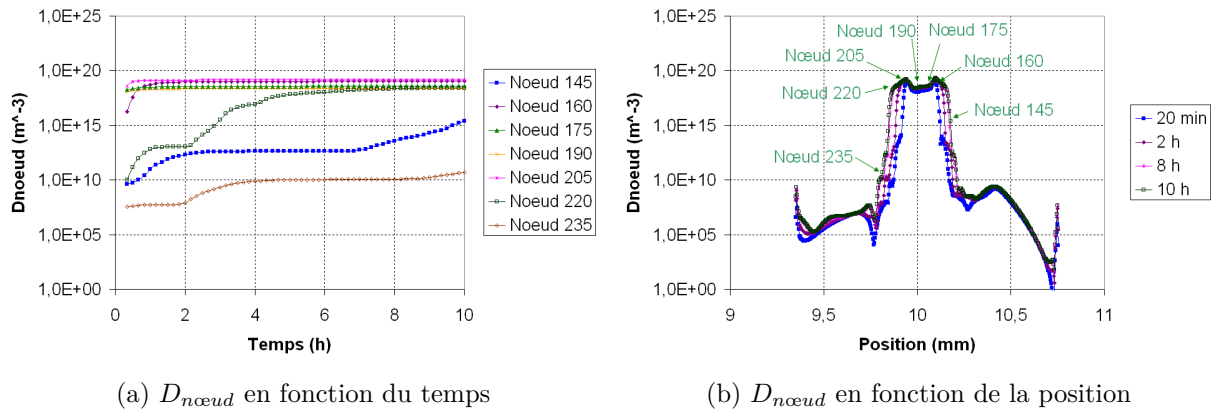


Figure 5.4.7: $D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement (a) et de la position (b) pour le bossage D20 à 5 N.mm^{-1}

En appliquant sur cette nouvelle géométrie les paramètres identifiés dans le Chap. 4, le modèle est en très bonne adéquation avec les résultats expérimentaux, Fig. 5.4.8. Dans ce cas aussi, le modèle de calcul de débit de fuite optimisé est validé. Le débit de fuite sur un joint présentant un autre périmètre est prédictible.

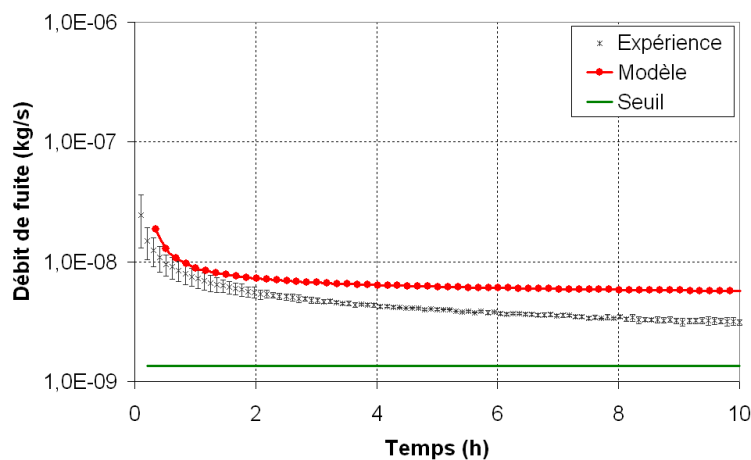


Figure 5.4.8: Influence du rayon de contact sur le modèle

5.5 Effet de la température

Les essais qui seront présentés par la suite ont été menés en utilisant la nouvelle portée usinée avec le bossage D20 afin de s'affranchir des problèmes de vieillissement qui ont été constatés avec les anciens bossages. Dans cette partie, la sensibilité du modèle à la température sera testée, via l'Eq. 5.5.1 où $\delta = \frac{2\pi M}{\mu RT}$:

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}} (P_e^2 - P_i^2) \quad (5.5.1)$$

5.5.1 Résultats expérimentaux

En EVHT, la température de fonctionnement prévue est de 800 °C. Néanmoins, comme pour la stratégie de chargement, il est possible d'imaginer établir l'étanchéité à une température différente puis de revenir à la température de fonctionnement. En effet, à une température plus élevée, pour un même effort, les vitesses de fluage sont plus élevées [Bérard 11]. Le joint va alors se déformer plus vite, combler plus facilement les rugosités à l'interface avec la portée et l'étanchéité en sera meilleure.

Une température de 850 °C a donc été sélectionnée, température pour laquelle la loi de comportement du matériau a aussi été déterminée. Sur la Fig. 5.5.1, les essais à 800 et à 850 °C pour la géométrie D20 à 5 N.mm⁻¹ sont comparés. Les points représentent la valeur moyenne du débit de fuite des différents essais et les barres verticales, l'écart-type. Il faut bien prendre en compte qu'à cette température, la viscosité du gaz va changer. En utilisant la loi de Sutherland [White 91], elle vaut 4.46e⁻⁵ Pa.s à 850 °C au lieu de 4.34e⁻⁵ Pa.s à 800 °C. Il y a bien un effet positif de la température sur le débit de fuite, celui-ci est divisé par deux et le seuil de fuite recherché est atteint en 10 h en passant à 850 °C.

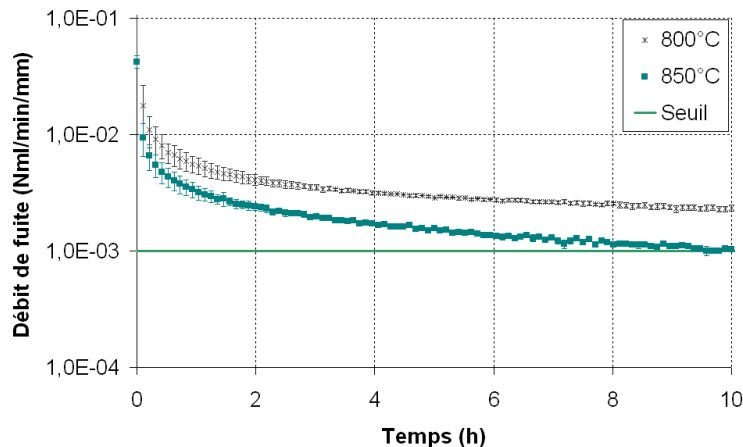


Figure 5.5.1: Comparaison entre les essais à 800 et 850 °C

5.5.2 Résultats numériques

A cette température, la loi de comportement a aussi été identifiée, Tab. 3.1. Sur la Fig. 5.5.2, on peut voir que la profondeur de la déformée calculée a légèrement augmenté en comparaison avec le calcul à 800 °C. La profondeur maximale passant à 2.8 μm au

lieu de $1.9 \mu\text{m}$. La déformée mesurée a elle aussi légèrement augmenté à $5.8 \mu\text{m}$ contre $5.2 \mu\text{m}$. En conséquence, il y a toujours sous-estimation de l'enfoncement par le calcul. L'effort a bien été réparti sur tout le bossage, l'enfoncement est le même dans les 4 zones étudiées.

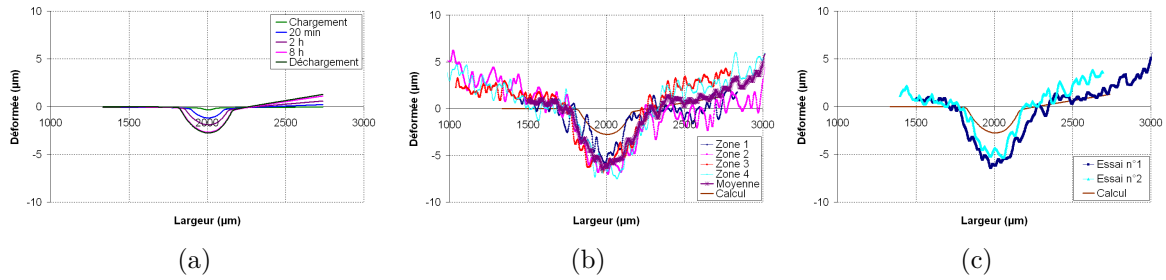


Figure 5.5.2: Evolution de la déformée en fonction du temps de maintien (a), comparaison entre les mesures et le calcul (b) et entre la moyenne des mesures et le calcul (c)

Les champs mécaniques σ_{zz} et p ont été représentés avec la même échelle que pour le calcul à $800 \text{ }^\circ\text{C}$, Fig. 5.5.3. Le niveau de contrainte maximale atteint est plus faible à cette température qu'à $800 \text{ }^\circ\text{C}$. A l'inverse, la déformation plastique est plus importante que précédemment. Ceci explique que la déformée soit plus profonde et plus large à $850 \text{ }^\circ\text{C}$ qu'à $800 \text{ }^\circ\text{C}$. La zone de contact entre le bossage et le joint étant plus grande, l'effort est transmis sur une plus grande surface et le niveau de contrainte chute.

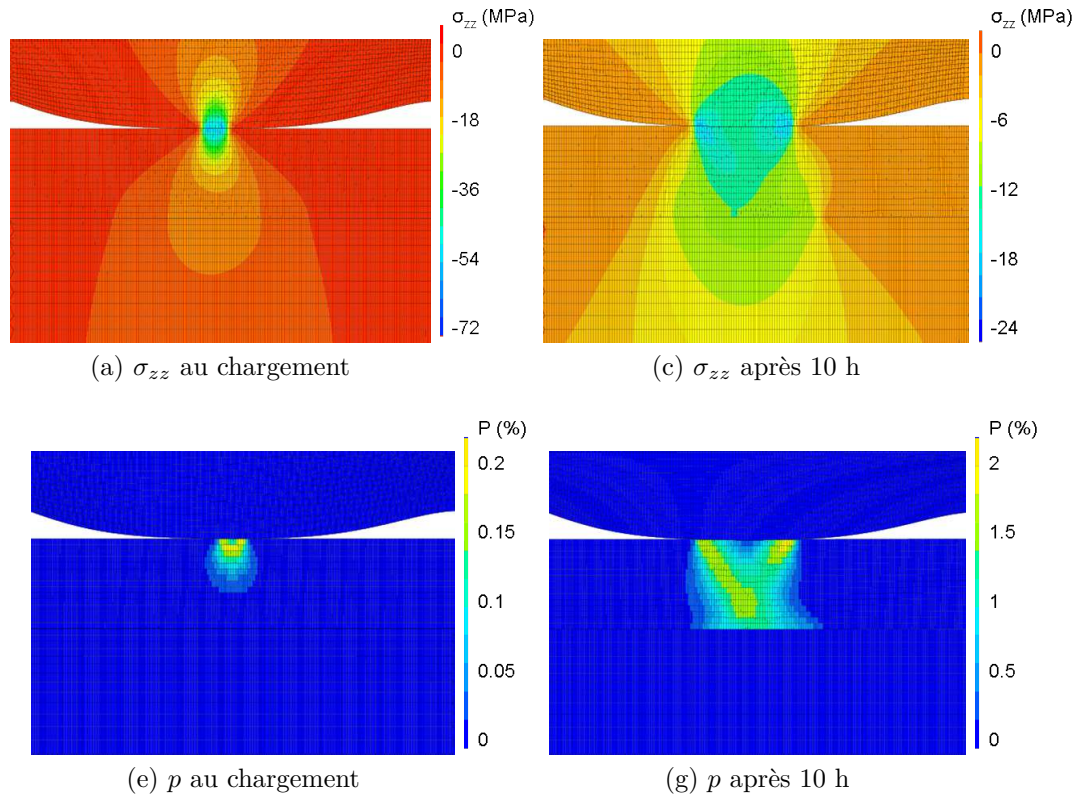


Figure 5.5.3: Champs de σ_{zz} et p au chargement (a) et (e) et après 10 h (c) et (g) pour le bossage D20 à 850 °C

Sur la Fig. 5.5.4, l'évolution des champs mécaniques entre 800 et 850 °C peut être comparée, une même échelle est utilisée et les nœuds sélectionnés sont identiques. Ainsi, p_{max} augmente de 1.5 % pour le calcul à 800 °C à 2 % ici. Au contraire, σ_{zzmax} passe de 18 MPa à 17 MPa. On constate bien qu'à 850 °C, la longueur de contact augmente. Le nœud 220 arrive au contact après 1 h au lieu de plus de 2 h à 800 °C et le nœud 145 après 4 h au lieu de 8. La baisse des valeurs maximales des contraintes et donc liée à la redistribution des contraintes par augmentation de la longueur de contact et à la plastification.

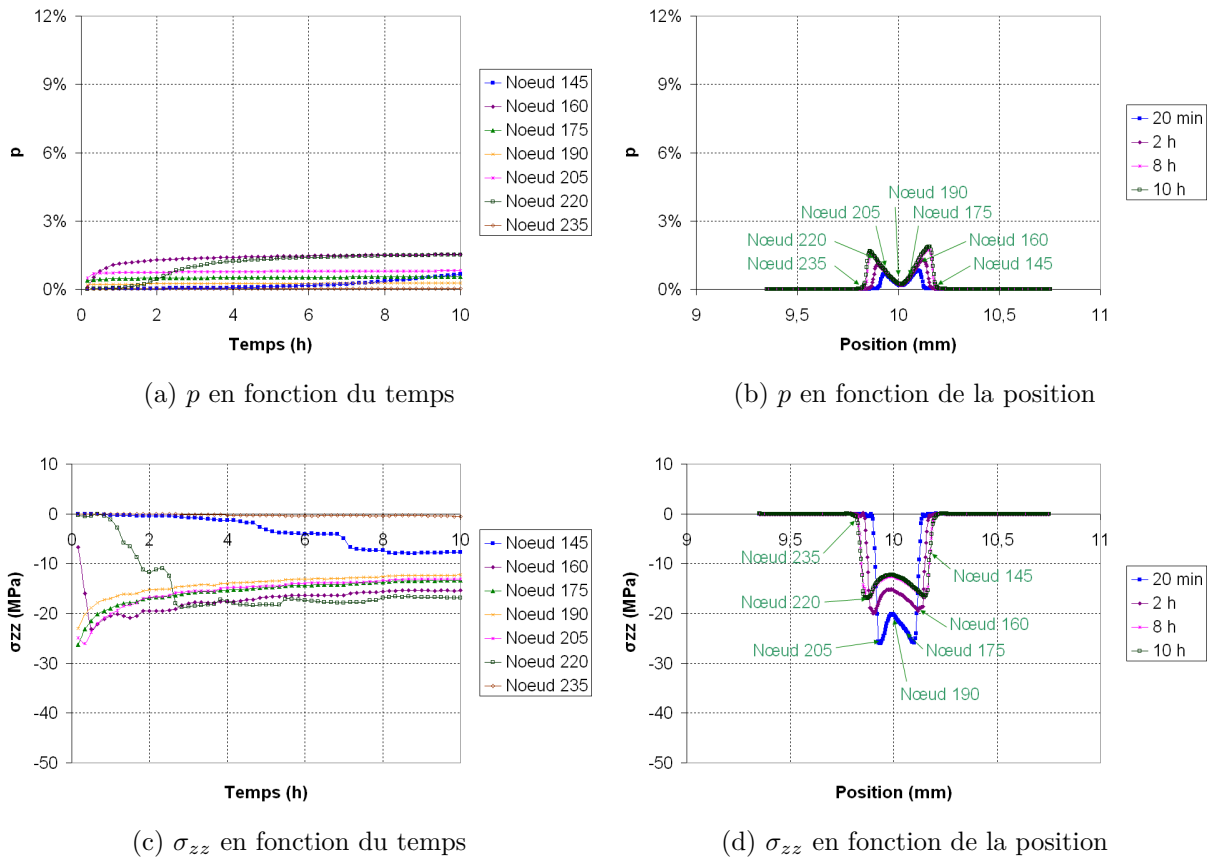


Figure 5.5.4: σ_{zz} et p en fonction du temps de chargement (a) et (c) et de la position (b) et (d) pour le bossage D20 à 850 °C

5.5.3 Résultats sur le modèle

Le tracé de $D_{nœud}$ montre bien comment la zone de contact augmente, plus de nœuds vont participer à l'étanchéité, Fig. 5.5.5.

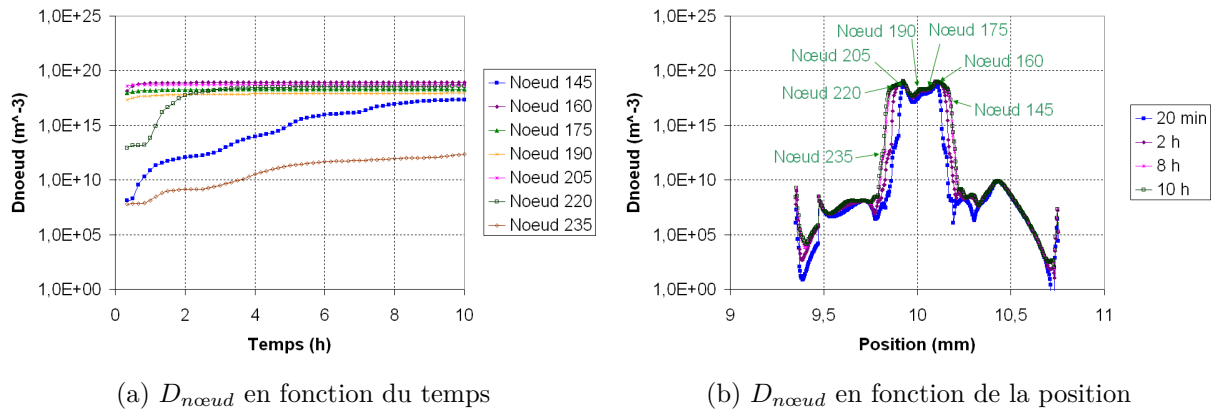


Figure 5.5.5: $D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement (a) et de la position (b) pour le bossage D20 à 850 °C

En comparaison avec 800 °C, l'augmentation de la déformation plastique maximale ne suffit pas à compenser la diminution σ_{zz} liée à l'élargissement de la zone de contact ce qui a pour conséquence de diminuer l'aire sous la courbe $D_{nœud}$. Comme la fuite est calculée en intégrant $D_{nœud}$ le long du contact et que l'aire diminue, la valeur de la fuite calculée par le modèle augmentera, voir la Fig. 5.5.6a où $D_{nœud}$ est représenté selon une échelle linéaire. A cette température, le modèle ne reproduit pas la réalité puisque le débit de fuite a en fait diminué comparativement à 800 °C. Pour une température différente que celle à laquelle l'optimisation a été réalisée, le modèle n'est pas apte à prédire le débit de fuite attendu, Fig. 5.5.6b.

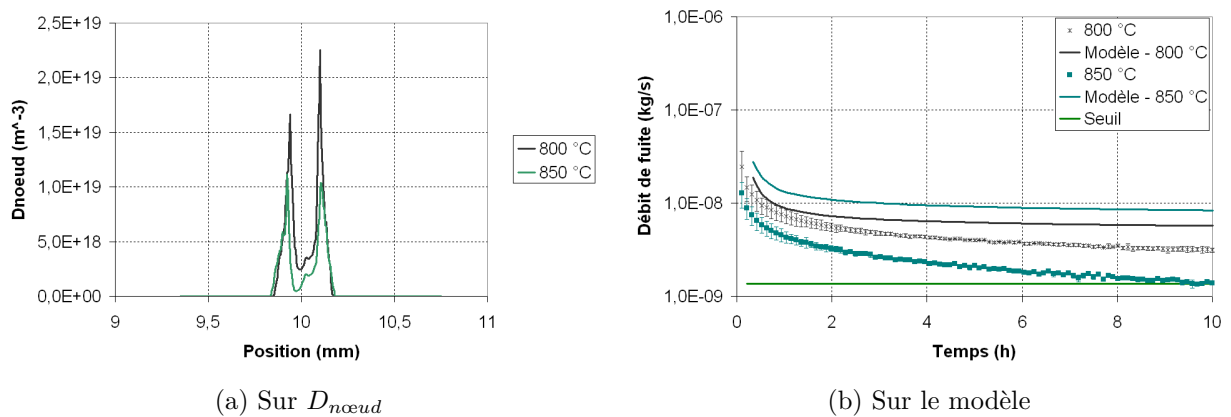


Figure 5.5.6: Influence de la température sur $D_{nœud}$ et sur le modèle

Cette différence pourrait être liée au changement de la loi de comportement entre 850 et 800 °C, les coefficients du modèle pourraient n'être valables qu'à la température pour

laquelle ils ont été calculés et il faudrait les optimiser pour une utilisation à une autre température.

5.6 Effet de la nature du gaz

Suivant la nature du gaz utilisé, la viscosité dynamique et la masse molaire vont changer. Cela a une influence dans le modèle au travers du terme $\delta = \frac{2\pi M}{\mu RT}$ de l'Eq. 5.6.1 :

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{dr}{\kappa(r)r}} (P_e^2 - P_i^2) \quad (5.6.1)$$

Il est aussi important de valider ce modèle de fuite puisque pour l'EVHT, l'étanchéité est à réaliser vis à vis de l'hydrogène et non de l'air. Dans le dispositif expérimental, l'hydrogène ne peut pas être directement utilisé pour des raisons de sécurité. Les autres gaz testés sont alors l'hélium qui est le gaz dont la taille de molécule est la plus proche de l'hydrogène et l'argon hydrogéné à 2 %, concentration qui ne nécessite pas de mesure de sécurité particulière.

5.6.1 Essais sous hélium et argon hydrogéné

5.6.1.1 Résultats expérimentaux

L'utilisation d'autres gaz sur le dispositif expérimental nécessiterait d'étalonner les débitmètres pour chaque gaz. Pour des raisons de temps, cela n'a pas été réalisé. En revanche, le constructeur fournit une table de conversion des débits à utiliser dans ces cas ainsi que la formule permettant le calcul du facteur de conversion C , [Bro 10]. Il se calcule en faisant le rapport entre la capacité thermique massive C_p et la masse volumique ρ du gaz 1 (ici l'air) et des mêmes paramètres du gaz 2. En utilisant l'Eq. 5.6.2, le facteur de correction à utiliser sur le débit de fuite mesuré est de 1.41 pour l'hélium, de 1.40 pour l'argon et de 1.01 pour l'hydrogène.

$$C = \frac{C_{p1}\rho_1}{C_{p2}\rho_2} \quad (5.6.2)$$

Dans le cas d'un mélange de deux gaz, comme c'est le cas de l'argon hydrogéné, il faut utiliser l'Eq. 5.6.3. Le facteur de conversion du mélange C_{mix} , dépend du facteur de conversion de chaque gaz ainsi que du volume propre en pourcentage de chaque gaz dans le mélange. Avec l'argon hydrogéné à 2 %, $C_{mix} = 1.39$.

$$\frac{1}{C_{mix}} = \frac{V_1}{C_1} + \frac{V_2}{C_2} \quad (5.6.3)$$

De plus, le changement de gaz nécessite de purger la ligne de gaz afin d'évacuer le gaz précédent et d'évacuer le volume d'air situé entre la portée et le joint. Pour cela, lorsque le joint est mis en place, un léger effort de quelques Newtons est appliqué pour le maintenir en place tout en faisant circuler le gaz voulu pendant plusieurs heures.

Sur la Fig. 5.6.1, le débit de fuite pour les différents gaz que sont l'air, l'hélium et l'argon hydrogéné sont représentés. Les débits de fuite de l'argon hydrogéné et de l'air sont quasiment identiques, alors que celui de l'hélium est plus important.

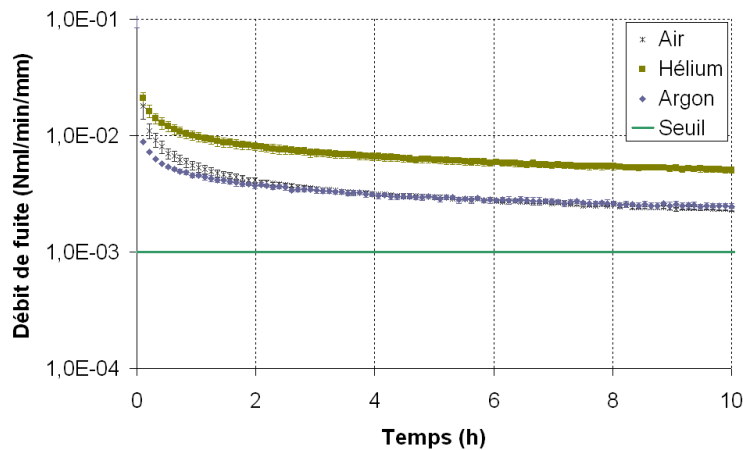


Figure 5.6.1: Comparaison entre les essais avec différents gaz

5.6.1.2 Résultats numériques

Pour réaliser le calcul avec ces nouveaux gaz, il n'est pas utile d'effectuer un autre calcul aux éléments finis. En effet, les conditions de chargement sont identiques et le changement de gaz va seulement influencer le paramètre δ du modèle qui nécessite juste de changer le post-traitement du calcul sur le bossage D20.

