



**HAL**  
open science

## Marqueur photoluminescent pour le diagnostic de l'histoire thermique à haute température

Etienne Copin, Stéphane Amiel, Thierry Sentenac, Yannick Le Maoult,  
Philippe Lours, Florence Ansart

► **To cite this version:**

Etienne Copin, Stéphane Amiel, Thierry Sentenac, Yannick Le Maoult, Philippe Lours, et al.. Marqueur photoluminescent pour le diagnostic de l'histoire thermique à haute température. Optique Toulouse 2018 - Congrès de la société française d'optique, Jul 2018, Toulouse, France. hal-02416479

**HAL Id: hal-02416479**

**<https://imt-mines-albi.hal.science/hal-02416479>**

Submitted on 17 Dec 2019

**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.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

# MARQUEUR PHOTOLUMINESCENT POUR LE DIAGNOSTIC DE L'HISTOIRE THERMIQUE À HAUTE TEMPÉRATURE

Etienne Copin<sup>1</sup>, Stéphane Amiel<sup>1</sup>, Thierry Sentenac<sup>1</sup>, Yannick Le Maout<sup>1</sup>, Philippe Lours<sup>1</sup>,  
Florence Ansart<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut Clément Ader (ICA) ; Université de Toulouse ; CNRS, IMT Mines Albi, INSA, ISAE-SUPAERO, UPS ; Campus Jarlard, F-81013 Albi, France

<sup>2</sup> CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 31062 Toulouse Cedex 9, France

[etienne.copin@mines-albi.fr](mailto:etienne.copin@mines-albi.fr)

## RÉSUMÉ

Un marqueur fluorescent thermosensible a été développé pour application haute température (1173 K-1423 K). Il offre la possibilité de déterminer l'histoire thermique avec une meilleure résolution thermique que les peintures thermochromes conventionnelles, et pourrait être facilement mis en œuvre sous forme de revêtement par des procédés sol-gel.

**MOTS-CLEFS :** *fluorescence ; histoire thermique ; capteur ; revêtement*

## 1. INTRODUCTION

La connaissance des champs de température vus en service par des composants internes est cruciale pour le dimensionnement de systèmes opérants à haute température. En effet, dans certains cas, la difficulté d'accès à certaines zones confinées nécessite d'avoir recours à des peintures thermochromes, dont les changements de couleur avec la température d'exposition permettent de déterminer *ex-situ* l'histoire thermique de composants revêtus à l'issue d'un évènement thermique représentatif en conditions stationnaires. Cependant, le caractère discret et le faible nombre des virages de couleurs limitent la résolution thermique de ces peintures à quelques dizaines voire quelques centaines de degrés [1]. L'utilisation de marqueurs photoluminescents, dont les propriétés d'émission de fluorescence varient continument avec la température et sont facilement mesurables quantitativement, offre la possibilité de déterminer l'histoire thermique avec une meilleure résolution thermique [2].

## 2. MARQUEUR PHOTOLUMINESCENT DE L'HISTOIRE THERMIQUE YSZ:ER<sup>3+</sup>

Des aérogels de zircone stabilisée à l'yttrine et fonctionnalisée avec des ions erbium et europium (YSZ:Er<sup>3+</sup> et YSZ:Eu<sup>3+</sup>) ont été synthétisés par voie sol-gel à partir de précurseurs alkoxydes. À l'issue du séchage supercritique et d'un traitement thermique de 2h à 973K, les aérogels se présentent sous la forme de poudres composées de cristallites de taille sub-micrométrique partiellement cristallisées, fluorescentes sous l'excitation d'un laser Nd:YAG à 532 nm (pics d'émission à 545 nm et 562 nm pour YSZ:Er<sup>3+</sup> et à 585 nm et 606 nm pour YSZ:Eu<sup>3+</sup>).

Pour le luminophore YSZ:Er<sup>3+</sup>, des traitements thermiques isothermes de courte durée (15 min) entre 1173K et 1423K entraînent une cristallisation progressive qui, en modifiant l'environnement des ions Er<sup>3+</sup>, provoque une augmentation significative de l'intensité de fluorescence des pics d'émission de fluorescence à 545 nm et 562 nm (d'un facteur 50 entre l'état initial et l'état traité 15 min à 1423K) ainsi qu'une augmentation du temps de vie de fluorescence (de 16  $\mu$ s à 43  $\mu$ s). Les propriétés de fluorescence mesurées à température ambiante à l'issue d'un

traitement thermique en conditions stationnaires sont ainsi représentatives de la température à laquelle a été exposé le matériau, et peuvent donc permettre de déduire son histoire thermique.