5.6.1.3 Résultats du modèle

Comme dit précédemment, changer de gaz va modifier la viscosité dynamique et la masse molaire utilisées dans le modèle. La viscosité dynamique est calculée en utilisant la loi de Sutherland et est égale à $4.44e^{-5}$ Pa.s pour l'hélium et de $5.67e^{-5}$ Pa.s pour l'argon à 800 °C.

Les résultats obtenus en modifiant ces paramètres du modèle sont visibles sur la Fig. 5.6.2. Dans les deux cas, en tenant compte des ajustements sur les propriétés des gaz, le modèle est très proche des résultats expérimentaux. La loi utilisée dans le modèle est donc aussi validée pour d'autres gaz. Le débit de fuite étant bien lié aux masses molaires et aux viscosités des gaz, ceci valide l'utilisation d'une loi de Darcy dans le modèle, nous ne sommes pas ici dans un écoulement moléculaire ou de transition. La

valeur du seuil calculée en débit massique va varier en fonction de la masse molaire de chaque gaz.

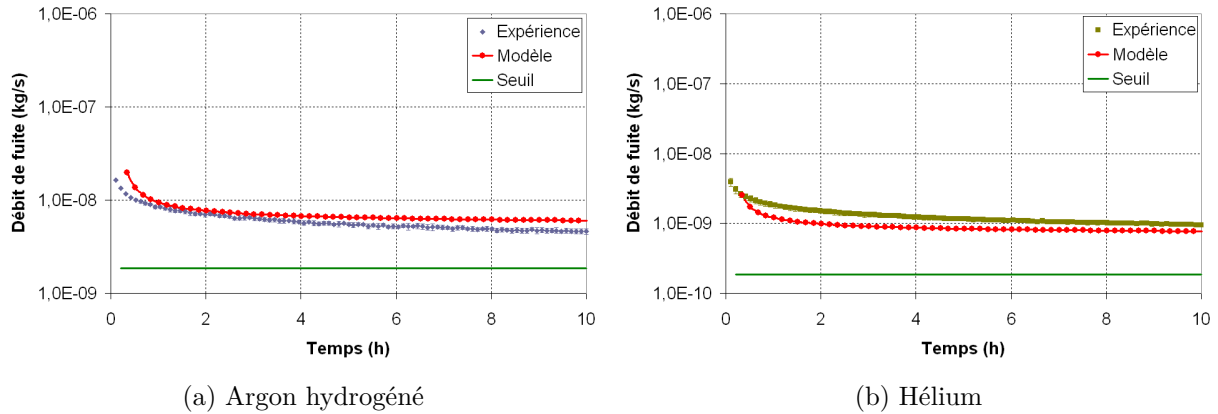


Figure 5.6.2: Influence de la nature du gaz sur le modèle

5.6.2 Le modèle et l'hydrogène

Même si des essais ne peuvent être réalisés directement sous hydrogène, il est possible, et c'est même tout l'intérêt du modèle, d'essayer d'autres gaz sans avoir à les tester. Sur la Fig. 5.6.3, le débit de fuite obtenu pour l'hydrogène et les autres gaz sont donc tracés. Les débits de fuite expérimentaux de l'argon hydrogéné et de l'air sont identiques et comme ces gaz ont des viscosités dynamiques et des masses molaires proches, il est naturel que les débits de fuite massique soient aussi identiques. Les essais en 5.6.1.1 ont montré que la fuite mesurée en $\text{Nml.min}^{-1}.\text{mm}^{-1}$ était plus forte sous hélium que sous air ou argon hydrogéné. Lorsque l'on passe à un débit massique comme calculé dans le modèle, en introduisant la viscosité dynamique et la masse molaire de l'hélium qui est plus faible que pour les autres gaz, le débit de fuite massique est alors plus faible. Si le nombre de molécules qui s'échappe est plus élevé avec l'hélium, étant donné qu'elles ont une masse plus faible, le débit de fuite massique sera alors plus faible.

En ce qui concerne la fuite sous dihydrogène, le modèle prévoit un débit de fuite comparable à celui de l'hélium. Ce qui est logique puisque la seule chose qui va changer dans le modèle est le rapport $\frac{M}{\mu}$, rapport qui vaut 90.1 pour l'hélium et 97.0 pour l'hydrogène avec une viscosité dynamique de 2.07×10^{-5} Pa.s à 800 °C. En considérant les bons résultats obtenus par le modèle pour l'argon hydrogéné et pour l'hélium, on peut estimer que le débit de fuite calculé pour l'hydrogène est tout aussi correct. Ceci permet d'envisager une bonne utilisation du modèle pour l'EVHT.

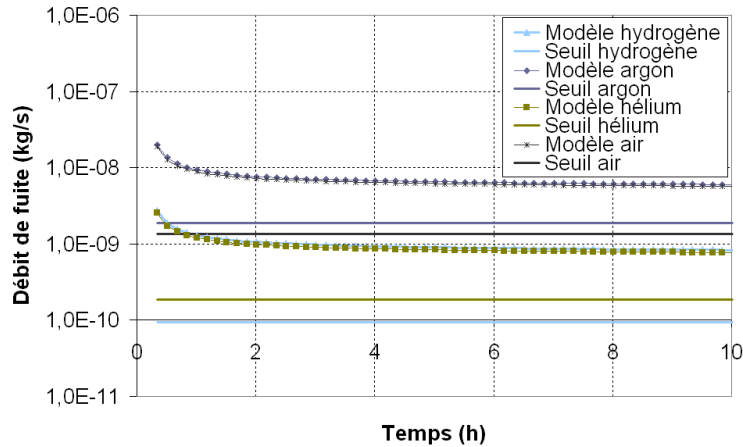


Figure 5.6.3: Influence de la nature du gaz sur le modèle

5.7 Effet de la géométrie

Dans le modèle qui a été développé, le cas de chargement étudié est celui de la déformation d'un joint viscoplastique en FeCrAl par un bossage élastique en Udimet 720. Dans cette section, les cas de chargement étudiés sont différents : il s'agit d'abord d'écraser un bossage en FeCrAl avec une portée élastique et plane. Le deuxième cas présenté est celui où le bossage déformable est très fin et beaucoup plus aigu.

Ces montages sont plus complexes à calculer par éléments finis, les déformations devant être plus importantes. Mais ils restent intéressants à étudier puisque dans ce projet, on cherche surtout à obtenir une étanchéité à bas niveau d'effort.

5.7.1 Avec la géométrie "rondelle kenol"

5.7.1.1 Résultats expérimentaux

Pour ce premier cas, le joint présente un bossage et va être écrasé par la portée inférieure lors du chargement. Les dimensions de ce bossage sont comparables à celles du bossage moyen n°2 avec une hauteur de 117 μm et une largeur à la base de 1400 μm , voir Fig. 5.7.1.

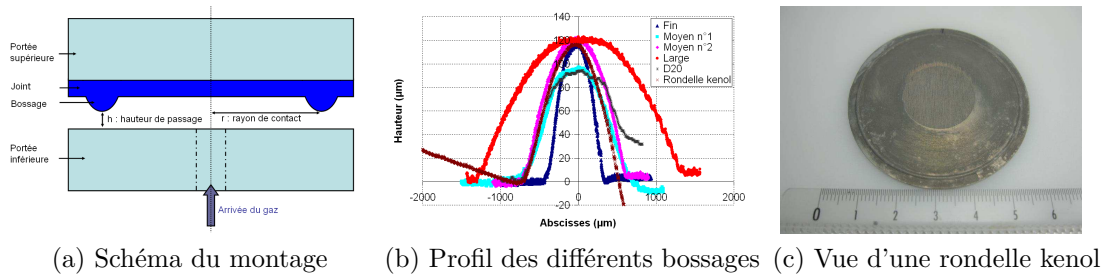


Figure 5.7.1: Caractéristiques de la rondelle kenol

Les premières expériences réalisées d'abord à un bas niveau d'effort de 3 N.mm^{-1} ont montré que l'étanchéité ne pouvait être obtenue. Il faut, pour cette géométrie, charger beaucoup plus à 10 ou 15 N.mm^{-1} pour obtenir des débits de fuite comparables aux autres essais.

5.7.1.2 Résultats numériques

Toujours suivant le même principe, le maillage de cette géométrie est réalisé en lissant la forme réelle mesurée par profilométrie laser par un polynôme de degré 6. Le maillage paramétrique étant ensuite créé en utilisant ces nouveaux coefficients, Fig. 5.7.2.

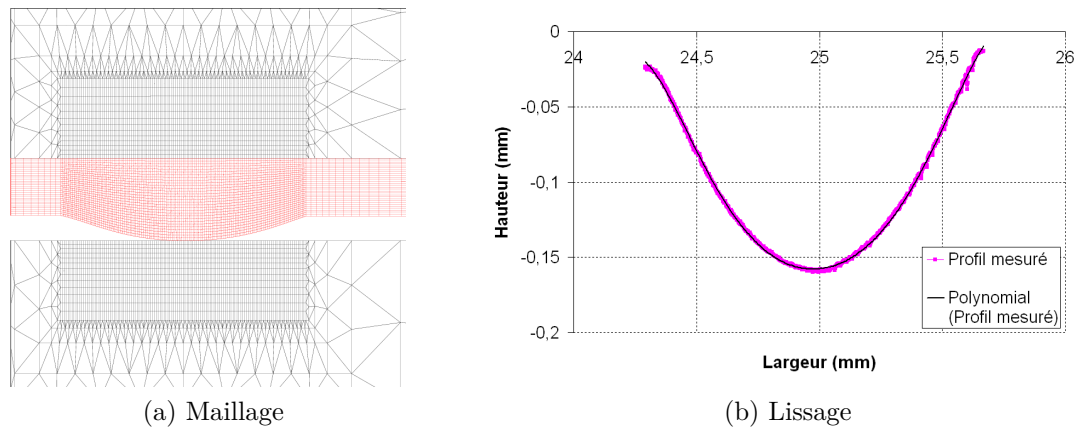
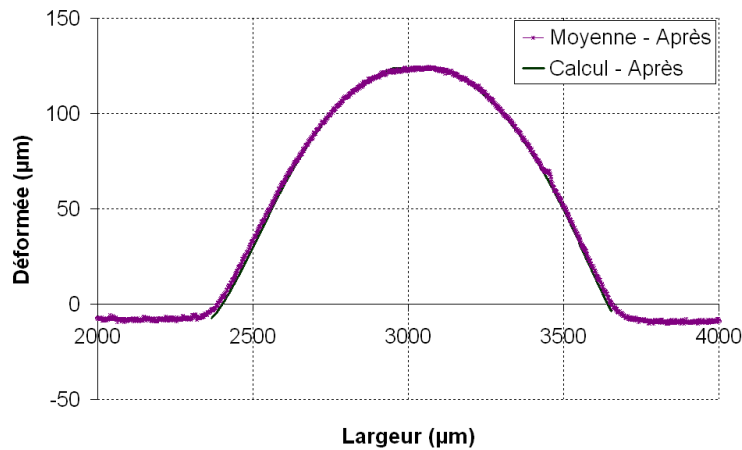


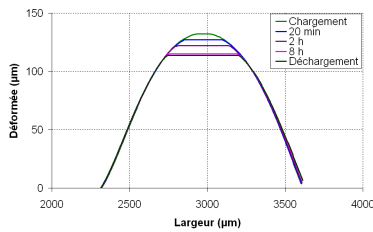
Figure 5.7.2: Maillage et lissage de la rondelle kenol

Pour les trois niveaux d'effort utilisés, l'évolution de la déformée est représentée en fonction du temps de chargement ainsi qu'une comparaison entre la déformée mesurée par profilométrie et celle calculée par le modèle, Fig. 5.7.3. En ce qui concerne le cas de chargement à 3 N.mm^{-1} , tant expérimentalement que numériquement, le bossage n'a pas du tout été déformé après 10 h de maintien. Ceci explique que le débit de fuite soit très élevé car dans ce cas, le bossage n'a pas flué et donc les rugosités n'ont pas été

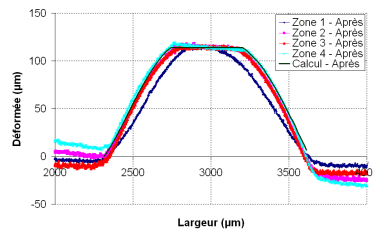
comblées. A 10 N.mm^{-1} et 15 N.mm^{-1} , la déformation est surtout importante en début de chargement, la différence entre 8 et 10 h étant très faible. Ce qui était aussi le cas auparavant lorsque le bossage élastique venait déformer le joint. Au total, le bossage a été écrasé de $20 \mu\text{m}$ à 10 N.mm^{-1} et de $40 \mu\text{m}$ à 15 N.mm^{-1} . Pour le cas de chargement à 10 N.mm^{-1} , la forme du bossage contrôlée en 4 zones, montre une bonne adéquation avec le calcul en 3 de ces zones, alors que la zone 1 semble plus amincie. De même, à 15 N.mm^{-1} , 3 des zones de contrôle sont superposables avec le calcul tandis que la zone 2 semble avoir été moins écrasée. Si dans les deux cas, la déformée d'une des zones est éloignée du calcul, en moyenne, le calcul semble correctement évaluer la déformée.



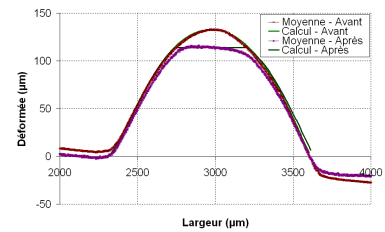
(a) Comparaison déformée calculée et mesurée (moyenne) à 3 N.mm^{-1}



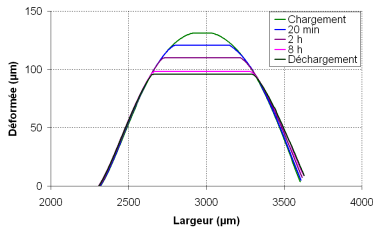
(b) Evolution de la déformée à 10 N.mm^{-1}



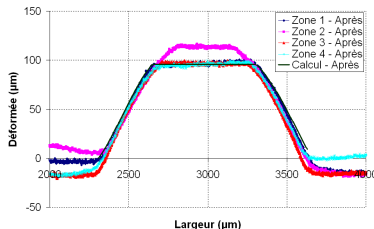
(c) Comparaison déformée calculée et mesurée à 10 N.mm^{-1}



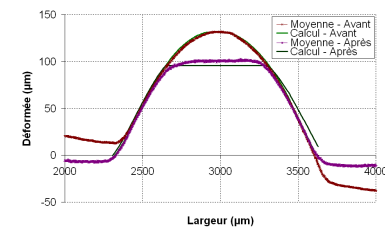
(d) Comparaison déformée calculée et mesurée (moyenne) à 10 N.mm^{-1}



(e) Evolution de la déformée à 15 N.mm^{-1}



(f) Comparaison déformée calculée et mesurée à 15 N.mm^{-1}



(g) Comparaison déformée calculée et mesurée (moyenne) à 15 N.mm^{-1}

Figure 5.7.3: Evolution de la déformée et comparaison avec la profilométrie laser sur la géométrie rondelle kenol

Les champs de σ_{zz} au chargement et après 10 h de maintien pour les trois efforts sont sur la Fig. 5.7.4. L'utilisation d'une même échelle permet de noter que l'effet de l'effort est net sur le niveau de contrainte ainsi que sur la longueur de contact aux deux instants. La contrainte maximale dans le modèle passant de 30 à 130 MPa entre la fin du chargement et les 10 h de maintien.

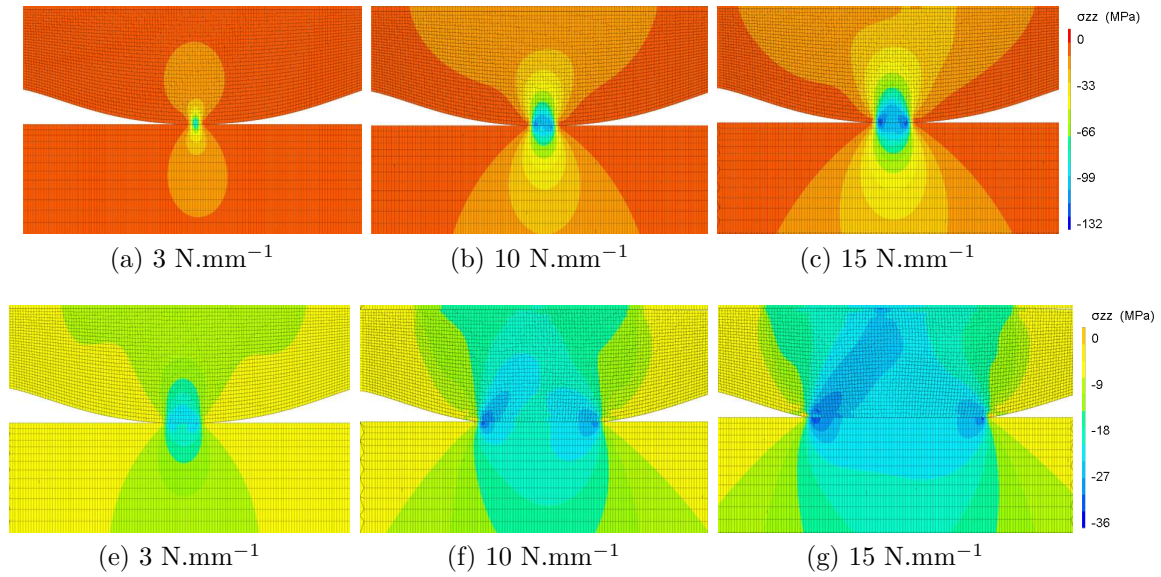


Figure 5.7.4: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour les trois efforts

Sur la Fig. 5.7.5, on peut suivre l'évolution de σ_{zz} . Il apparaît qu'à 3 N.mm^{-1} , un seul des nœuds choisis est au contact et ce dès le début du chargement, la zone de contact est très étroite. Lorsque le chargement augmente, la zone de contact s'élargit ce qui fait diminuer le niveau de contrainte moyen. Entre 10 et 15 N.mm^{-1} , le niveau de contrainte maximal est équivalent, entre 20 et 30 MPa mais la longueur de contact est plus importante à 15 N.mm^{-1} . Ainsi le nœud 175 est au contact à 15 N.mm^{-1} mais pas à 10 N.mm^{-1} .

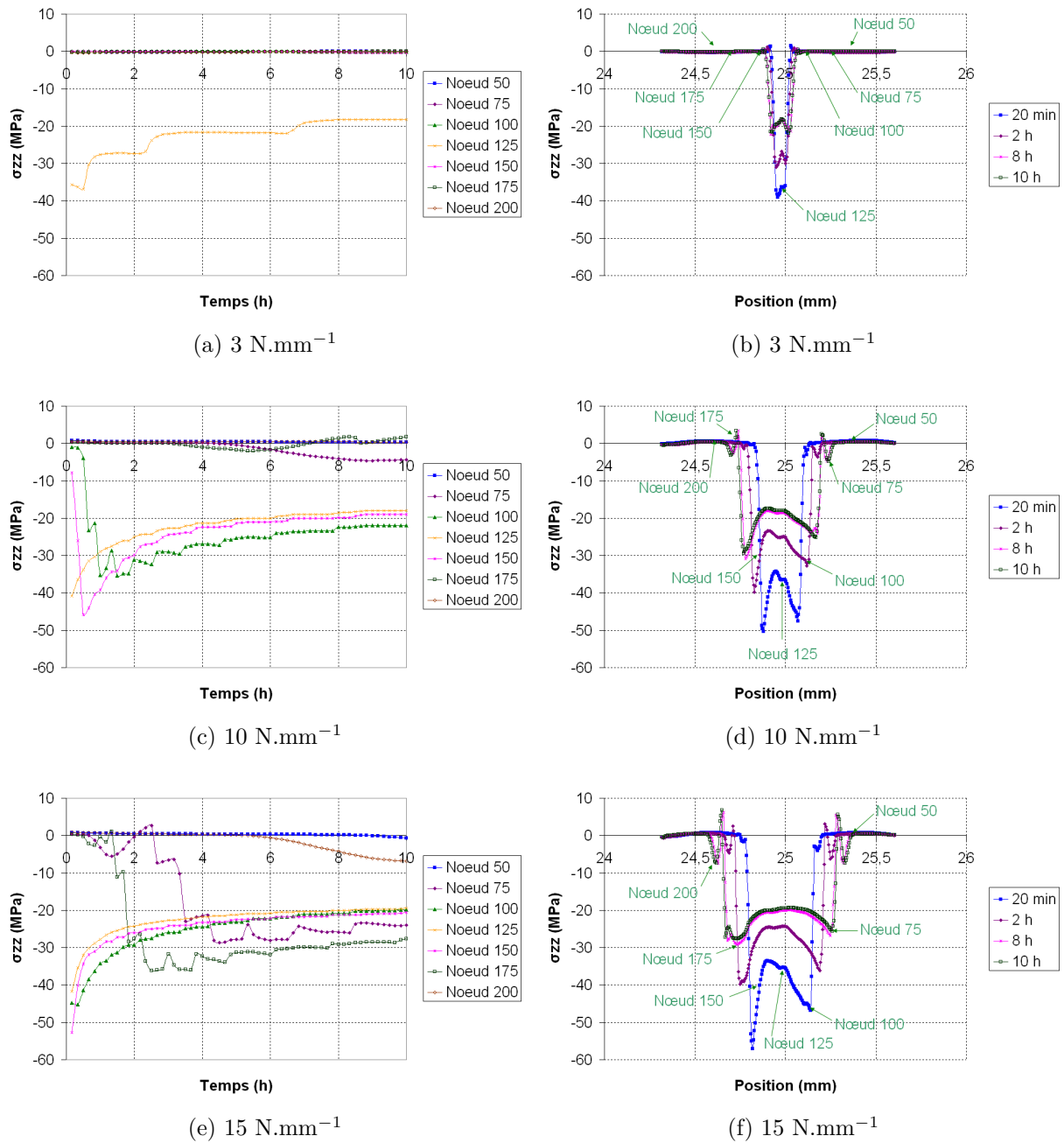


Figure 5.7.5: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour les trois efforts

Les champs de déformation plastique cumulée au chargement et après 10 h sont visibles sur la Fig. 5.7.6. Ici aussi, l'effet de l'effort est important, le joint n'est presque pas déformé à 3 N.mm^{-1} alors qu'une bonne partie est écrasée à 15 N.mm^{-1} .

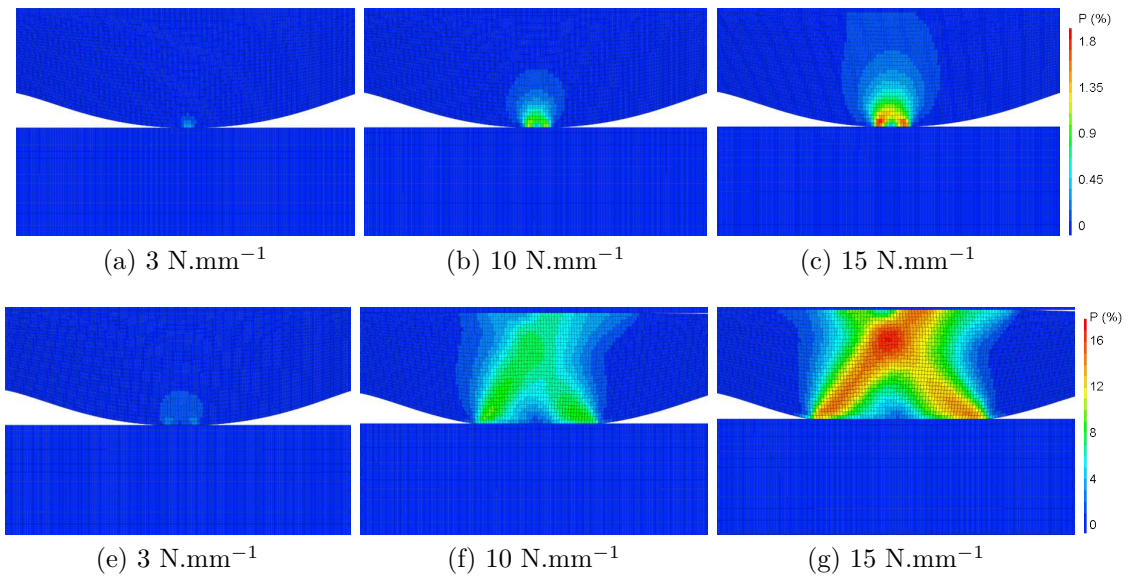


Figure 5.7.6: Champs de p au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour les trois efforts

Sur la Fig. 5.7.7, l'évolution de p est représentée en fonction du temps pour quelques nœuds le long du contact et à quelques temps en fonction de la position. Ceci montre bien qu'à 3 N.mm^{-1} , comme il y a eu très peu de déformation plastique, la forme du bossage a peu évolué après le chargement. En utilisant une même échelle pour les autres cas de chargement, on peut voir que la zone déformée grandit et que le niveau de déformation augmente de plus en plus.

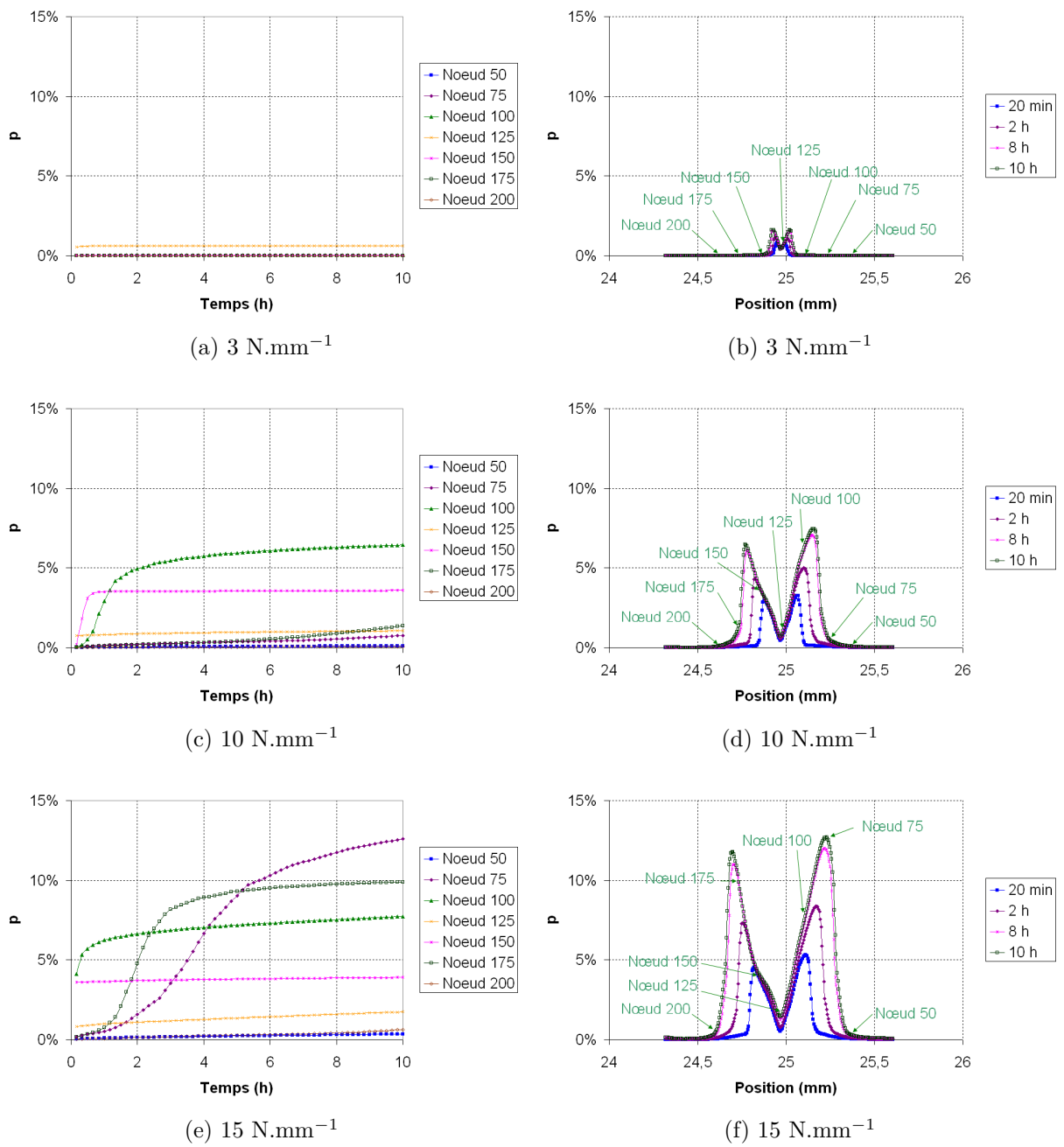


Figure 5.7.7: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour les trois efforts

5.7.1.3 Résultats du modèle

Si on s'intéresse maintenant au calcul de $D_{nœud}$ par le modèle, on voit que l'aire sous la courbe de $D_{nœud}$ augmente de manière importante avec le niveau de chargement, Fig. 5.7.8. Le débit de fuite calculé par le modèle sera alors très différent d'un effort à l'autre.

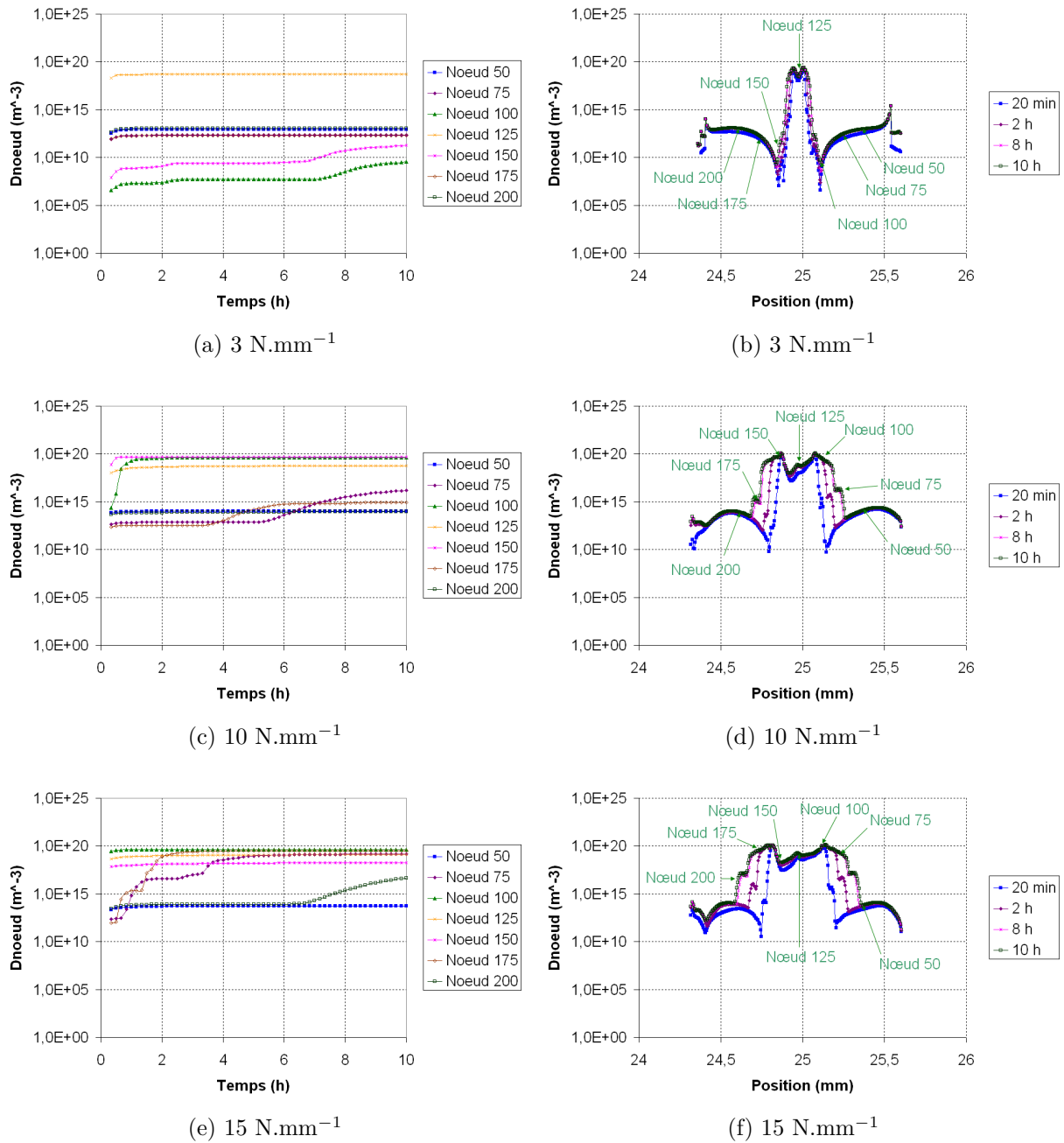


Figure 5.7.8: D_{noeud} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour les trois efforts

Les résultats du modèle pour cette géométrie sont illustrés Fig. 5.7.9. On peut constater que le modèle est loin du débit de fuite expérimental. Cette remarque est d'autant plus vraie que l'effort de serrage est faible : l'écart est de deux décades à $3 N.mm^{-1}$,

d'une décade à 10 N.mm^{-1} et une demie décade à 15 N.mm^{-1} .

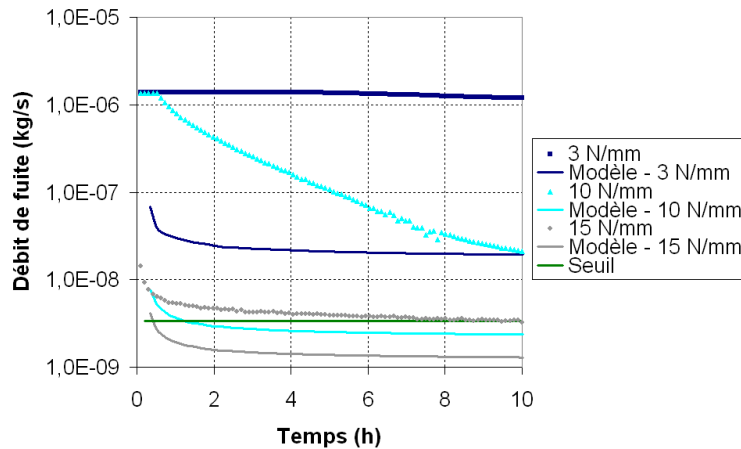


Figure 5.7.9: Influence de la géométrie rondelle kenol sur le modèle

Pour ce type de chargement où un bossage viscoplastique est déformé par une portée élastique, le modèle ne semble pas valide. Néanmoins, plusieurs explications sont possibles. Tout d'abord, on a pu mesurer qu'en certaines zones, le bossage avait été déformé différemment de ce que le calcul prévoyait. On peut supposer que l'effort était mal réparti tout le long du périmètre et que le gaz a alors plus de facilité à s'échapper dans les zones les moins déformées. Le débit de fuite serait alors sous-estimé par le modèle. Une autre explication possible est que, pour des raisons pratiques, le bossage a été usiné dans une tôle de 0.5 mm d'épaisseur et non pas dans une de 0.3 mm. Or, la loi de comportement du matériau a été déterminée pour la tôle de 0.3 mm d'épaisseur. Le comportement du matériau étant différent, pour ces rondelles kenol, les calculs éléments finis ne sont plus corrects et en conséquence, le modèle non plus. Enfin, la troisième explication est que la rugosité des tôles est différente. Dans le chapitre 2.3.4, il a été montré que dans la gamme étudiée (Ra entre 0.3 et 0.5 μm), la rugosité n'avait pas d'influence sur le débit de fuite. Mais pour ces rondelles, le Ra mesuré est compris entre 1 et 1.5 μm , soit le triple des joints précédents. La fuite du gaz pourrait être plus aisée à cause d'une rugosité beaucoup plus forte, non prise en compte dans le modèle.

5.7.2 Avec la géométrie "delta"

5.7.2.1 Résultats expérimentaux

Un joint présentant un bossage beaucoup plus fin appelé "delta" a ensuite été utilisé, Fig. 5.7.10. Cette géométrie permet de concentrer les pressions de contact et les déformations sur une zone très étroite. Contrairement aux rondelles kenol, le delta a été usiné dans des tôles de 0.3 mm d'épaisseur dont la loi de comportement a été identifiée. Il a

une hauteur plus faible de $75 \mu\text{m}$ et surtout une largeur à la base beaucoup moins importante que les autres géométries. Cette finesse doit pouvoir favoriser son écrasement et devrait permettre d'avoir des débits de fuite faibles à bas niveau d'effort. Quatre essais ont été réalisés à $3 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$, ce bas niveau d'effort permet d'approcher le seuil de fuite.

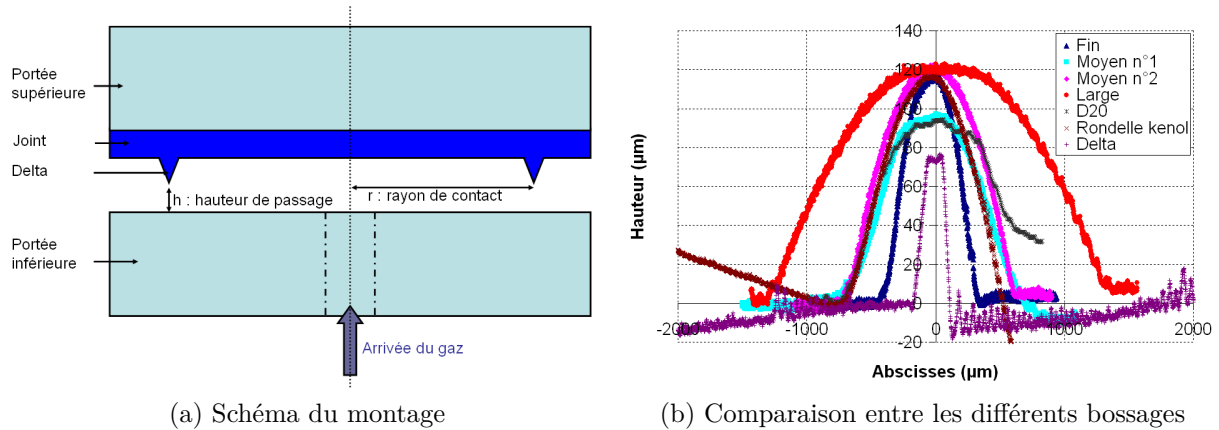


Figure 5.7.10: Caractéristiques du delta

5.7.2.2 Résultats numériques

Ces calculs ont été menés par Garlock dans le cadre du projet EMAIL. Comme pour les autres géométries, le delta a été maillé en lissant la forme mesurée par profilométrie. Mais cette fois, à cause de la forme du delta, le profil a été divisé en trois zones différentes : les flans et le dessus appelé méplat. Les côtés ont été lissés par deux droites et le méplat par un polynôme de degré deux, Fig. 5.7.11. Des congés sont utilisés entre les polynômes afin d'adoucir le profil et éviter d'avoir des mailles très pointues à ces jonctions et donc des points singuliers.

Comme les déformations plastiques seront élevées, le temps de calcul sera lui aussi important. Pour le diminuer, la portée inférieure n'a pas été représentée.

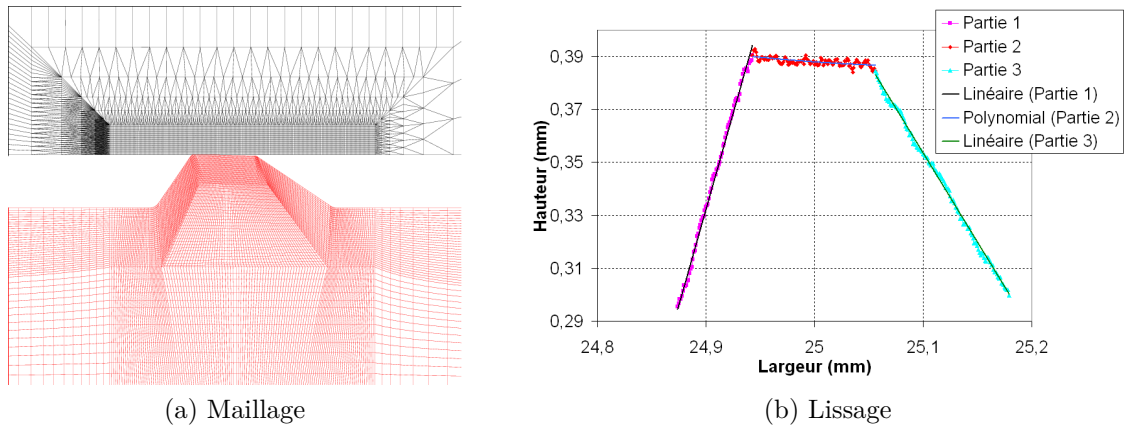


Figure 5.7.11: Maillage et lissage du delta

L'évolution du profil calculé et son adéquation avec les mesures par profilométrie sont représentées en Fig. 5.7.12. Si le méplat n'est pas initialement plat, la différence de hauteur est pratiquement récupérée après 20 min de chargement. L'écrasement se fait rapidement en début de chargement avant d'évoluer plus lentement entre 8 et 10 h. La deuxième figure illustre la bonne description de la déformée par le calcul, les déformées calculée et mesurée se superposent.

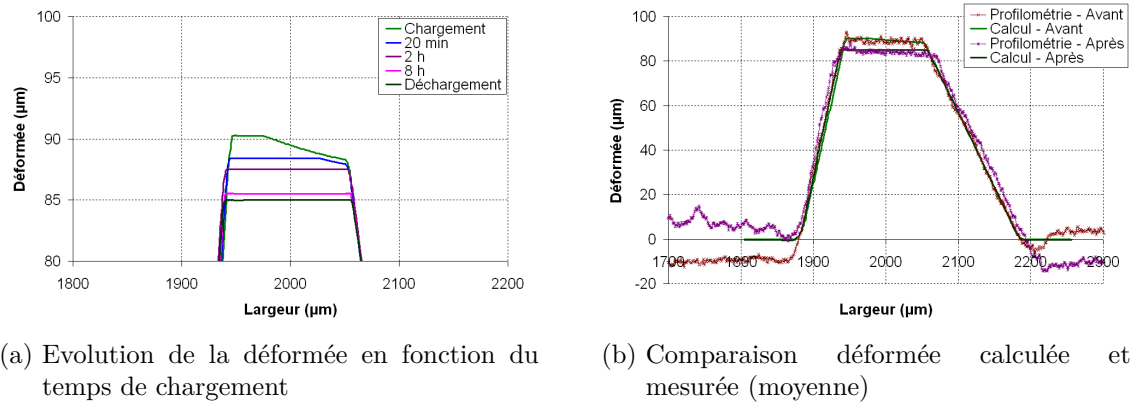


Figure 5.7.12: Evolution de la déformée et comparaison avec la profilométrie

Le delta étant légèrement plus haut vers l'intérieur du modèle, en début de calcul, les contraintes et déformations sont plus élevées dans cette zone. Une fois que la différence de hauteur a été rattrapée, le delta va s'affaisser identiquement de chaque côté. Les déformations et les contraintes les plus élevées seront alors localisées dans les angles supérieurs. On peut aussi voir que dans l'angle de raccordement intérieur entre la base du delta et le joint, la contrainte et la déformation plastique sont plus élevées par un effet de structure. Cette zone devrait introduire une erreur dans le modèle mais son influence

est en réalité très faible. L'inclure ou non dans le calcul de $D_{nœud}$ n'a que très peu d'influence sur le débit de fuite calculé qui reste alors dans la dispersion expérimentale.

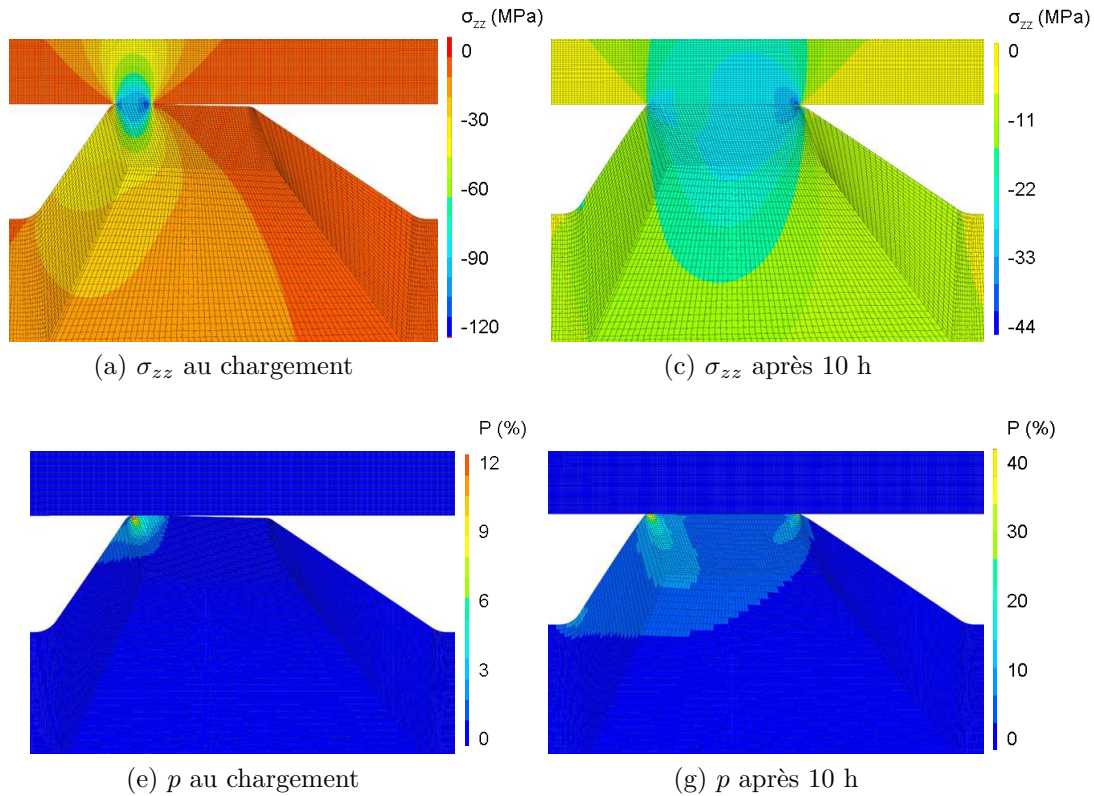


Figure 5.7.13: Champs de σ_{zz} et p au chargement (a) et (e) et après 10 h de maintien (c) et (g)

Le niveau de déformation plastique est très important, près de 40 % pour le maximum le long du contact, Fig. 5.7.14. Soit bien plus que dans le cas où le joint est écrasé par un bossage élastique, même pour des chargements beaucoup plus importants de 15 N.mm^{-1} . Les zones les plus déformées étant celles situées dans les angles du delta, aux extrémités du contact avec la portée. La contrainte axiale est elle aussi élevée pour les nombreux nœuds au contact mais les maxima restent comparables aux cas précédents. Le flan intérieur du delta présente des contraintes non-négligeables de l'ordre de 10 MPa.