### 3. SENSIBILITE A L'HISTOIRE THERMIQUE DU MARQUEUR YSZ:ER<sup>3+</sup>/YSZ:EU<sup>3+</sup>

Un marqueur mixte YSZ:Er<sup>3+</sup> (sensible à l'histoire thermique) / YSZ:Eu<sup>3+</sup> (très peu sensible à l'histoire thermique) a été étudié, pour lequel des ratios entre les intensités de fluorescence des ions Er<sup>3+</sup> (545 nm ou 562 nm) et des ions Eu<sup>3+</sup> (606 nm) ont été définis afin de limiter la forte dépendance des intensités de fluorescence absolues aux conditions d'observation. Comme illustré par les courbes d'étalonnage sur la Figure 1, les ratios d'intensité et le temps de vie de fluorescence évoluent respectivement de manière exponentielle et linéaire avec la température lors de traitements thermique isothermes de 15 min entre 1173K et 1423K. Une approche basée sur l'approximation des résolutions thermiques théoriques par des différences de température équivalentes de bruit (NETD) [3] montre que celles-ci, comprises entre 5K et 2K (ratio d'intensité) et 6K et 2K (temps de vie), sont significativement meilleures que les résolutions des peintures thermochromes conventionnelles dans cette plage de température.

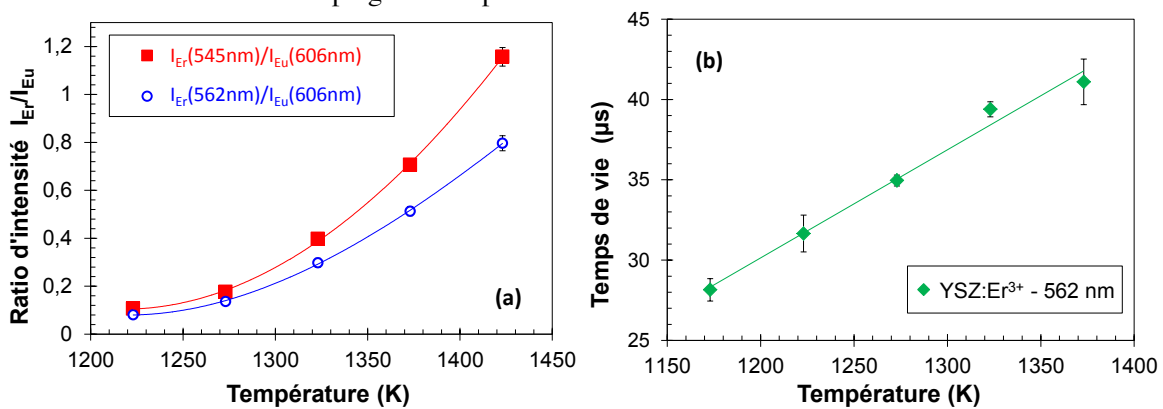


Fig. 1 : Sensibilité à l'histoire thermique du marqueur YSZ:Er<sup>3+</sup>/YSZ:Eu<sup>3+</sup> développé (poudres) : évolution (a) des ratios d'intensité  $I_{Er}/I_{Eu}$  et (b) du temps de vie du pic d'émission à 562 nm des ions Er<sup>3+</sup> avec la température d'exposition pour des traitements thermiques isothermes de 15 min entre 1173K et 1423K.

### 4. REVETEMENT PHOTOLUMINESCENT MARQUEUR DE L'HISTOIRE THERMIQUE

La mise en œuvre du marqueur pour des applications de détermination de l'histoire thermique est envisagée sous la forme d'un revêtement déposé par voie sol-gel. Le marqueur reste en effet stable aux températures de consolidation nécessaire, et divers tests de dépôts de revêtements ont montré que les poudres synthétisées sont adaptées au dépôt par des procédés sol-gel de type *dip-coating* et *spray coating*.

### CONCLUSION

La forte sensibilité à l'histoire thermique de l'intensité et du temps de vie de fluorescence du marqueur YSZ:Er<sup>3+</sup>/YSZ:Eu<sup>3+</sup>, ainsi que sa compatibilité avec les procédés de dépôt sol-gel, sont prometteuses quant à la possibilité de déterminer l'histoire thermique de composants revêtus avec une meilleure résolution thermique que les peintures thermochromes actuellement disponibles.

### RÉFÉRENCES

- [1] Lempereur C, Andral R and Prudhomme J Y, 2008, Surface temperature measurement on engine components by means of irreversible thermal coatings, *Meas. Sci. Technol.* 19, 105501.
- [2] Copin E B, Massol X, Amiel S, Sentenac T, Maoult Y L and Lours P, 2017, Novel erbia-yttria co-doped zirconia fluorescent thermal history sensor, *Smart Mater. Struct.* 26, 15001.
- [3] Amiel S, Copin E, Sentenac T, Lours P and Le Maoult Y, 2018, On the thermal sensitivity and resolution of a YSZ:Er<sup>3+</sup>/YSZ:Eu<sup>3+</sup> fluorescent thermal history sensor, *Sensors and Actuators A: Physical* 272, 42–52.