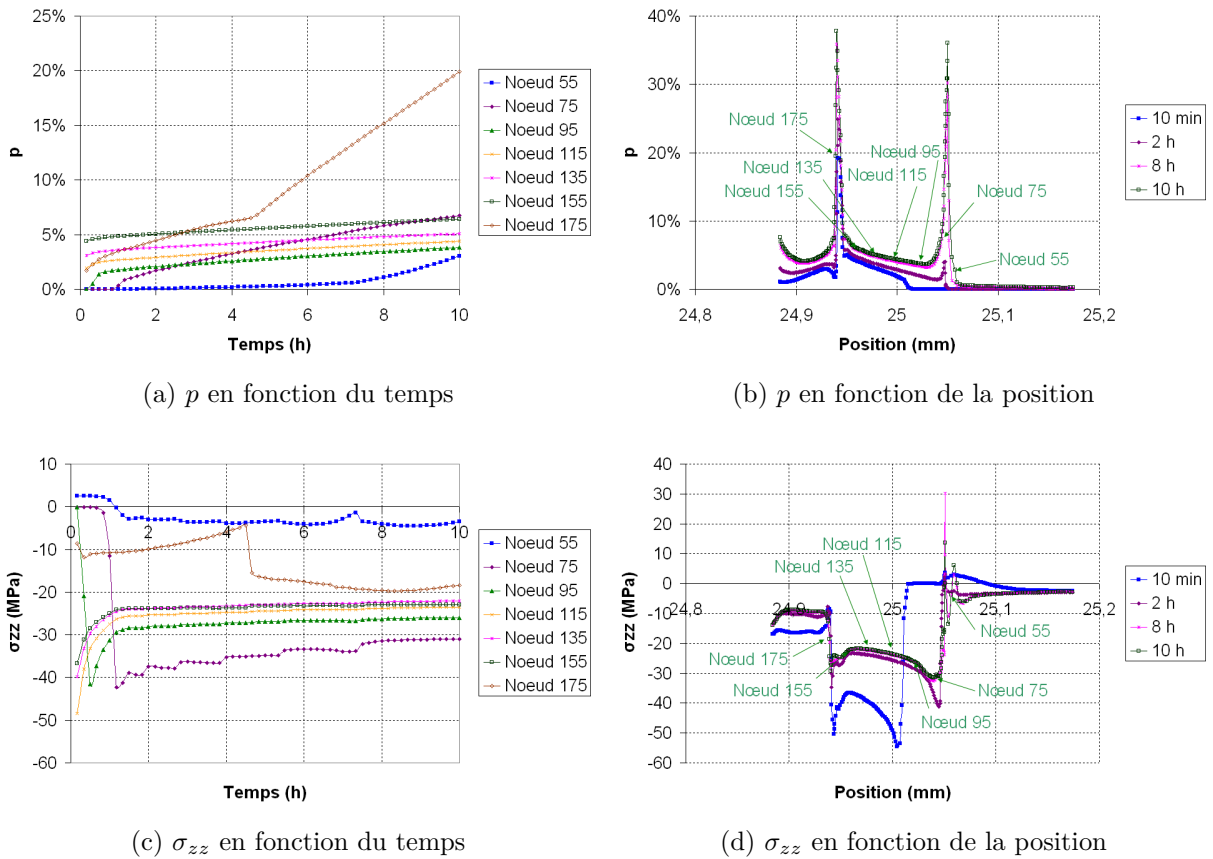


Figure 5.7.14: σ_{zz} et p en fonction du temps de chargement (a) et (c) et de la position (b) et (d) sur la géométrie delta à 3 N.mm^{-1}

5.7.2.3 Résultats du modèle

La zone de contact étant importante, tout le méplat participe à l'étanchéité, Fig. 5.7.15. Finalement, les valeurs de $D_{nœud}$ sur les flans, même si elles restent importantes sont deux à trois ordres de grandeur plus faibles que celles des nœuds réellement au contact. Voilà pourquoi, dans le calcul du débit de fuite, ces nœuds situés sur les côtés ne viendront pas trop perturber le résultat.

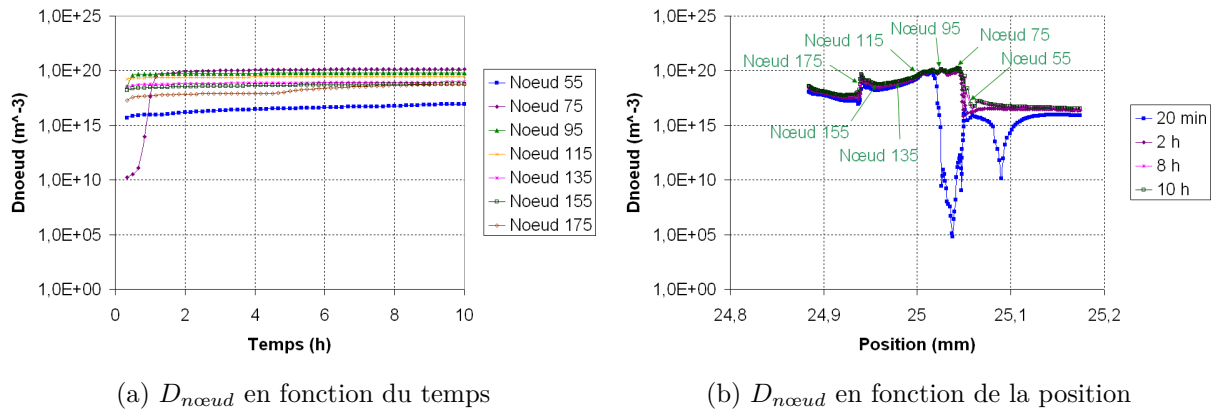


Figure 5.7.15: $D_{nœud}$ en fonction du temps de chargement (a) et de la position (b) sur la géométrie delta à $3 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$

Le modèle a été appliqué sur ce type de géométrie particulière où une portée plane et élastique vient écraser un bossage très aigu et déformable alors qu'il a été optimisé sur le cas d'un bossage élastique venant écraser un joint plan déformable. Le débit de fuite calculé par le modèle se place bien dans la dispersion expérimentale des 4 essais menés sur des deltas, Fig. 5.7.16.

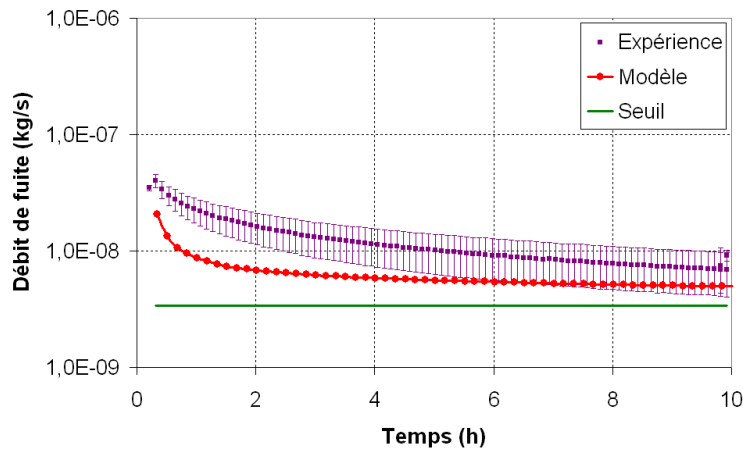


Figure 5.7.16: Influence de la géométrie delta sur le modèle

5.8 Conclusion

Après avoir été optimisé sur quelques cas simples, 4 bossages élastiques différents venant écraser un joint plan déformable, suivant des conditions expérimentales précises, le modèle de fuite a été validé sur de nombreux autres cas. Dans un premier temps, la

stratégie de chargement est changée, avec un chargement ou un déchargement de plus en plus important. Le modèle est capable de suivre l'évolution du débit de fuite même s'il y a de fortes variations de la fuite lorsque l'effort est augmenté. Si le déchargement est trop important (1 N.mm^{-1}), il peut y avoir une perte d'étanchéité qui n'est pas prise en compte dans le modèle. Il faudrait alors introduire dans le modèle un niveau de contrainte seuil provoquant la perte d'étanchéité. Ces cas de chargement montrent l'importance du modèle dans la définition d'un chargement optimal pour l'EVHT. En effet, il peut être plus intéressant de serrer fort en début de chargement, ce qui permet d'atteindre de bons débits de fuite, puis de desserrer afin de limiter ainsi l'enfoncement au cours du temps par fluage tout en conservant l'étanchéité. L'enfoncement pouvant poser des problèmes de conception pour l'ensemble de l'empilement.

Ensuite, une autre gamme de pression que celle de 200 mbar pourrait être utilisée, la loi utilisée étant validée entre 50 et 1000 mbar. Des recherches portent en ce moment sur des montages permettant la production d'hydrogène à plus haute pression afin d'avoir un hydrogène directement stockable, sans passer par une étape de compression.

Si la géométrie du poreux est modifiée au travers du périmètre de contact entre le joint et la portée, le modèle gère à nouveau bien ce changement et le débit de fuite calculé est validé par les expériences. Des modifications géométriques sur les montages peuvent alors être envisagées afin d'améliorer l'étanchéité.

En revanche, le modèle ne semble être validé qu'à la température de 800 °C. En effet, il ne permet pas de reproduire correctement l'avantage que procure une montée en température par l'augmentation de la vitesse de fluage entraînant alors une diminution du débit de fuite. Il faudrait vérifier le modèle pour d'autres gammes de température afin de voir si le modèle doit vraiment être réoptimisé à chaque fois que change la loi de comportement du matériau. Comme c'est le cas lorsque la température change ou comme cela le serait si la nature du matériau du joint devait être modifiée.

Les essais avec d'autres gaz comme l'hélium et l'argon hydrogéné ont donné de bons résultats ce qui est rassurant pour une utilisation sous hydrogène dans le cadre des projets du laboratoire. Mais d'autres applications peuvent être imaginées pour d'autres gaz.

Enfin, avec des géométries modifiées, le modèle donne des résultats contrastés. Dans le cas du bossage en FeCrAl écrasé par la portée en Udimet 720 plane, le modèle est très loin des débits de fuite mesurés et d'autant plus que l'effort de serrage est faible. Cette différence pourrait venir d'un changement de loi de comportement, lié à un usinage des rondelles dans une tôle d'épaisseur différente. Ceci vient corroborer ce qui a été constaté avec les essais en température. Pour ce cas de chargement, des problèmes expérimentaux de planéité peuvent être aussi évoqués. Lorsque la loi de comportement change, le modèle n'est plus valide, il faut mener une nouvelle optimisation. Pour ce qui est des essais sur delta, sur un type de géométrie complètement différent de ceux ayant servi à l'optimisation, les résultats sont très bons et le modèle vient bien se placer dans la dispersion expérimentale. Ce point apparaît important pour utiliser le modèle dans le cadre du développement de nouveaux joints à partir de calculs aux éléments finis.

Conclusion et perspectives

Rappel des objectifs

L'objectif de ce travail était de pouvoir proposer pour l'EVHT, un modèle pragmatique d'étanchéité capable de prévoir un débit de fuite sans avoir à réaliser de nombreux essais. Il fallait pour cela parvenir à la détermination des paramètres gouvernant la fuite tant expérimentalement que numériquement.

Bilan des travaux effectués

Dans la partie expérimentale, des essais d'étanchéité ont été réalisés sur le banc d'essai BAGHERA qui permet de lier le débit de fuite à l'effort appliqué et à l'écrasement du joint. Ces essais ont été menés à 800 °C sous air sur des joints modèles pour lesquels un bossage élastique en Udimet 720 vient écraser un joint plan en FeCrAl. Les niveaux d'effort relativement bas appliqués, entre 3 et 10 N.mm⁻¹, sur 4 géométries différentes (fin, moyen n°1, moyen n°2 et large) ont permis de balayer une gamme de fuite entre 1.0e⁻² et 1.0e⁻⁴ Nml.min⁻¹.mm⁻¹ proche du seuil de fuite envisagé dans le cadre de l'application. Tous les essais ont été doublés voire triplés afin de pouvoir tenir compte de la dispersion expérimentale qui peut être importante sur ce type d'essai. Les mesures ont mis en avant le rôle de l'effort de serrage et de l'acuité du bossage sur le débit de fuite. On vérifie que le débit de fuite diminue lorsque l'effort augmente ou lorsque le bossage s'affine. La rugosité, dans la plage étudiée, ne semble pas avoir une influence sur la fuite. Les essais qui ont une durée de 10 h montrent que la fuite diminue fortement en début d'essai avant de se stabiliser après quelques heures de maintien. L'évolution du débit de fuite est mis en parallèle avec la déformée du joint, plus celle-ci est marquée (lorsque le bossage est fin ou l'effort de serrage important), plus le débit de fuite est faible.

Ces essais d'étanchéité ont ensuite été simulés avec le code Cast3m en utilisant une loi de comportement élastique pour les portées et une loi viscoplastique pour le joint. Ces simulations ont révélé qu'à partir d'une seule géométrie, il était possible de prédire le débit de fuite en connaissant la longueur de contact ou la déformation plastique cumulée. En revanche ces paramètres s'avèrent insuffisants dès lors que la géométrie varie. Il faut alors pouvoir proposer un critère plus riche afin de déterminer le débit de fuite quels que soient la géométrie et l'historique de chargement.

Un modèle est proposé en se basant sur une loi simple d'écoulement en milieu poreux, la loi de Darcy. Elle lie la fuite aux paramètres géométriques du milieu, aux propriétés du fluide et à la différence des carrés des pressions entre le volume à étancher et le milieu extérieur. En se basant sur les lois locales d'endommagement de fluage, on retient un paramètre unique D_{noeud} , permettant de relier le bouchage des porosités à des paramètres mécaniques accessibles par éléments finis que sont la déformation plastique cumulée et la contrainte axiale. Ce paramètre mécanique représentatif de la porosité du milieu est ensuite relié à la fuite par la loi de Darcy. Un modèle à trois paramètres a été ajusté. Ces trois paramètres permettent alors d'avoir une bonne adéquation entre la fuite prévue par le modèle et celle qui a été effectivement mesurée.

Dans le dernier chapitre, les limites du modèle sont testées. Pour cela, les paramètres expérimentaux sont modifiés. Le modèle se montre prédictif dans les cas où la stratégie de chargement, la pression, le rayon de contact ou la nature du fluide sont modifiés. De même, lorsque l'on en vient à changer complètement l'essai, en faisant s'écraser un joint présentant un delta usiné contre une portée plane, le modèle fonctionne bien. En revanche, lorsque la température est modifiée ou lors de l'utilisation des rondelles avec bossage déformable, le modèle est mis en défaut. Une des explications possible pourrait être le changement de la loi de comportement soit en température d'une part ou soit lors de l'utilisation de tôles différentes d'autre part. Il apparaît alors que les coefficients optimisés ne pourraient être valables que pour une loi de comportement donnée, ce qui pourrait conduire à les optimiser à nouveau si la loi venait à changer. L'utilisation d'autres conditions expérimentales venant à modifier le comportement du FeCrAl ou l'utilisation de nouveaux matériaux nécessiteront de réoptimiser les trois paramètres du modèle et de mener pour cela les essais et calculs associés. Enfin, cette partie a aussi montré qu'il était possible d'établir l'étanchéité à un effort donné, puis de diminuer l'effort de serrage tout en maintenant un bon niveau de fuite. Ce point aura un impact important sur la conception générale des empilements EVHT.

Perspectives

Tout l'enjeu du projet EMAIL était de pouvoir définir un joint à faible niveau de serrage de manière à pouvoir protéger la cellule électrochimique. Grâce à ce modèle, le niveau de serrage des joints existants pourra être mieux défini en estimant à la fois le niveau de fuite attendu et la probabilité de rupture de la cellule. De plus, le fait de pouvoir tenir compte d'un historique de chargement relativement compliqué (serrage à 800 °C, puis desserrage partiel. . .) est un avantage indéniable aujourd'hui. Des améliorations de design, de choix matériaux ou de trajet de chargement seront possibles grâce au développement de l'approche proposée. Ceci dit, le coefficient de dilatation thermique de la cellule étant significativement inférieur à celui des matériaux métalliques l'enserrant (joint ou interconnecteurs), le chargement le plus pénalisant pour elle reste un transitoire thermique entre la température de fonctionnement et la température ambiante. La perspective la plus importante de ce travail sera donc de pouvoir modéliser

l'étanchéité avec de fortes variations de température. A plus long terme, une autre perspective pourrait être d'adapter ce modèle à l'étanchéité à base de verre/vitrocéramique dont le comportement à haute température est aussi viscoplastique.

Annexes

Appendix A

Optimisation de la taille de maille

Des calculs préliminaires ont d'abord été effectués sur la géométrie présentant le bossage n°2, pour un chargement de 5 N.mm^{-1} . Cela dans le but de déterminer la taille de maille optimale permettant de bien décrire les champs mécaniques localement au contact entre le bossage et le joint tout en limitant les temps de calcul. Le nombre de nœuds dans la zone de contact varie de 35 à 419 selon la finesse du maillage. Dans la première partie, on étudiera l'influence que cette taille de maille a sur les champs mécaniques puis par la suite, sur le modèle de fuite. Le nombre optimal de nœud a été déterminé à 337 dans la zone de contact pour une taille de maille de $1 \mu\text{m}$.

A.1 Influence de la taille de maille sur les champs mécaniques locaux

Il est d'abord important de voir quelle influence aura la finesse du maillage sur les champs mécaniques locaux. En effet, ce sont les champs au contact qui nous intéressent pour leur lien avec le débit de fuite. Différents calculs ont été faits en prenant des mailles de plus en plus petites dans la zone de contact allant de 0.01 mm ce qui correspond au calcul à 35 nœuds et $0.8 \mu\text{m}$ pour celui avec 419 nœuds. Les champs sont étudiés à différents instants : 20 min, 2 h, 8 h et 10 h puisque pour le modèle, ce n'est pas seulement la valeur et la distribution des champs qui nous intéressent mais aussi toute l'histoire qui a pu précéder cet instant. Il est donc important de s'assurer que la taille de maille sélectionnée sera la bonne tout au long du chargement.

A.1.1 Influence de la taille de maille sur σ_{zz}

Ainsi, sur la Fig. A.1, σ_{zz} est tracée en fonction de la position pour différentes finesesses de maillage allant de 35 à 419 nœuds dans la zone de contact. Avec 35 nœuds, il n'y a pas d'évolution entre 20 min et 10 h, la distribution des contraintes reste quasiment

identique en cours de chargement. En augmentant de 35 à 113 nœuds, la distribution des contraintes est fortement influencée par la taille de maille, ce qui semble être moins le cas par la suite. La longueur de contact diminue fortement de 35 à 67 nœuds avant d'être relativement stable. C'est aussi à partir de 113 nœuds que l'on commence à apercevoir "le creux" entre les deux pics de contrainte, creux qui correspond au contact initial entre le bossage et le joint. Pour avoir un aperçu plus fin, des zooms sont présentés sur les graphiques de droite. Sur ces parties agrandies, on voit bien qu'à partir de 223 nœuds, la répartition des contraintes est globalement la même mais que les valeurs de σ_{zz} continuent à augmenter légèrement. C'est réellement en passant de 337 à 419 nœuds que le changement a le moins d'influence et que ces courbes sont les plus proches et cela à tous les instants.

A.1 Influence de la taille de maille sur les champs mécaniques locaux

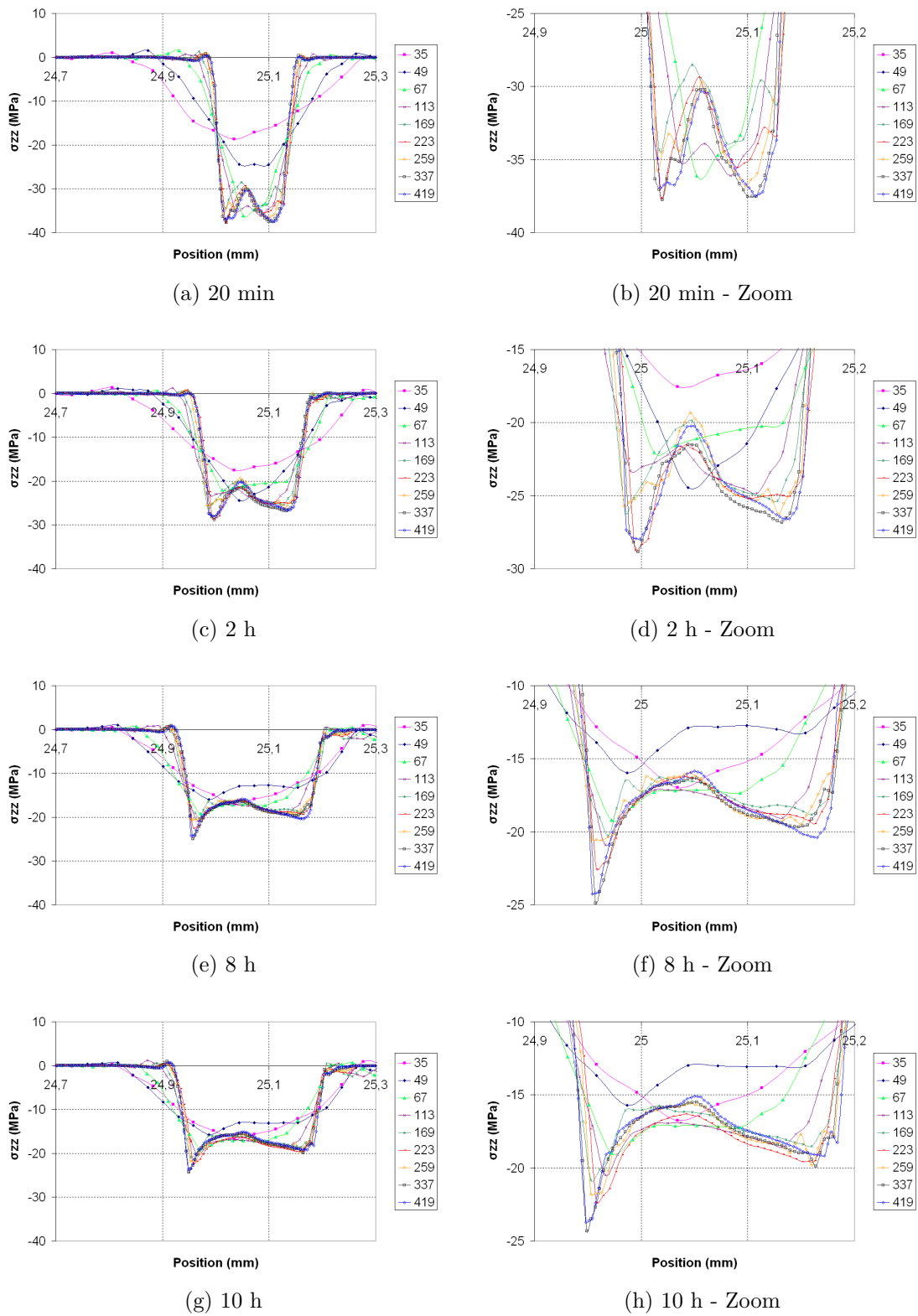


Figure A.1: σ_{zz} à différents temps en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen $n^{\circ}2$ à 5 N.mm^{-1}

A.1.2 Influence de la taille de maille sur p

On s'intéresse maintenant au deuxième champ mécanique utilisé dans le modèle, la déformation plastique cumulée p . A très forte taille de maille dans la zone de contact, la distribution de p le long du contact a la forme d'une courbe présentant un seul maximum, Fig. A.2. C'est, ici aussi, avec 113 nœuds que dès 20 min de chargement, qu'une courbe avec deux maxima se dessine. Ensuite, à partir de 169 nœuds, la finesse du maillage ne semble plus avoir beaucoup d'influence sur la déformation plastique cumulée et il faut zoomer pour mieux voir comment les courbes se placent. Comme pour σ_{zz} , la distribution de p est alors peu influencée lorsque le nombre de nœuds augmente même si p continue à augmenter légèrement jusqu'à 337 nœuds. C'est ensuite lorsque cette finesse est atteinte que p évolue peu.

A.1 Influence de la taille de maille sur les champs mécaniques locaux

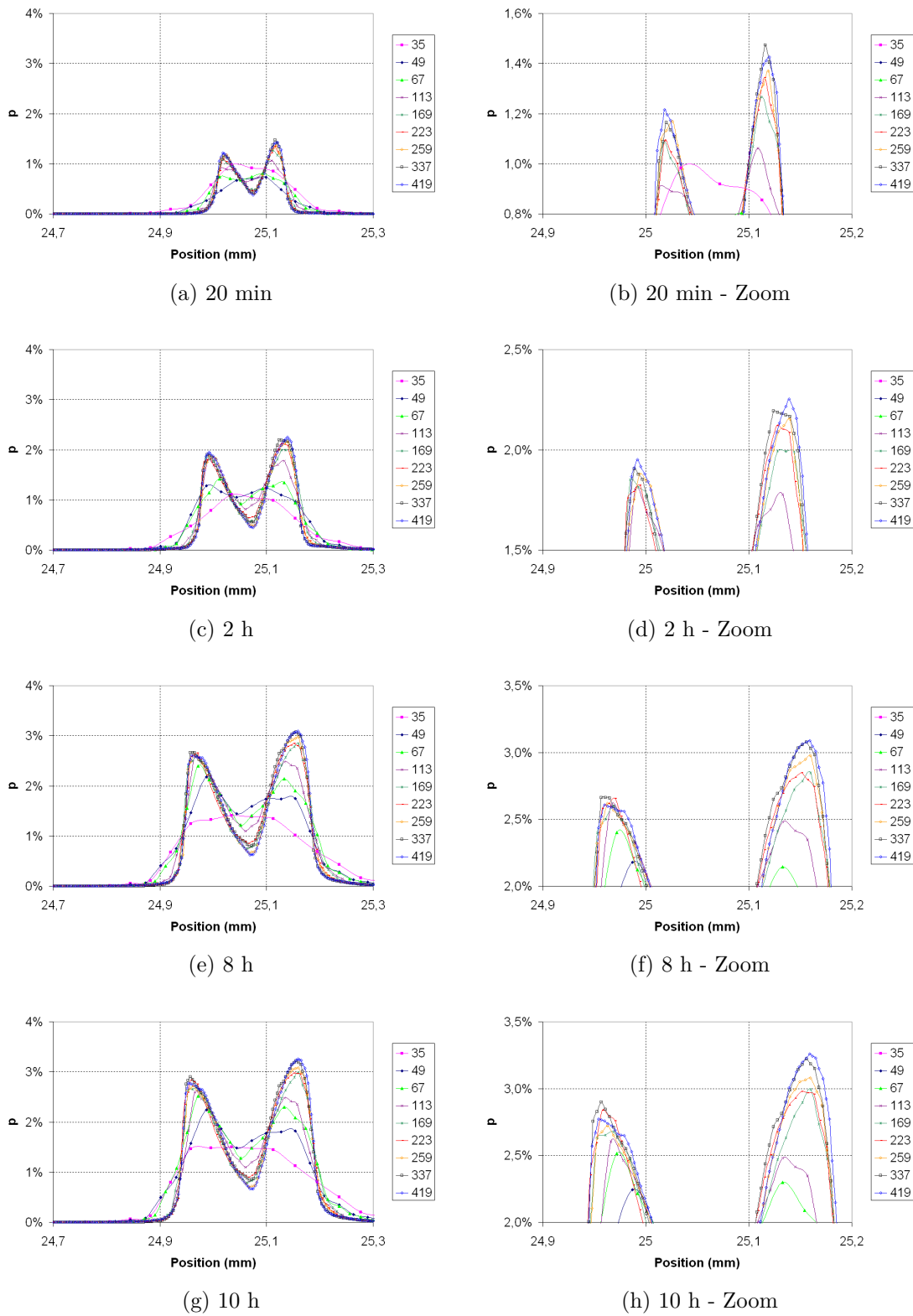


Figure A.2: p à différents temps en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen $n^{\circ}2$ à 5 N.mm^{-1}

A.2 Influence de la taille de maille sur le modèle

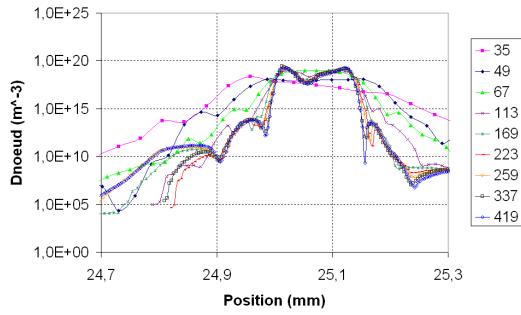
Maintenant que le rôle du maillage a été étudié pour les champs, localement au contact, il est important de voir son influence sur le modèle.

A.2.1 Influence de la taille de maille sur $D_{nœud}$

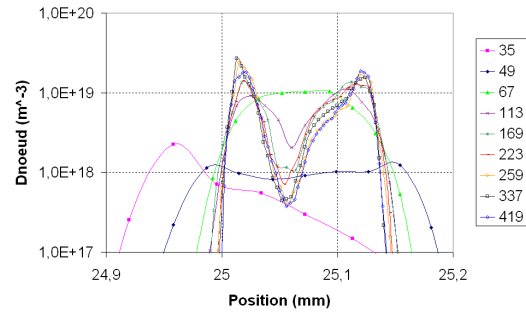
Comme précédemment, $D_{nœud}$ a été tracé en fonction du nombre de nœuds à différents temps de chargement, Fig. A.1. Sur les graphiques de gauche, l'échelle utilisée est logarithmique afin de mieux voir la répartition de $D_{nœud}$ le long du contact et sur ceux de droite un zoom est effectué avec une échelle linéaire pour mieux différencier les différentes courbes. Pour rappel, $D_{nœud}$ est calculé en intégrant les champs mécaniques locaux sur le trajet de chargement, Eq. A.2.1. Ainsi, le calcul à 10 h tient compte des distributions de contrainte et de déformation plastique cumulée jusqu'à cet instant.

$$D_{nœud} = \int_p \lambda \left(\frac{|\sigma_{zz}|}{\sigma_{ref}} \right)^\alpha \left(\frac{p}{p_0} \right)^\beta dp \quad (\text{A.2.1})$$

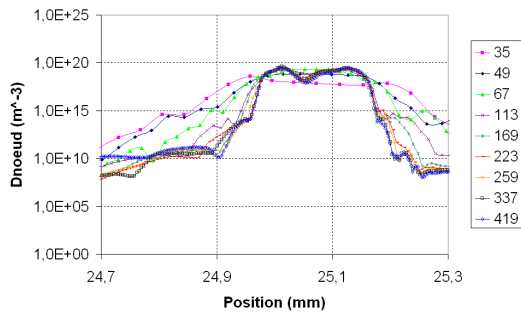
Ce qui a été observé pour un temps donné pour les champs mécaniques est ici confirmé sur la durée du chargement. De 35 à 113 nœuds, l'affinage du maillage permet de diminuer la longueur de contact et de voir apparaître la forme caractéristique avec deux maxima. Il faut ensuite pouvoir zoomer afin de séparer les courbes qui semblent très proches. Sur les graphiques agrandis, les courbes avec les maillages ayant 259, 337 et 419 nœuds sont très proches. Et c'est donc dans cette gamme là que la taille de maille optimale se situe.



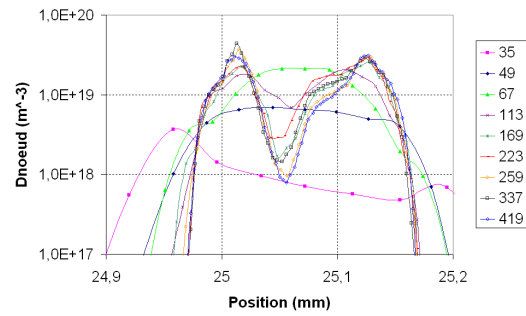
(a) 20 min



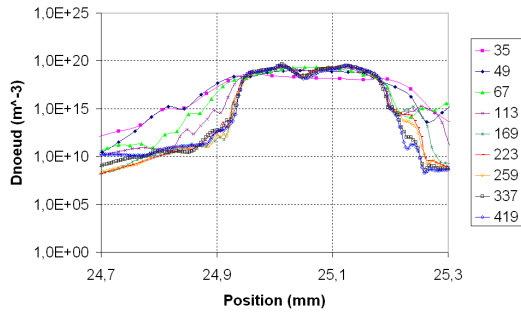
(b) 20 min - Zoom



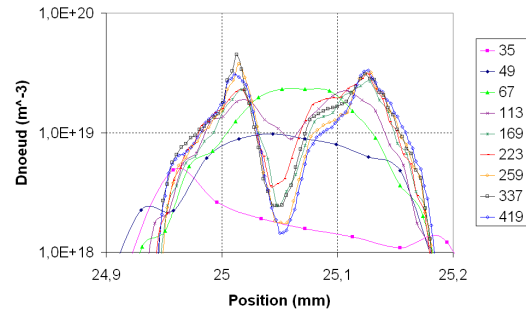
(c) 2 h



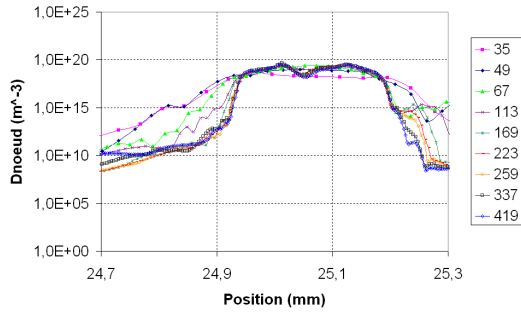
(d) 2 h - Zoom



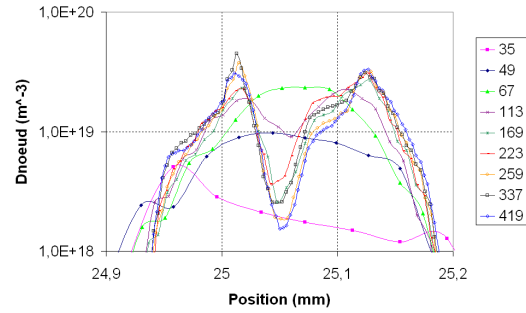
(e) 8 h



(f) 8 h - Zoom



(g) 10 h



(h) 10 h - Zoom

Figure A.1: D_{noeud} à différents temps en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen $n^{\circ}2$ à 5 N.mm^{-1}

A.2.2 Influence de la taille de maille sur le débit de fuite

Le calcul du débit de fuite se fait en intégrant les valeurs de $D_{nœud}$ pour tous les nœuds du contact, Eq. A.2.2. Une lecture brute des graphiques de la Fig. A.2, montre qu'une taille de maille importante, avec 67 nœuds au contact, permet de se rapprocher au mieux de la courbe de débit de fuite calculée avec 419 nœuds. Alors que comme il a été vu précédemment la répartition des contraintes et de la déformation plastique cumulée sont très différentes pour ces deux maillages. Il y a pour ce maillage à 67 nœuds, compensation entre une longueur de contact plus grande et des valeurs des champs mécaniques plus faibles. Il ne faut alors pas ajuster la taille de maille seulement sur le débit de fuite mais il faut aussi tenir compte de la bonne répartition des champs mécaniques.

$$Q_m = \frac{\delta}{2 \int_{r_i}^{r_e} \frac{D_{nœud}}{r} dr} (P_e^2 - P_i^2) \quad (\text{A.2.2})$$

Il est en revanche assez difficile de prévoir quelle va être l'influence d'une taille de maille très fine sur le débit de fuite. En effet, il n'y a pas, par exemple de diminution du débit de fuite jusqu'à atteindre une limite liée à la taille de maille optimale. Ici, le débit de fuite calculé diminue fortement en passant à 35 puis 49 et enfin aux autres nombres de nœuds. Mais ensuite, entre 67 et 419, le débit de fuite est presque identique et ne diminue plus régulièrement. Il va même augmenter aux passages de 67 à 113 ou de 337 à 419 nœuds. Néanmoins, cette variation du débit de fuite d'un maillage à l'autre reste plus faible que la dispersion expérimentale et un nombre de nœuds de 337 au contact semble bien pouvoir décrire l'expérience.

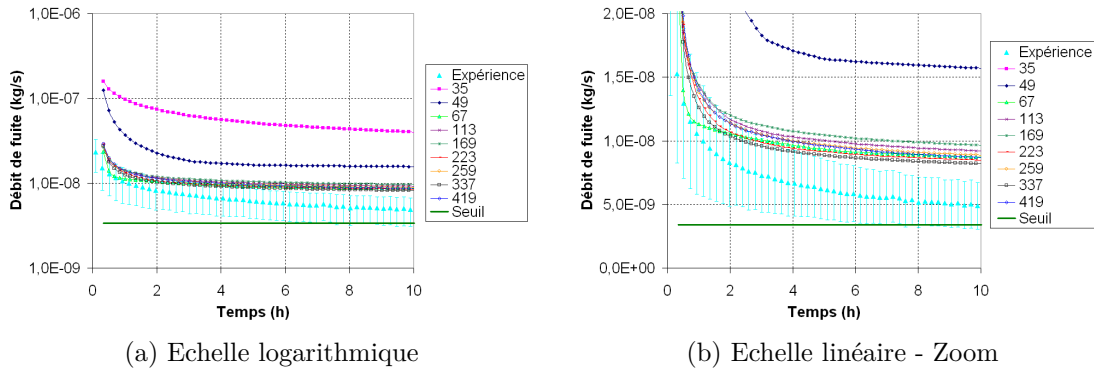


Figure A.2: Débit de fuite calculé par le modèle en fonction du nombre de nœuds pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm⁻¹

A.3 Conclusion

Pour résumé, le nombre de nœuds a une grande influence tout d'abord sur les champs mécaniques locaux puis sur le débit de fuite calculé. De 35 à 169 nœuds, l'influence de la taille de maille est importante alors qu'ensuite, il faut regarder plus finement pour voir l'influence du maillage. La contrainte axiale et la déformation plastique cumulée augmentent jusqu'à 337 nœuds avant de stagner. C'est à partir de ce nombre de nœuds qu'un raffinement n'est plus nécessaire. Sur la répartition de $D_{nœud}$, un nombre de nœuds de 259 ou 337 permet d'obtenir un résultat proche de celui obtenu avec 419 nœuds. Enfin, sur l'influence du maillage sur le débit de fuite, il faut faire attention de ne pas regarder que le résultat final sans prendre en compte plus localement la valeur des champs pour ne pas sélectionner une mauvaise taille de maille. Il n'est pas ensuite possible, lorsque le maillage devient très fin, d'établir un lien très clair entre le nombre de nœuds et le débit de fuite. Ce dernier pouvant augmenter ou diminuer avec le nombre de nœuds. La taille de maille retenue pour les calculs est celle de 1 μm correspondant ici à **337 nœuds** le long du contact.

En ce qui concerne les essais à chargement variable, d'une durée de 30 h, le maillage a été diminué pour limiter les temps de calcul devenus très importants (plus d'un mois avec le bossage large). Le nombre de nœud dans la zone de contact a été diminué pour atteindre des valeurs comprises entre 169 et 223 nœuds pour le bossage moyen n°2. Un nombre de nœuds qui, comme il a été vu précédemment, permet tout de même d'obtenir une bonne répartition des champs mécaniques et d'avoir un débit de fuite calculé proche de l'optimum.

Sur la Fig. A.1, les calculs obtenus après 30 h (mailles plus grosses) et ceux après 10 h (mailles fines avec 337 nœuds au contact) de chargement peuvent être comparés. Pour rappel, il avait été constaté pour ces essais là une dégradation du débit de fuite mesuré, à cause du vieillissement des palets. Globalement, l'effet du maillage est limité et reste inférieur à la dispersion expérimentale. On peut noter que, sauf dans le cas du chargement croissant avec le bossage large, le débit de fuite calculé ici augmente légèrement lorsque la taille de maille diminue.

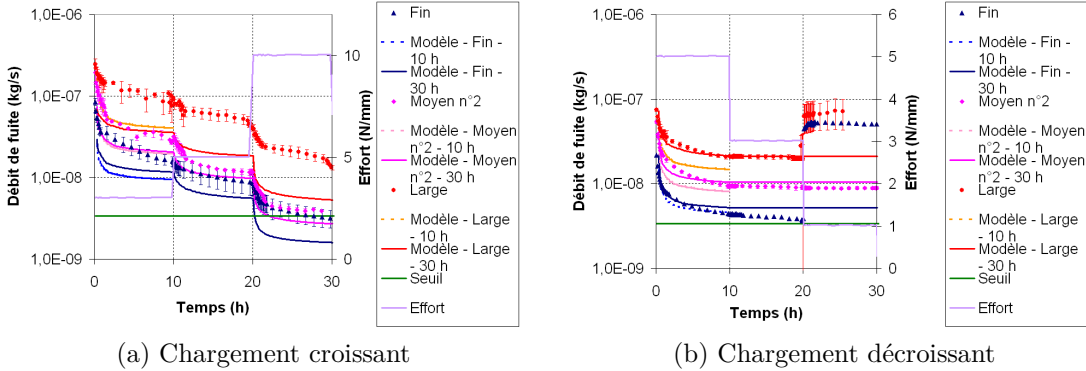


Figure A.1: Influence de la taille de maille sur le débit de fuite calculé à chargement variable

Appendix B

Influence du frottement

Une fois la bonne taille de maille déterminée dans l'annexe A, l'influence du coefficient de frottement sur les champs mécaniques puis sur le modèle est étudiée. Le frottement est appliqué d'une part entre la portée inférieure et le joint et d'autre part entre la portée supérieure et le joint, Fig. B.1. Dans le chapitre 3, le coefficient de frottement avait été déterminé en calant la déformée calculée par éléments finis sur celle mesurée par profilométrie laser sur les essais avec la géométrie de bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1} . Différents coefficients ont été étudiés allant de 0 à 0.5 et le coefficient de 0.2 a été retenu.

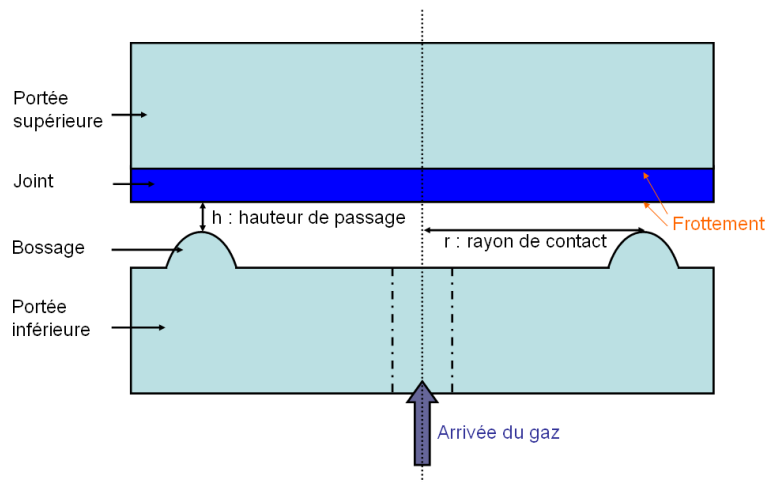


Figure B.1: Application du frottement dans le modèle

B.1 Influence du frottement sur les champs mécaniques locaux

Comme pour ce qui a été fait dans l'annexe A, l'effet du frottement est d'abord regardé par rapport aux champs mécaniques calculés le long du contact et qui ont montré un

lien avec le débit de fuite : la contrainte axiale σ_{zz} et la déformation plastique cumulée p . De la même façon, cet effet est étudié à différents temps : 20 min, 2 h, 8 h et 10 h.

B.1.1 Influence du frottement sur σ_{zz}

Les différents graphiques de la Fig. B.1 permettent de voir l'évolution au cours du temps de la distribution des contraintes le long du contact entre le bossage et le joint. La première chose qui est à remarquer est la distribution quasi symétrique des contraintes dans le calcul sans frottement. Ce qui n'est plus le cas dès 0.1 de frottement : le creux entre les deux maxima est plus marqué et est plus décalé vers l'intérieur du joint plutôt qu'au centre du contact. On constate qu'après 20 min de chargement, les longueurs de contact sont peu différentes entre les différentes courbes. En revanche, il y a déjà à cet instant, une différence dans les valeurs maximales qui sont atteintes. Pour les temps de chargement plus long, il y a par contre une nette différence de longueur de contact, celle-ci diminuant lorsque le coefficient de frottement augmente. Parallèlement, le niveau de contrainte pour les nœuds au contact augmente lorsque le frottement augmente. L'introduction du coefficient de frottement limite l'écoulement de matière sur les côtés ce qui diminue la longueur de contact et donc la redistribution des contraintes. De manière générale, le choix du coefficient de frottement a plus d'effet sur la distribution des contraintes le long du contact que peut en avoir le nombre de nœuds au contact (lorsqu'il est supérieur à 169).

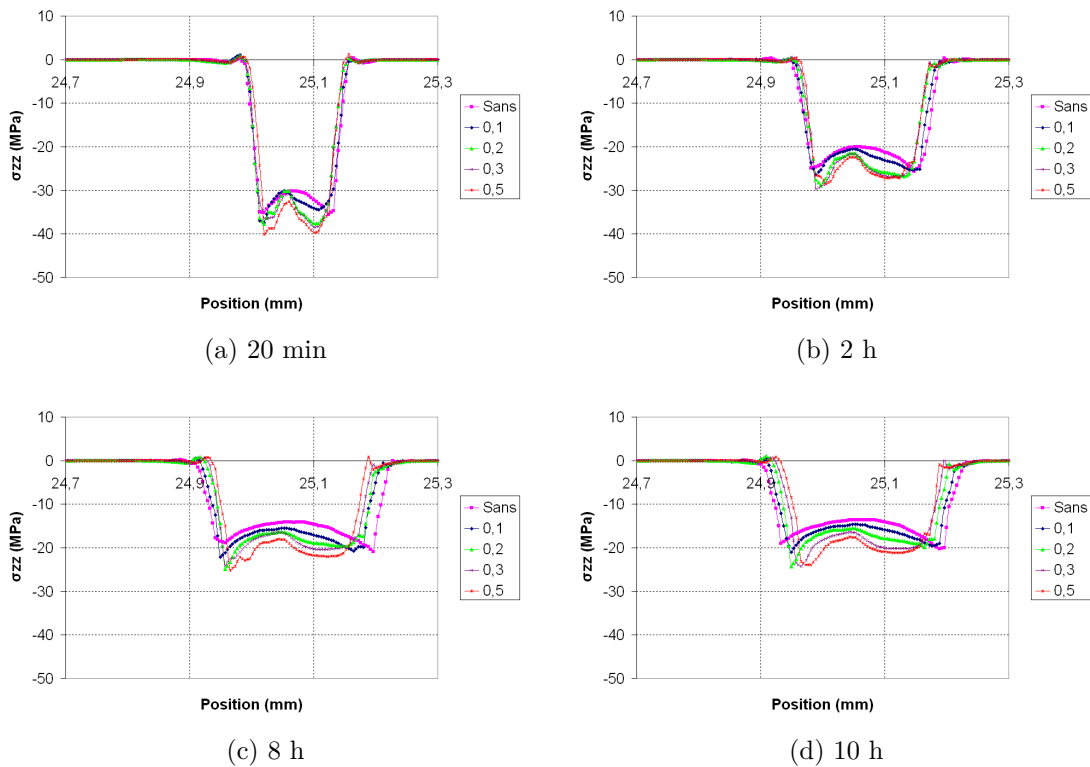


Figure B.1: σ_{zz} à différents temps en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à $5 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$

B.1.2 Influence du frottement sur p

Toujours suivant le même principe, c'est cette fois la déformation plastique cumulée qui est représentée en fonction du coefficient de frottement à différents temps, Fig. B.2. En comparaison avec la distribution des contraintes, le frottement n'a pas pour effet de déplacer le minimum de déformation entre les deux maxima. Il y a par contre une évolution entre les deux pics. Lorsqu'il n'y a pas de frottement ou que le coefficient est de 0.1, le maximum de déformation est atteint pour le pic situé vers l'intérieur du joint. Pour les coefficients de frottement supérieurs, ce maximum est atteint dans le pic du côté extérieur du joint. Mais globalement, même si la position du maximum change, sa valeur reste constante. De plus, plus le coefficient de frottement est élevé, plus la zone déformée est étroite ce qui va bien dans le sens de ce qui a été observé avec la contrainte axiale, à savoir que la longueur de contact diminue lorsque le frottement augmente par une diminution de l'écoulement de la matière.

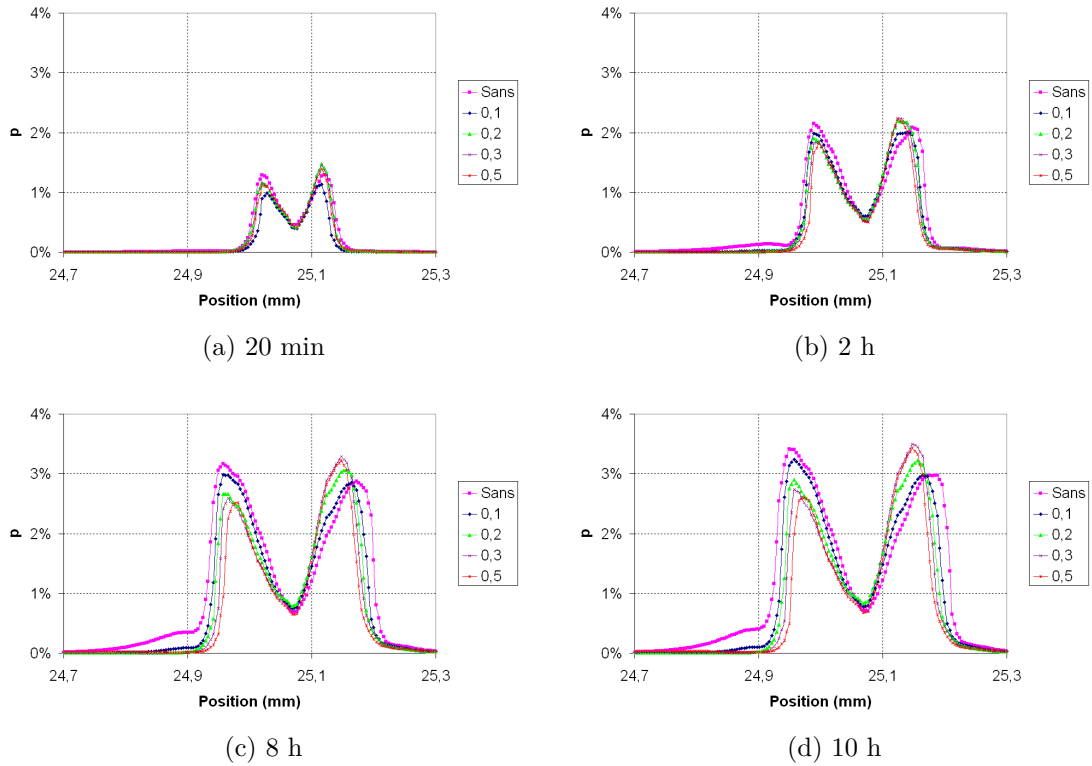


Figure B.2: p à différents temps en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à $5 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$

B.2 Influence du frottement sur le modèle

On s'intéresse dans cette partie au rôle que peut avoir le frottement sur le modèle.

B.2.1 Influence du frottement sur $D_{n\text{œud}}$

$D_{n\text{œud}}$ étant calculé en intégrant σ_{zz} et p le long du trajet de chargement Eq. A.2.1, on retrouve sur les graphiques de la Fig. B.1, les observations précédentes. Tout d'abord, lorsqu'un coefficient de frottement est utilisé le creux entre les deux maxima est plus prononcé et se décale vers l'intérieur du joint. Ensuite, tout comme pour σ_{zz} , le deuxième pic de $D_{n\text{œud}}$ est plus large que le premier. Enfin, la longueur de contact et la zone déformée étant plus étroites avec un fort frottement, $D_{n\text{œud}}$ l'est aussi.

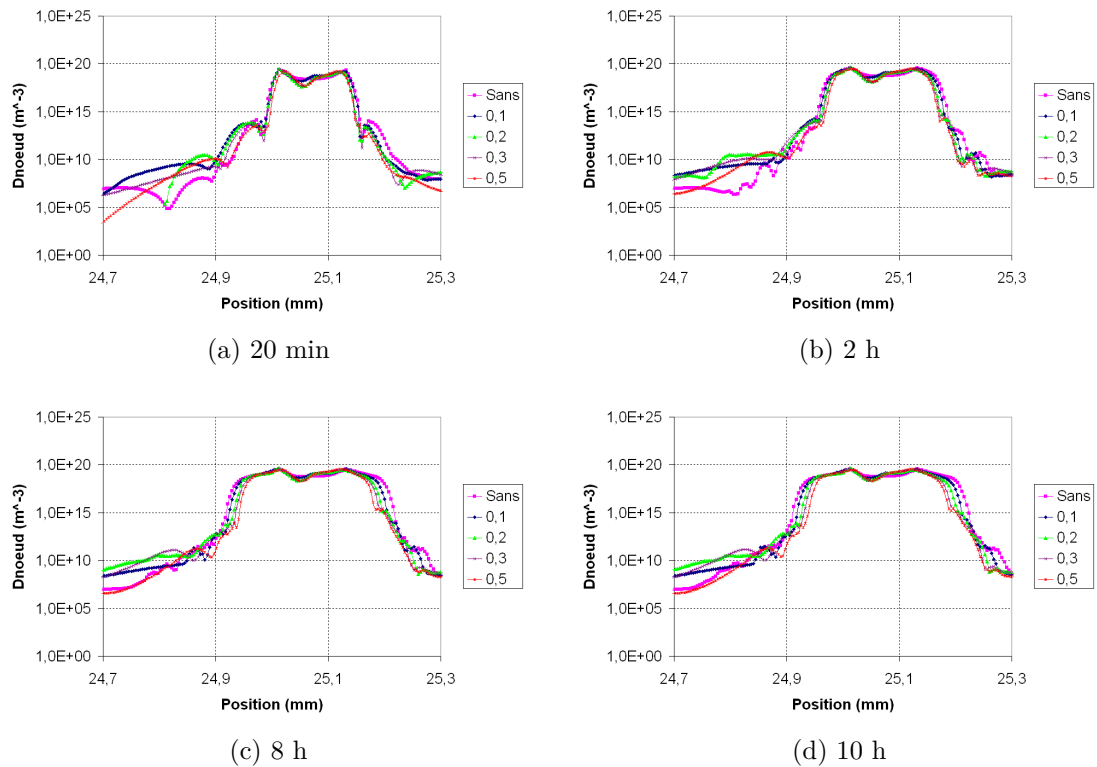


Figure B.1: D_{noeud} à différents temps en fonction du frottement pour le bossage moyen $n^{\circ}2$ à $5 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-1}$

B.2.2 Influence du frottement sur le débit de fuite

En regardant maintenant l'effet du frottement sur le débit de fuite calculé par le modèle, Eq. A.2.2, on s'aperçoit que le coefficient de frottement a très peu d'influence. En effet, sur le graphique (a) de la Fig. B.2, on ne peut discerner les différentes courbes. Et même sur la partie agrandie, 4 des courbes se superposent, seule la courbe pour le calcul avec un coefficient de 0.1 se détache légèrement.

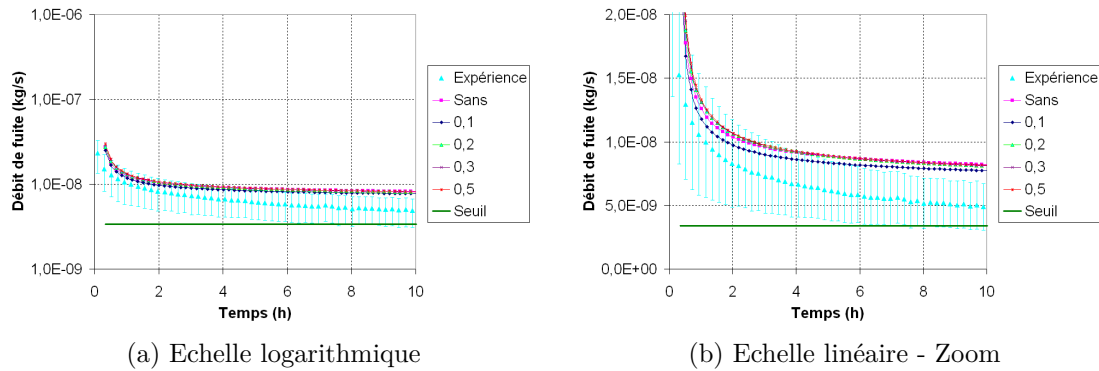


Figure B.2: Débit de fuite calculé par le modèle en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}

La diminution de la longueur de contact est compensée par le deuxième pic qui est bien plus large lorsque le frottement augmente, voir Fig. B.3 où une échelle linéaire est utilisée. Ce qui peut expliquer que l'aire sous la courbe de D_{noeud} ne change presque pas.

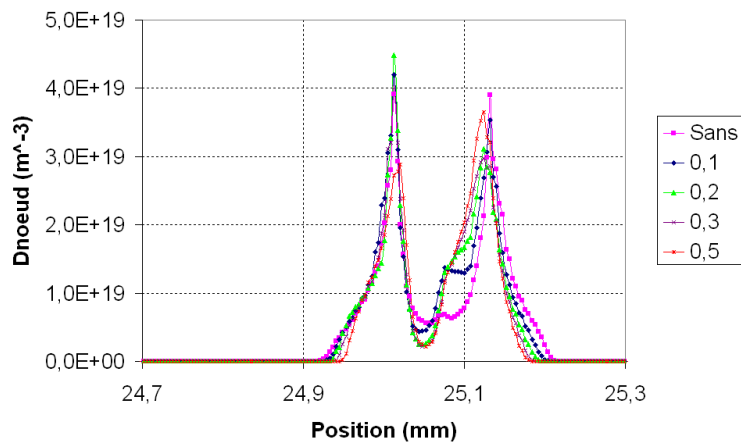


Figure B.3: D_{noeud} après 10 h de chargement en fonction du frottement pour le bossage moyen n°2 à 5 N.mm^{-1}

B.3 Conclusion

Un coefficient de frottement entre 0 et 0.5 a une influence non négligeable sur les champs mécaniques locaux. Par rapport à la contrainte axiale, on note d'une part, une diminution de la longueur de contact lorsque le frottement augmente ce qui conduit à une augmentation des valeurs maximales de contrainte et d'autre part, le creux entre les deux maxima de contrainte se déplace vers l'intérieur du joint lorsqu'un frottement

est appliqué au modèle. Sur la déformation plastique cumulée, la valeur maximale de déformation plastique n'est pas modifiée mais se déplace du pic intérieur vers le pic extérieur pour des coefficients supérieurs à 0.1. L'utilisation d'un coefficient de frottement limite l'écoulement de matière sur les bords du contact ce qui diminue la longueur de contact. Au niveau du modèle, on retrouve sur D_{nceud} les mêmes observations que pour les champs mécaniques. L'aire sous la courbe de D_{nceud} est peu modifiée lorsque le frottement change par une compensation entre les évolutions de la longueur de contact et des champs mécaniques. Quant au calcul du débit de fuite par le modèle, le changement de coefficient de frottement a une influence très négligeable, les débits de fuite étant quasi identiques entre 0 et 0.5 de frottement. La valeur retenue de 0.2 pour les calculs, déterminée en se basant sur les déformées calculées et mesurées, est donc parfaitement valable.

Appendix C

Champs mécaniques locaux

Dans cette annexe, les cartes ainsi que les évolutions des champs mécaniques autres que celles concernant le bossage moyen n°2 sont regroupées. Les graphiques présentés corroborent les résultats de la partie 3.2.

C.1 Bossage fin

C.1.1 Cartes des champs mécaniques

C.1.1.1 Contrainte axiale

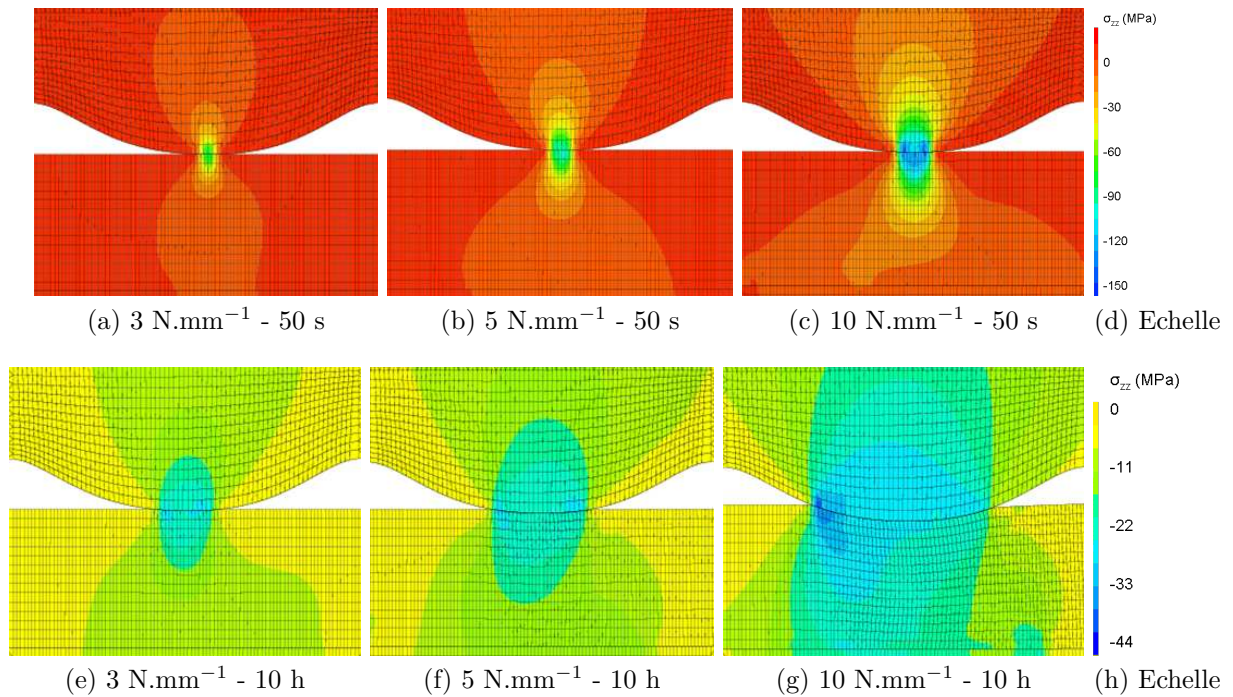


Figure C.1: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour le bossage fin aux différents efforts

C.1.1.2 Déformation plastique cumulée

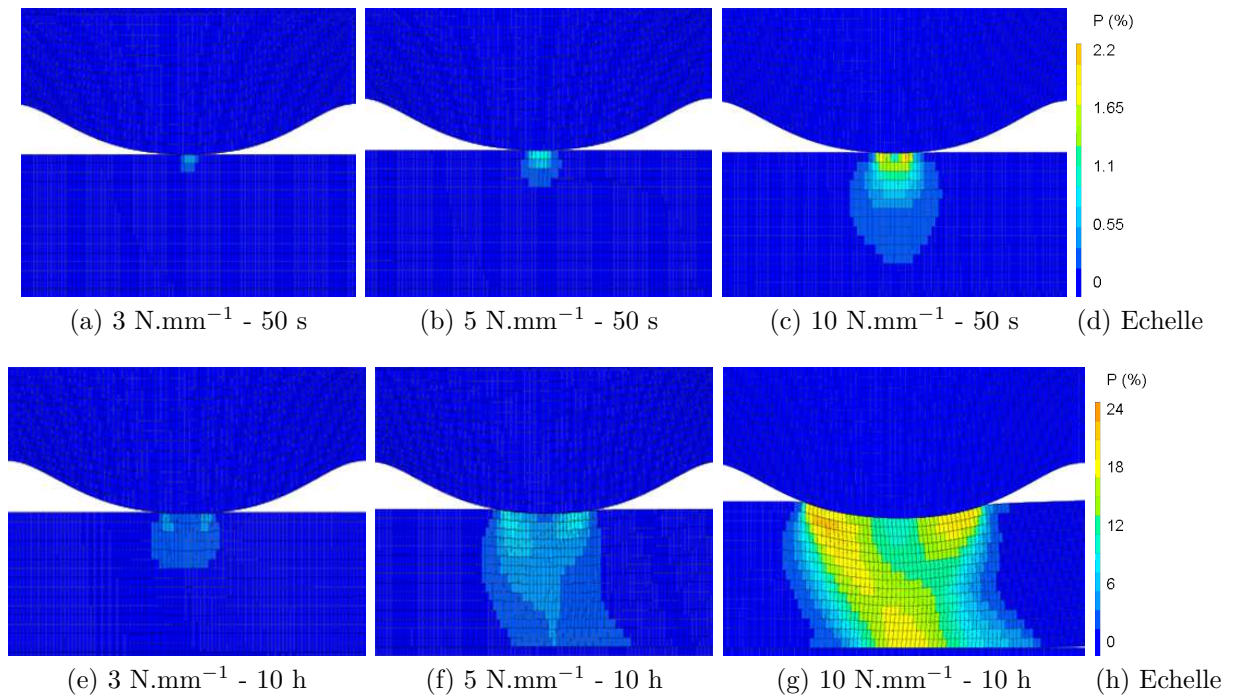


Figure C.2: Champs de p au chargement (a), (b) et (c) et après 10 h (e), (f) et (g) pour le bossage fin aux différents efforts

C.1.2 Evolution des champs mécaniques

C.1.2.1 Contrainte axiale

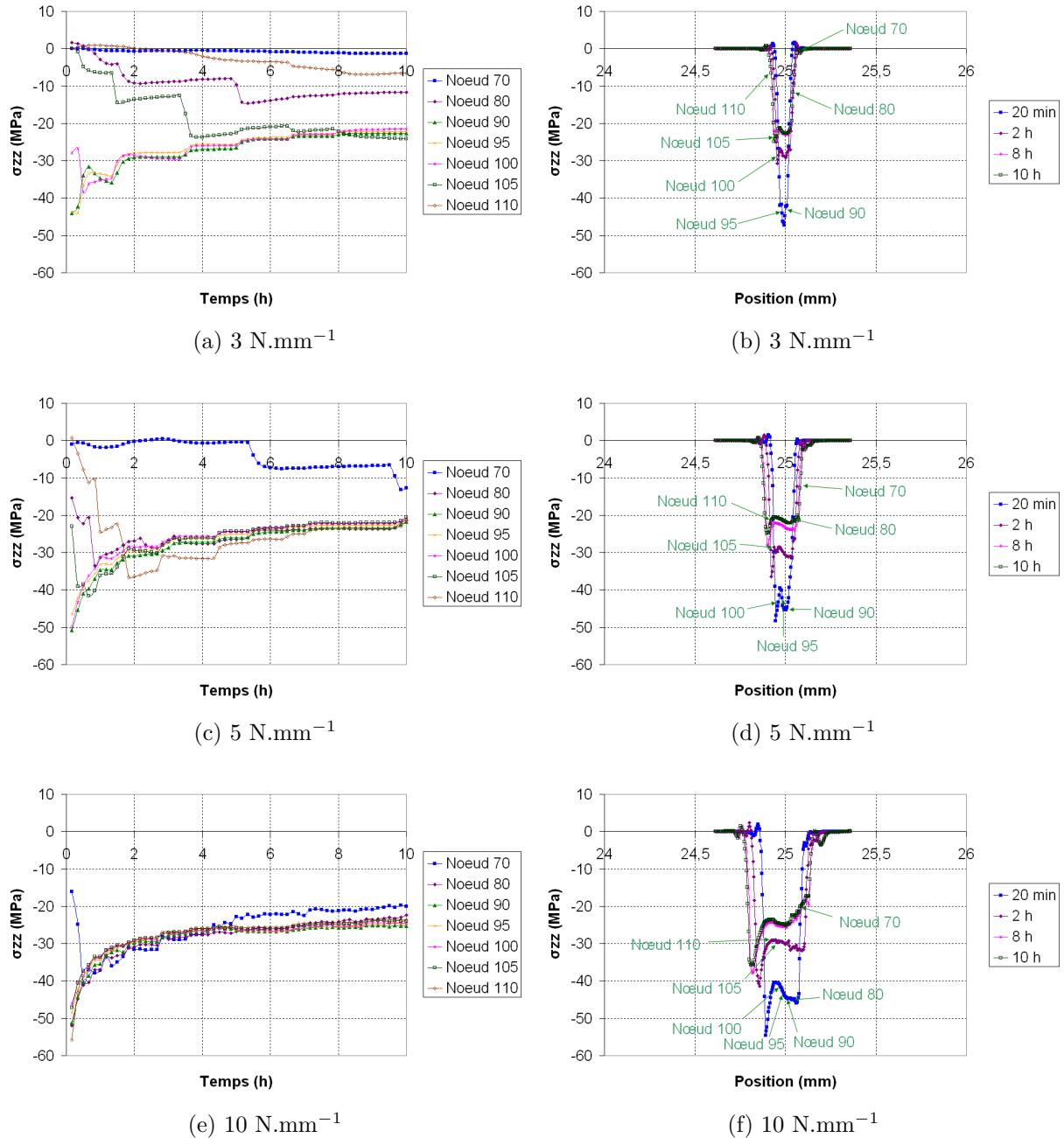


Figure C.3: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage fin aux différents efforts

C.1.2.2 Déformation plastique cumulée

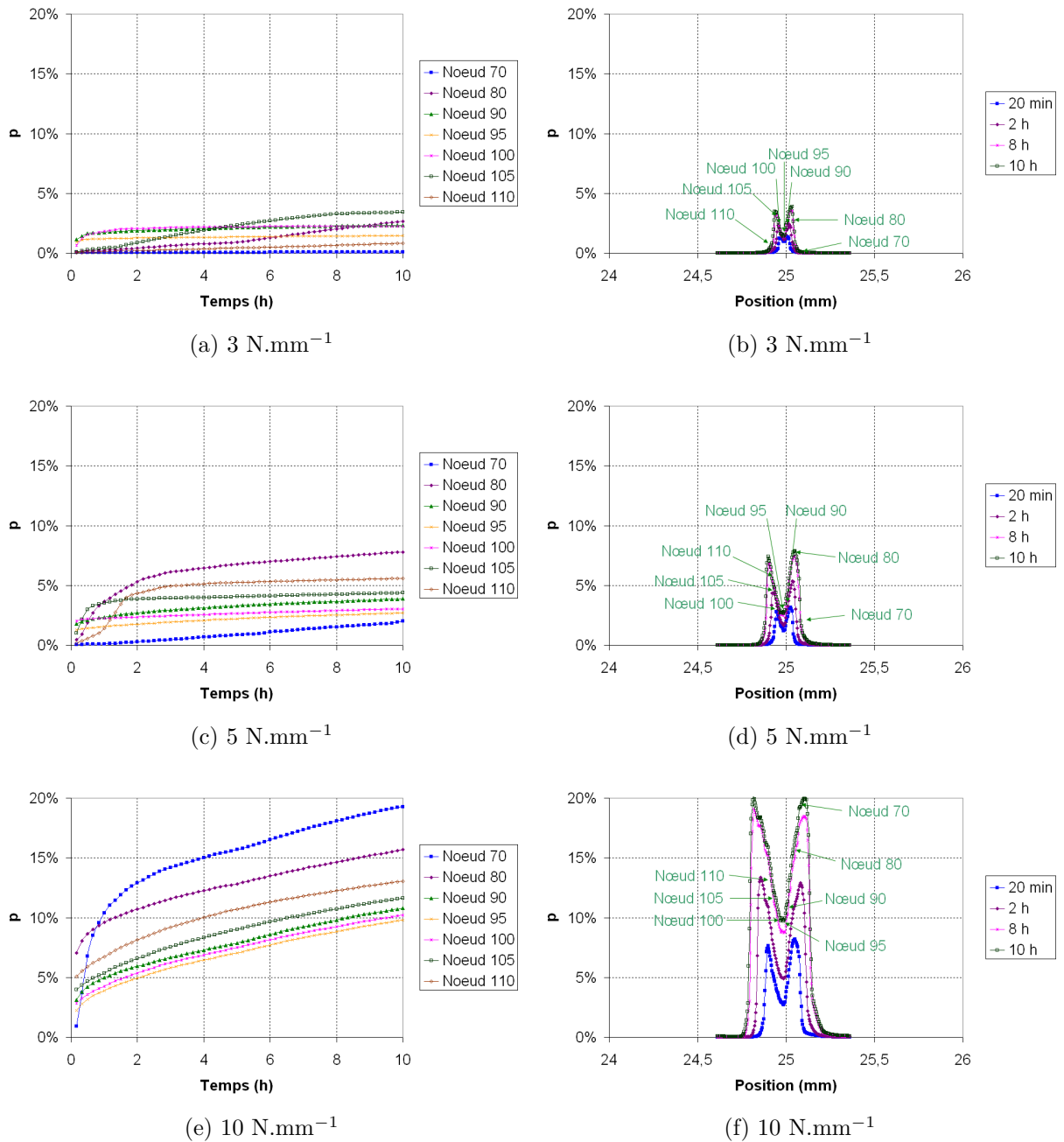


Figure C.4: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage fin aux différents efforts

C.2 Bossage moyen n°1

C.2.1 Cartes des champs mécaniques

C.2.1.1 Contrainte axiale

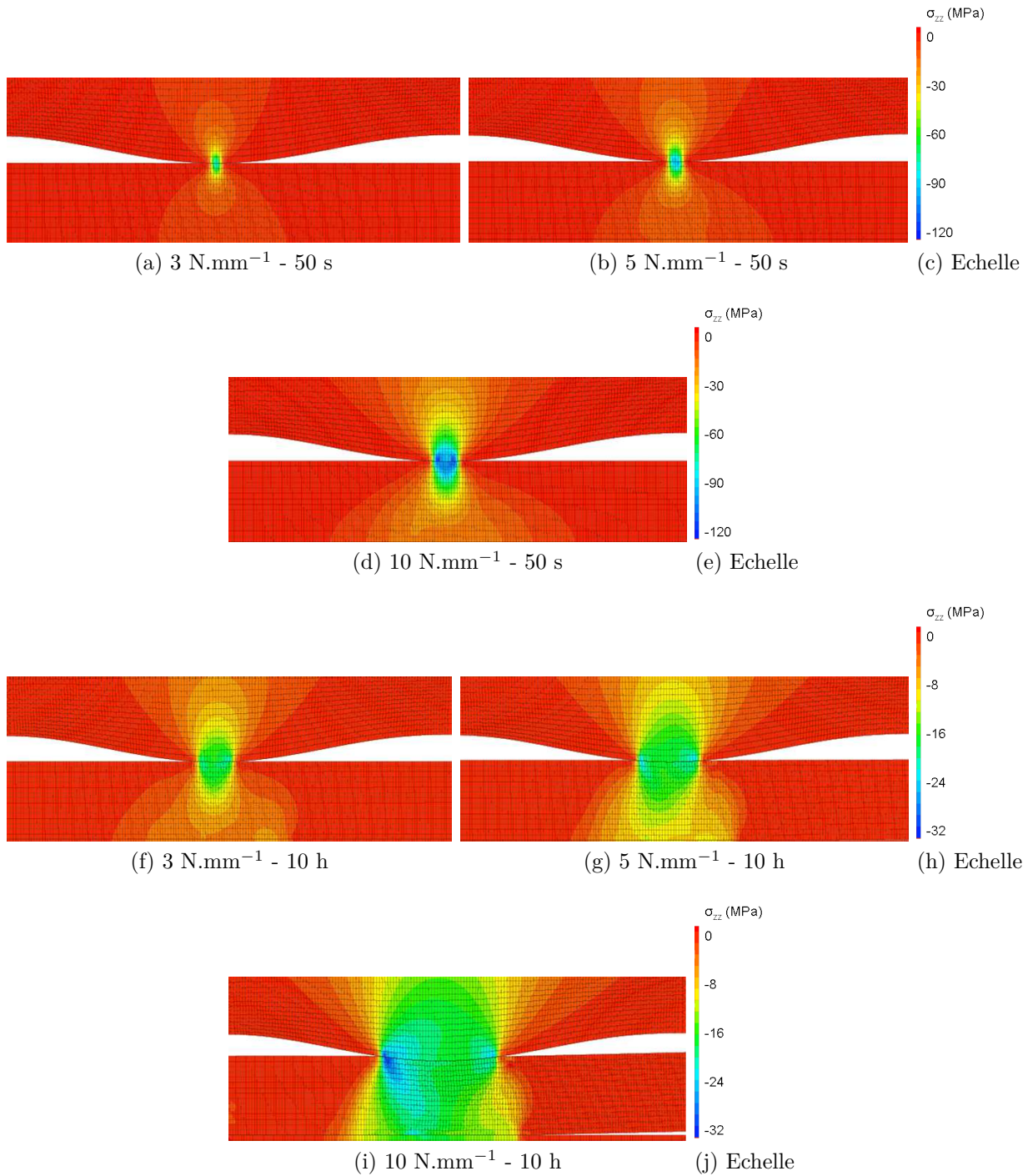


Figure C.1: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts

C.2.1.2 Déformation plastique cumulée

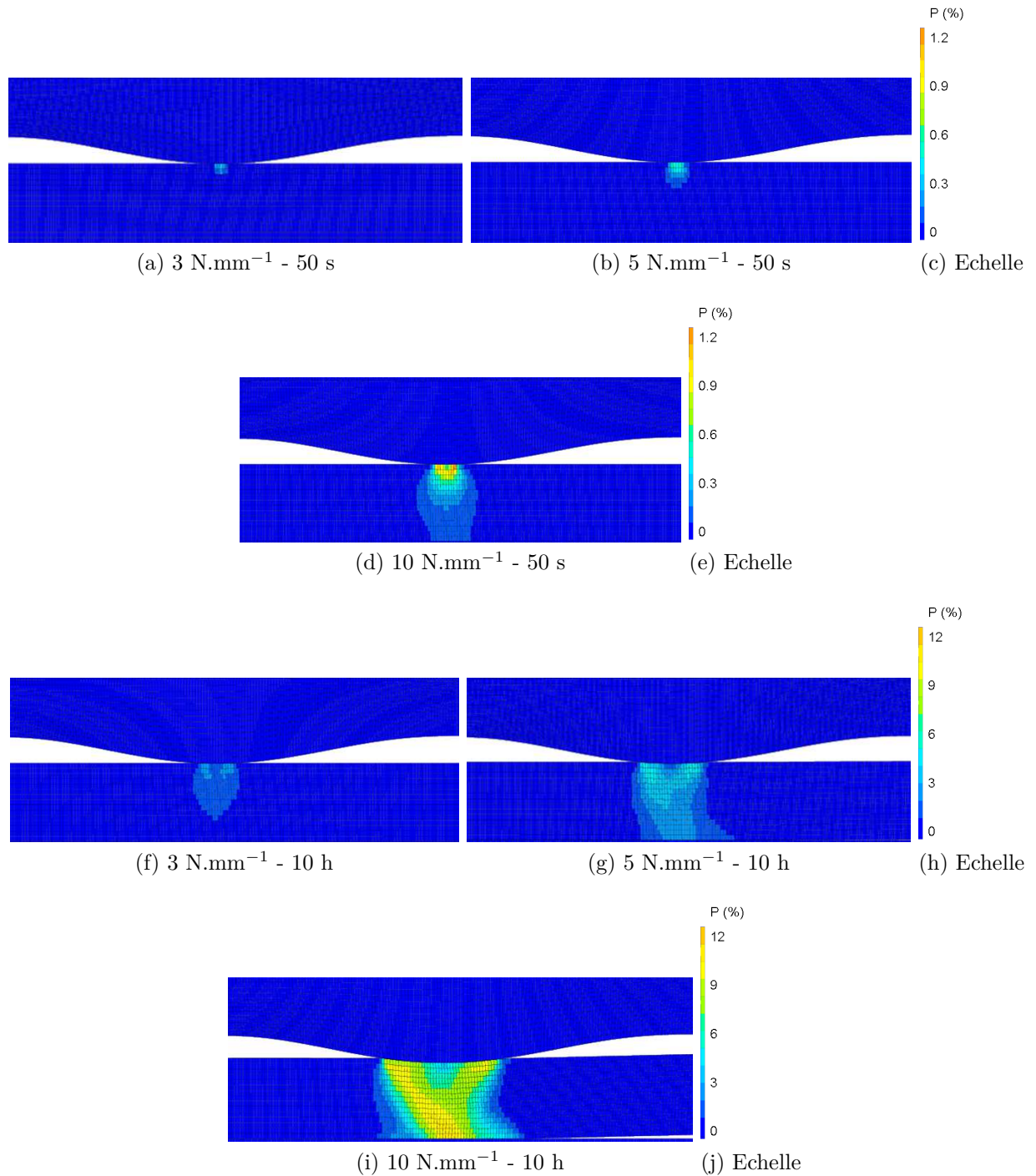


Figure C.2: Champs de p au chargement (a), (b) et (d) et après 10 h (f), (g) et (i) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts

C.2.2 Evolution des champs mécaniques

C.2.2.1 Contrainte axiale

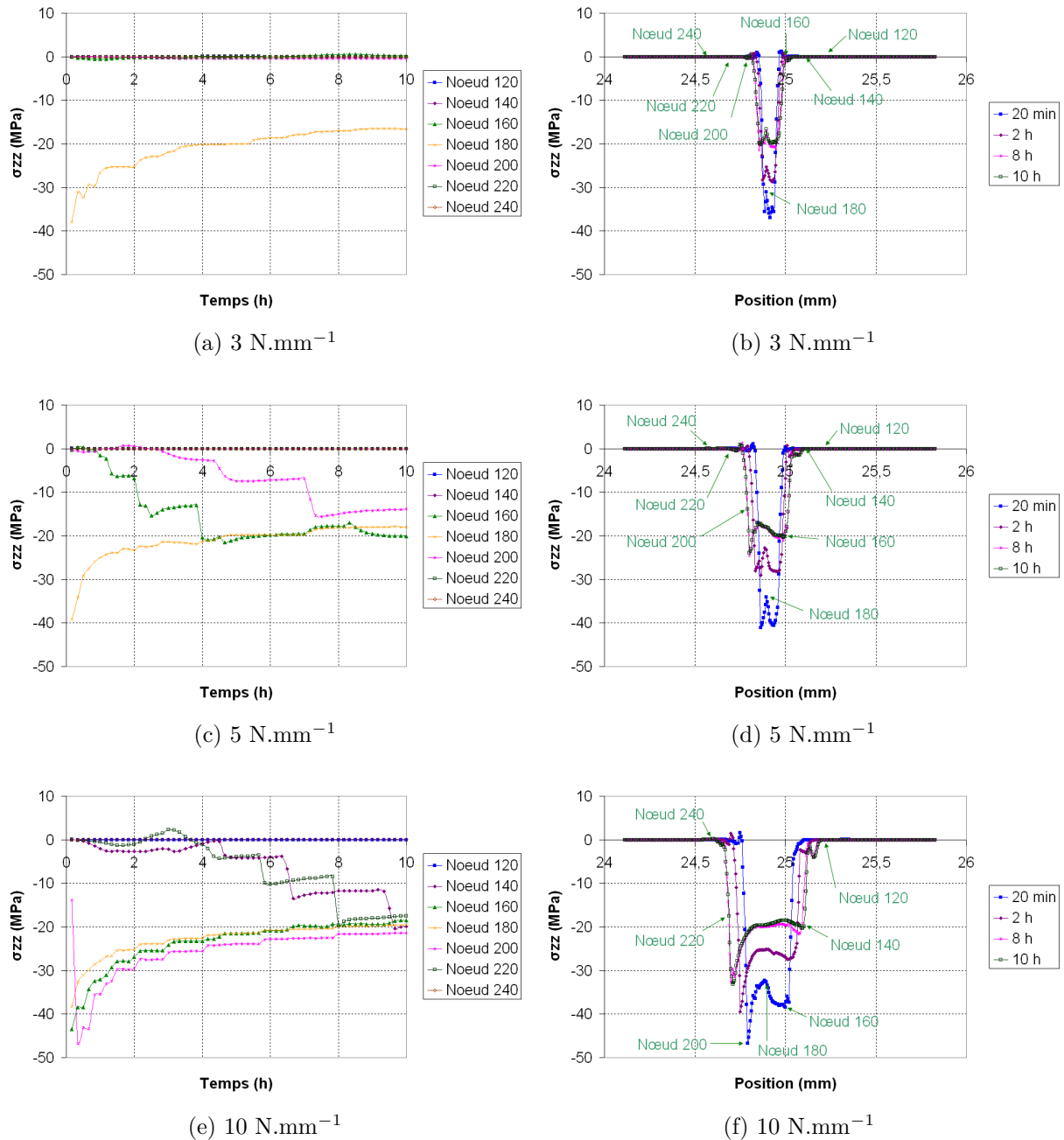


Figure C.3: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts

C.2.2.2 Déformation plastique cumulée

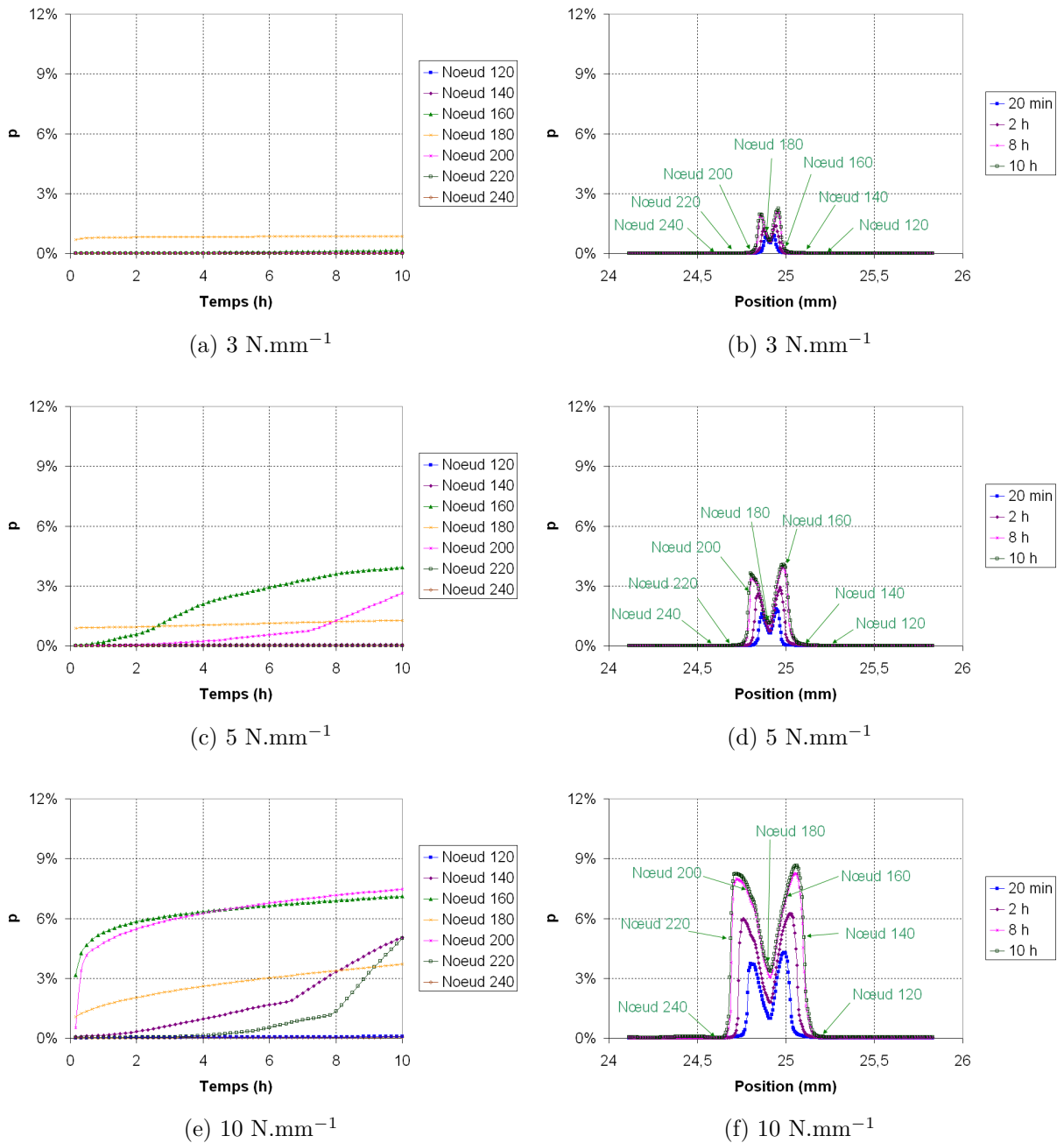


Figure C.4: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage moyen n°1 aux différents efforts

C.3 Bossage large

C.3.1 Cartes des champs mécaniques

C.3.1.1 Contrainte axiale

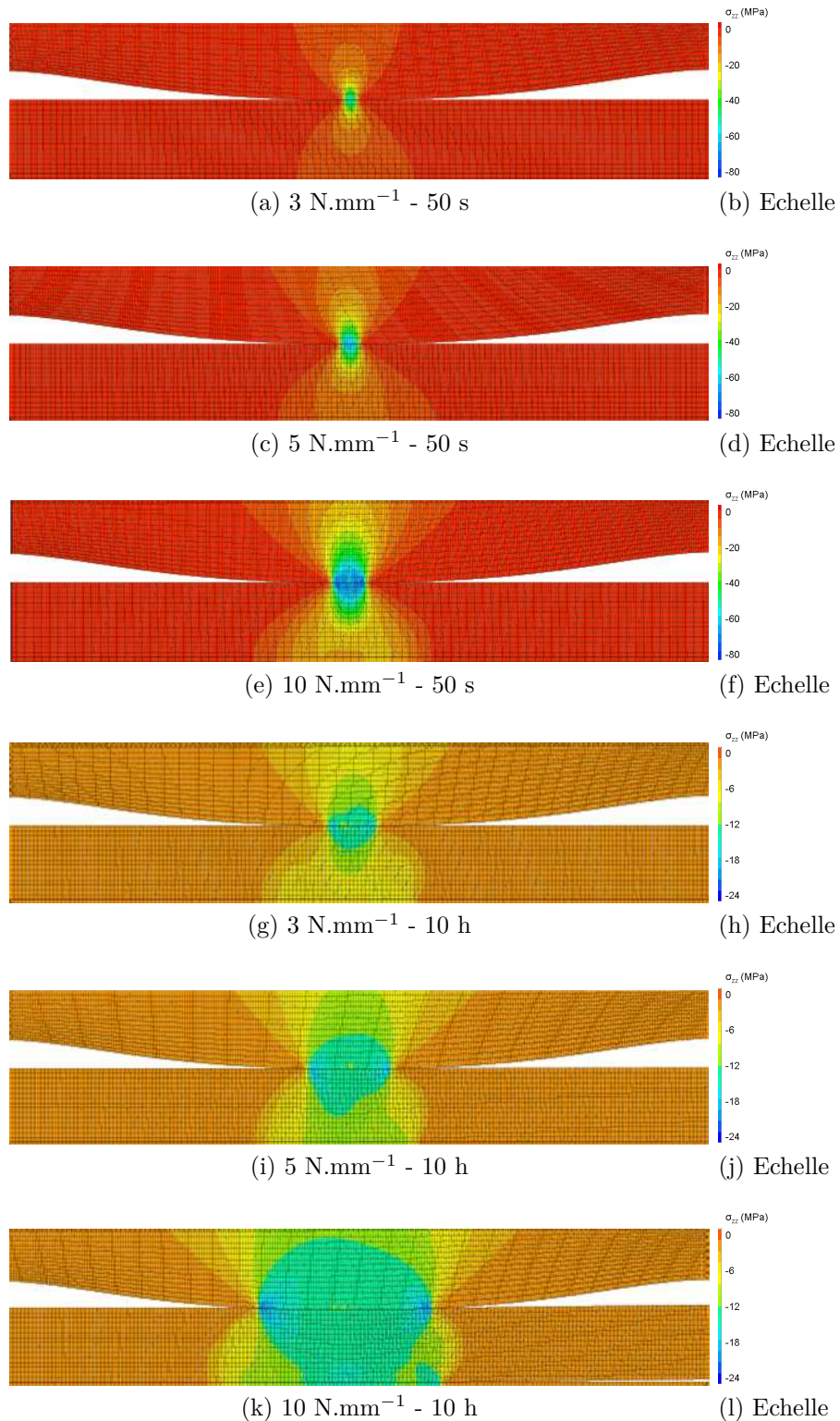


Figure C.1: Champs de σ_{zz} au chargement (a), (c) et (e) et après 10 h (g), (i) et (k) pour le bossage large aux différents efforts

C.3.1.2 Déformation plastique cumulée

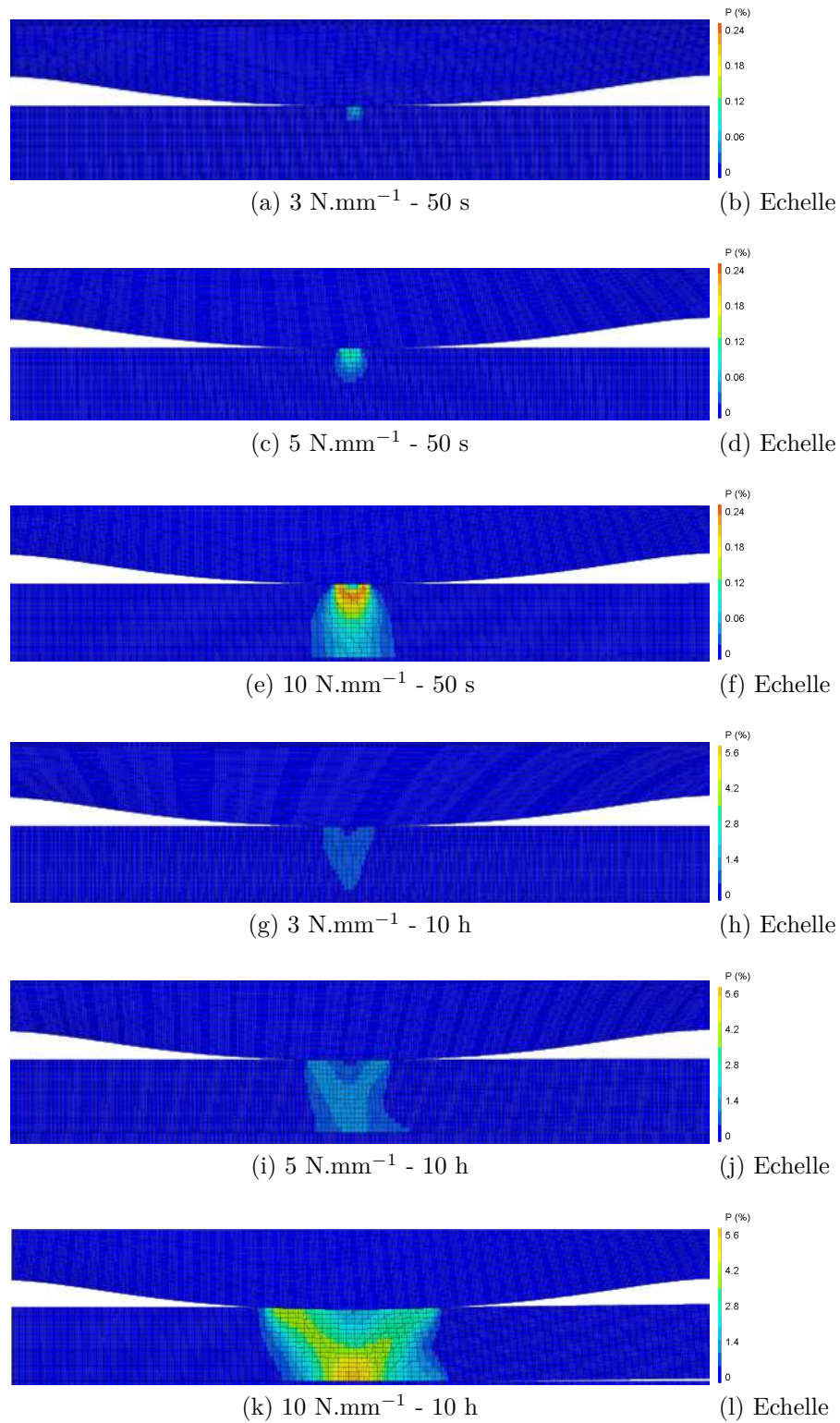


Figure C.2: Champs de p au chargement (a), (c) et (e) et après 10 h (g), (i) et (k) pour le bossage large aux différents efforts

C.3.2 Evolution des champs mécaniques

C.3.2.1 Contrainte axiale

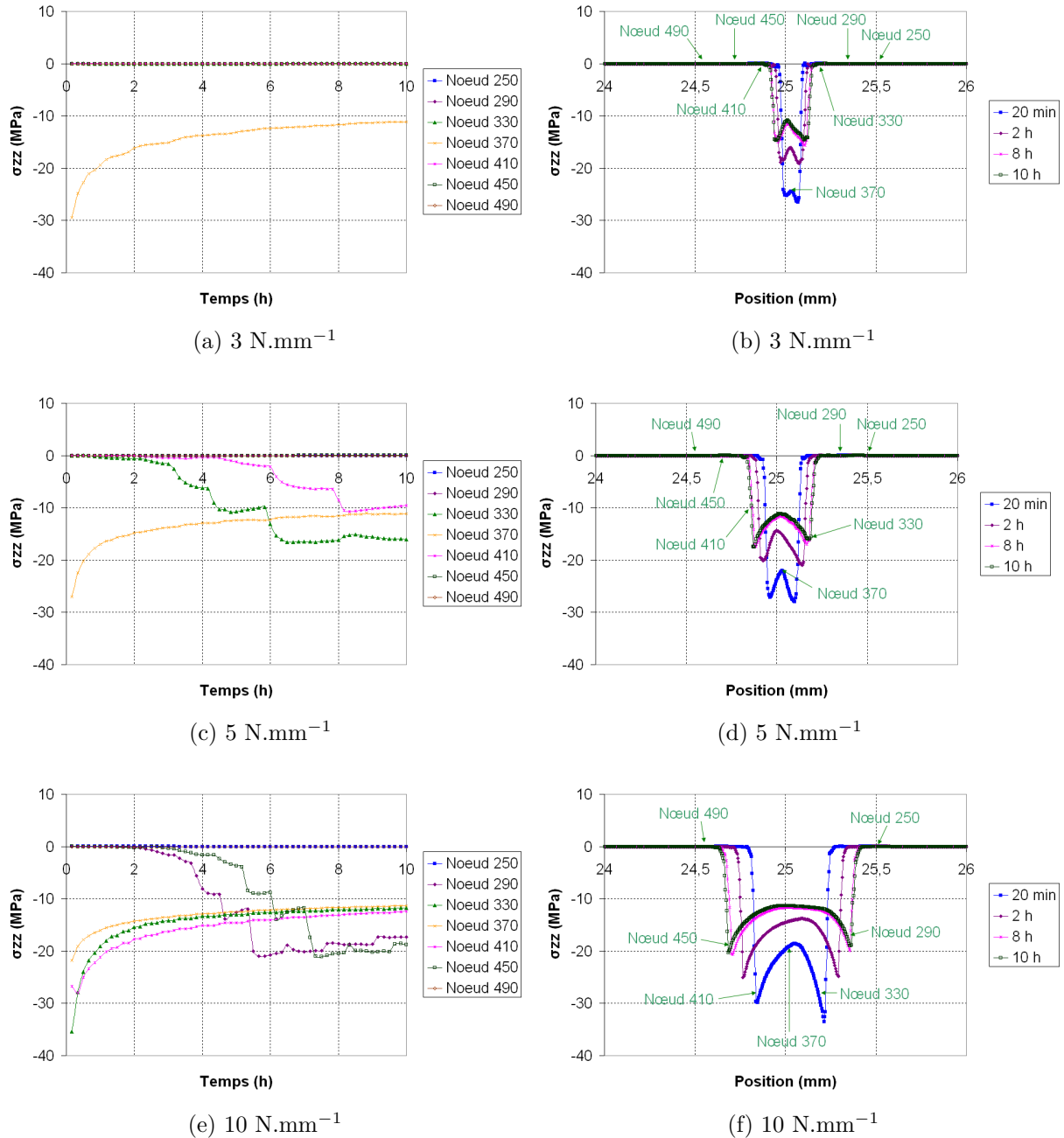


Figure C.3: σ_{zz} en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage large aux différents efforts

C.3.2.2 Déformation plastique cumulée

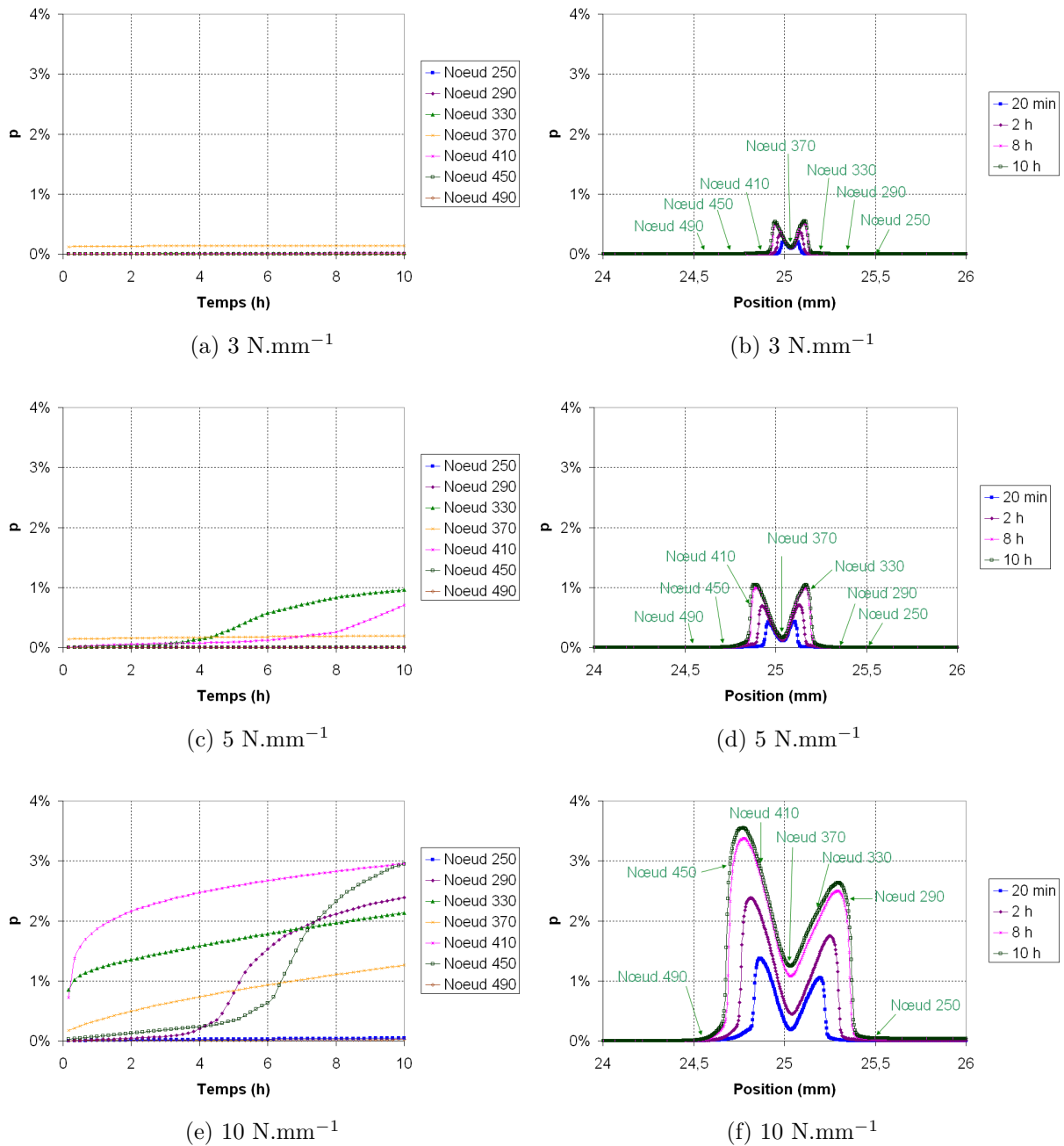


Figure C.4: p en fonction du temps de chargement (a), (c) et (e) et de la position (b), (d) et (f) pour le bossage large aux différents efforts

Bibliography

- [Agency 10] IEA International Energy Agency. Key world energy statistics. Paris : OECD/IEA, 2010.
- [Baker 07] A. Baker. *Surface roughness intercomparison*. 22nd APMP General Assembly 2006, 2007.
- [Balat 09] M. Balat. *Possible Methods for Hydrogen Production*. Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects, vol. 31, 2009.
- [Baurens 07] P. Baurens. *CR semestriel SEMIEHT du 30/10/06 au 15/06/07*. DTH/2007/33, 2007.
- [Bérard 11] P. Bérard, J.-D. Bartout, M. Reytier, M. Lefrançois & J. Besson. *Viscoplastic behavior of a FeCrAl alloy for high temperature steam electrolysis (HTSE) sealing applications between 700° C and 900° C*. Materials Science and Engineering, vol. 528, 2011.
- [Bird 83] G. A. Bird. *Definition of mean free path for real gases*. Physics of Fluids, vol. 26, 1983.
- [Bird 98] G. A. Bird. *Molecular gas dynamics and the direct simulation of gas flows*. Clarendon Press, Oxford, 1998.
- [Bram 02] M. Bram, S. Reckers, P. Drinovac, S. E. Brunings, R. W. Steinbrech & D. Stover. *Basic investigations on metallic and composite gaskets for an application in SOFC-stacks*. In Proceedings of the 5th European SOFC, 2002.
- [Bro 10] Débitmètre/régulateur massique et capteur/régulateur de pression pour gaz et liquides. Bronkhorst, 2010.
- [Butcher 73] H. Butcher. *Fundamental principles for static sealing with metals in the high pressure field*. ASLE Transactions, vol. 16, 1973.
- [Chabaud-Reytier 99] M. Chabaud-Reytier. *Etude de la fissuration différée par relaxation d'un acier inoxydable austénitique stabilisé au titane*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1999.
- [Chapman 70] S. Chapman & T. G. Cowling. *The mathematical theory of non-uniform gases*. Cambridge University Press, 1970.

- [Chou 06] Y. S. Chou, J. W. Stevenson, J. Hardy & P. Singh. *Material degradation during isothermal ageing and thermal cycling of hybrid mica seals under SOFC exposure conditions*. Journal of Power Sources, vol. 157, 2006.
- [Clemendot 83] F. Clemendot, J.M. Gras, J.C. Van Duysen & G. Zachariey. *Influence of yttrium and method of fabrication on the oxidation behaviour of FeCrAl alloys at high temperature in air*. Corrosion Science, vol. 35, 1983.
- [Coble 63] R. L Coble. *A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials*. Journal of applied physics, vol. 34, 1963.
- [Coelho 10] B. Coelho, A. C. Oliveira & A. Mendes. *Concentrated solar power for renewable electricity and hydrogen production from water - a review*. Energy and Environmental Science, vol. 3, 2010.
- [Colin 05] S. Colin. *Rarefaction and compressibility effects on steady and transient gas flows in microchannels*. Microfluid Nanofluid, vol. 1, 2005.
- [Colin 08] S. Colin. *Pressure-Driven Single Phase Gas Flows*. In Encyclopedia of Microfluidics and Nanofluidics, pages 1714–1723. Springer, 2008.
- [Cremer 09] C. Cremer, M. Fichtner, E. Jochem, F. Marscheider-Weidemann, J. Ogden, G. Resch, W. Weindorf & C. Yang. *The hydrogen economy, opportunities and challenges*. M. Ball and M. Wietschel, 2009.
- [Cutchis 77] P. Cutchis, H. van Beijeren, J. R. Dorfman & E. A. Mason. *Enskog and van der Waals play hockey*. American Journal of Physics, vol. 45, 1977.
- [da C. Andrade 10] E. N. da C. Andrade. *On the Viscous Flow in Metals , and Allied Phenomena*. Proceedings of the Royal Society London, vol. A84, 1910.
- [Darcy 56] H. Darcy. *Détermination des lois d'écoulement de l'eau à travers le sable*. Les Fontaines Publiques de la Ville de Dijon, 1856.
- [Doenitz 80] W. Doenitz, R. Schmidberger, E. Steinheil & R. Streicher. *Hydrogen production by high temperature electrolysis of water vapour*. International Journal of Hydrogen Energy, vol. 5, 1980.
- [Duquette 04] J. Duquette & A. Petric. *Silver wire seal design for planar solid oxide fuel cell stack*. Journal of Power Sources, vol. 137, 2004.
- [Durand 99] G. Durand & B. Trémillon. *Électrochimie - Présentation générale*. Techniques de l'ingénieur, 1999.

- [Ewart 07] T. Ewart. *Etude des écoulements gazeux isothermes en microconduits : du régime hydrodynamique au proche régime moléculaire libre*. PhD thesis, Ecole polytechnique Universitaire de Marseille, université de Provence, 2007.
- [Fan 02] J. Fan. *A generalized soft-sphere model for Monte Carlo simulation*. Physics of Fluids, vol. 14, 2002.
- [Fergus 05] J.W. Fergus. *Sealant for solid oxide fuel cells*. Journal of Power Sources, vol. 147, 2005.
- [Frost 82] H. J. Frost & M. F. Ashby. *Deformation-mechanism maps, the plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon Press, 1982.
- [Gibson 95] R. Gibson & A. MacKnight. *Solid oxide fuel cell stacking assembly*. Brevet, vol. WO 95/26054, 1995.
- [Goffe 03] S. Dubiez-Le Goffe. *Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [Green 11] C. K. Green, J. L. Streator, C. Haynes & E. Lara-Curzio. *A Computational Leakage Model for Solid Oxide Fuel Cell Compressive Seals*. Journal of fuel cell science and technology, vol. 8, 2011.
- [Hamlat 06] S. Hamlat. *Étude de la résistance des revêtements routiers aux sollicitations tangentielles*. PhD thesis, École centrale de Nantes, 2006.
- [Hassan 92] H. A. Hassan & D. B. Hash. *A generalized hard-sphere model for Monte Carlo simulation*. Physics of Fluids, vol. 5, 1992.
- [Houpeurt 00] A. Houpeurt. *Mécanique des fluides dans les milieux poreux : critiques et recherches*. Technip, 2000.
- [Journaux 99] S. Journaux. *Évaluation de l'endommagement de pièces métalliques par analyse d'images : endommagement par piqûres de corrosion, endommagement par fluage*. PhD thesis, Université de Bourgogne, 1999.
- [Kharton 04] V.V. Kharton, F.M.B. Marques & A. Atkinson. *Transport properties of solid oxide electrolyte ceramics: a brief review*. Solid State Ionics, vol. 174, 2004.
- [Klinkenberg 41] L. J. Klinkenberg. *The permeability of porous media to liquids and gases*. In *Drilling and Production Practice*. American Petroleum Institute, 1941.
- [Koura 91] K. Koura & H. Matsumoto. *Variable soft sphere molecular model for inverse-power-law or Lennard-Jones potential*. Physics of Fluids, vol. 3, 1991.

- [Lessing 07] A. Lessing. *Materials for hydrogen generation via water electrolysis*. Journal of Materials Science, vol. 42, 2007.
- [Levaillant 84] C. Levaillant. *Approche métallographique de l'endommagement d'aciers inoxydables austénitiques sollicités en fatigue plastique ou en fluage : description et interprétation physique des interactions fatigue - fluage - oxydation*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne, 1984.
- [Marangio 11] F. Marangio, M. Pagani, M. Santarelli & M. Cali. *Concept of a high pressure PEM electrolyser prototype*. International Journal of Hydrogen Energy, vol. ???, 2011.
- [Marie 02] C. Marie. *Fuite monophasique au travers d'un contact rugueux : contribution à l'étude de l'étanchéité statique*. PhD thesis, Université de Bordeaux I, 2002.
- [Matsumoto 02] H. Matsumoto. *Variable sphere molecular model for inverse power law and Lennard-Jones potentials in Monte Carlo simulations*. Physics of Fluids, vol. 14, 2002.
- [Matsuzaki 88] Y. Matsuzaki & T. Kazamaki. *Effect of surface roughness on compressive stress of static seals*. JSME International journal, vol. 31, 1988.
- [Matsuzaki 92] Y. Matsuzaki, K. Hosokawa & K. Funabashi. *Effect of surface roughness on contact pressure of static seals (Sealing characteristics of knife-edge seals)*. JSME International journal, vol. 35, 1992.
- [Maxwell 66] J.C. Maxwell. *The Bakerian Lecture: On the Viscosity or Internal Friction of Air and Other Gases*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 1866.
- [Maxwell 67] J. C. Maxwell. *On the dynamical theory of gases*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, vol. 157, 1867.
- [Meacham 07] G. B. Kirby Meacham. *Fuel cell assemblies using metallic bipolar separators*. Brevet, vol. US 2005/0249996, 2007.
- [Metals 04] Special Metals. *Udimet alloy 720*. Document fournisseur, vol. SMC-106, 2004.
- [Momirlan 99] M. Momirlan & T. Veziroglu. *Recent directions of world hydrogen production*. Renewable and Sustainable Energy Reviews, vol. 3, 1999.
- [Nabarro 48] F. R. N. Nabarro. *Deformation of crystals by the motion of single ions*. In Conference on the Strength of Solids. Physical Society London, 1948.

- [Naohara 82] T. Naohara, A. Inoue, T. Minemura, T. Masumoto & K. Kumada. *Microstructures, Mechanical Properties, and Electrical Resistivity of Rapidly Quenched Fe-Cr-Al Alloys*. Metallurgical Transactions, vol. 13, 1982.
- [Nocera 08] D. G. Nocera. *Energy storage by water-splitting*. In ACS National Meeting Book of Abstracts. 235th National Meeting of the American Chemical Society, 2008.
- [Noel 06] F. Noel. *Simulation numérique de la formation d'un dépôt de particules sur une surface poreuse, application à la filtration d'arrêt*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2006.
- [O'Callaghan 87] P. W. O'Callaghan & S. D. Probert. *Prediction and measurement of true areas of contact between solids*. Wear, vol. 120, 1987.
- [Pehnt 01] M. Pehnt. *Ganzheitliche Bilanzierung von Brennstoffzellen in der Energie- und Verkehrstechnik*. PhD thesis, Institut für Technische Thermodynamik Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt, 2001.
- [Piques 89] R. Piques. *Mécanique et mécanismes de l'amorçage et de la propagation de fissures en viscoplasticité dans un acier inoxydable austénitique*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1989.
- [Pitakarnnop 09] J. Pitakarnnop. *Analyse expérimentale et simulation numérique d'écoulements raréfiés de gaz simples et de mélanges gazeux dans les microcanaux*. PhD thesis, Université de Toulouse, 2009.
- [Raj 71] R. Raj & M. F. Ashby. *On grain boundary sliding and diffusional creep*. Metallurgical transactions, vol. 2, 1971.
- [Rifkin 02] J. Rifkin. *L'économie hydrogène : Après la fin du pétrole, la nouvelle révolution économique*. La découverte, 2002.
- [Rivera-Tinoco 09] R. Rivera-Tinoco. *Etude technico-économique de la production d'hydrogène à partir de l'électrolyse haute température pour différentes sources d'énergie thermique*. PhD thesis, MINES Paris-Tech, 2009.
- [Sellars 72] C. M. Sellars & W. J. McG. Tegart. *Hot workability*. International Metallurgical Reviews, vol. 17, 1972.
- [Shutler 06] P. M. E. Shutler, S. V. Springham & J. C. Martinez. *Mean free path of the hard spheres gas*. European Journal of Physics, vol. 27, 2006.
- [Siemens 08] Siemens. SECA Program review, 2008.
- [Stevens 74] P. S. Stevens. *Patterns in nature*. Little Brown and Co, 1974.

BIBLIOGRAPHY

- [Terzi 06] S. Terzi. *Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2006.
- [Tromp 03] T. K. Tromp, R. Shia, M. Allen, J. M. Eiler & Y. L. Yung. *Potential Environmental Impact of a Hydrogen Economy on the Stratosphere*. Science, vol. 300, 2003.
- [Vidal 08] F. Vidal. *Développement d'un banc d'essais thermomécaniques pour la production d'hydrogène à haute température*. 2008.
- [Viseur 08] M. Viseur. Etude de faisabilité de l'utilisation de l'hydrogène comme vecteur alternatif d'énergie. Master's thesis, Université Libre de Bruxelles, 2008.
- [Weil 04] K. S. Weil, C. A. Coyle, J. S. Hardy, J. Y. Kim & G. G. Xia. *Alternative planar SOFC sealing concepts*. Fuel Cells Bulletin, vol. 5, 2004.
- [White 91] F. M. White. Viscous fluid flow. McGraw-Hill, 1991.
- [Yanagisawa 90] T. Yanagisawa, M. Sanada, H. Tanoue, T. Koga & H. Hirabayashi. *Fundamental study of the sealing performance of a C-shaped metal seal*. In titre du proceeding de la conference. 2nd International Symposium on Fluid Sealing, 1990.
- [Yanagisawa 91] T. Yanagisawa, M. Sanada, T. Koga & H. Hirabayashi. *The influence of designing factors on the sealing performance of C-seal*. SAE transactions, vol. 100, 1991.
- [Yildiz 06] B. Yildiz & M. S. Kazimi. *Efficiency of hydrogen production systems using alternative nuclear energy technologies*. International Journal of Hydrogen Energy, vol. 31, 2006.
- [Zhu 03] W.Z. Zhu & S.C. Deevi. *A review on the status of anode materials for solid oxide fuel cells*. Materials Science and Engineering, vol. 362, 2003.

Modélisation d'un joint viscoplastique pour la filière hydrogène

RESUME : L'Electrolyse de la Vapeur d'eau à Haute Température (EVHT) est l'un des procédés de production d'hydrogène les plus prometteurs. Dans l'optique d'une économie de l'hydrogène produit par EVHT, de nombreux verrous restent à lever. L'un d'entre eux porte sur l'étanchéité. En effet, dans un EVHT, la gestion des gaz est primordiale. Il faut pouvoir gérer et prévoir dans le temps le comportement des joints afin d'éviter une dégradation des performances. Or, en EVHT, les températures de fonctionnement sont élevées (classiquement autour de 800 °C), des phénomènes de fluage ou de relaxation apparaissent, le différentiel de dilatation thermique entre les cellules électrochimiques en céramique et les interconnecteurs métalliques doit être pris en compte. Enfin, il convient de maintenir l'étanchéité de l'empilement à faible niveau d'effort pour ne pas risquer d'endommager la partie céramique.

L'objet du travail de cette thèse démarre par un constat simple : nous ne disposons pas d'outils de prédimensionnement des joints à haute température permettant de prévoir un débit de fuite. Dès lors que l'on est amené à changer un paramètre de fonctionnement, comme la température, la pression, la stratégie de chargement, la géométrie ou la nature du joint, une nouvelle expérience doit être menée.

A partir d'essais d'étanchéité et de simulations numériques aux éléments finis, un modèle original est proposé. Ce modèle qui a été validé en fonction de différents paramètres expérimentaux permet d'estimer le débit de fuite associé à un joint en Fecralloy (FeCrAl) selon sa forme, ses conditions de serrage et du temps de maintien. Offrant ainsi la possibilité de concevoir à moindre coût des joints spécifiques pour l'application visée.

Mots clés : Electrolyse de la Vapeur d'eau à Haute Température, EVHT, joint, étanchéité, fluage, calculs aux éléments finis, FeCrAl, modèle d'estimation du débit de fuite.

Modelling of a viscoplastic seal for the hydrogen sector

ABSTRACT: High Temperature Steam Electrolysis (HTSE), is one of the most promising process for hydrogen production. In a hydrogen economy, produced via HTSE, many problems have to be overcome. One of them is related to sealing. Actually, in a HTSE, gas management is very important. The behaviour of the seal has to be predicted in time to avoid a deterioration of the performances. But, in a HTSE, the functioning temperatures are important (typically around 800 °C), creep or relaxation may occur, the difference between the thermal expansion of the ceramic cells and the metallic interconnectors must be taken into account. Finally, the sealing has to be maintained with low efforts to protect the ceramic.

This thesis started from the noticing that we don't have any designing tool for high temperature seals that may help to foresee a leak rate. Since we have to change any experimental parameter, such as the temperature, the pressure, the loading strategy, the geometry or the material of the seal, another experiment has to be done.

From sealing tests and finite element method, an original model is presented. This model that has been validated for different experimental parameters allows to estimate the leak rate of a Fecralloy (FeCrAl) seal depending on its shape, the loading conditions and tightening time. This may help to design specific low cost seals for the desired applications.

Keywords: High Temperature Steam Electrolysis, HTSE, seal, sealing, creep, finite element method, FeCrAl, leak rate prediction.