

Caractérisation et modélisation des propriétés thermiques de milieux hétérogènes

Denis ROCHAIS

CEA Le Ripault

denis.rochais@cea.fr

Déterminer les propriétés thermiques (conductivité, diffusivité) et/ou le comportement thermique de matériaux de plus en plus complexes de part:

- leur nature hétérogène (***multiconstituants***)
- leurs échelles spatiales caractéristiques (***du nm au mm***)
- les transferts thermiques couplés en leur sein

Dans quels buts ?

- Comprendre l'impact d'un procédé d'élaboration sur les propriétés
- Aider au choix des constituants de base d'un matériau hétérogène
- Modéliser le comportement thermique d'un matériau dans ses conditions d'emploi

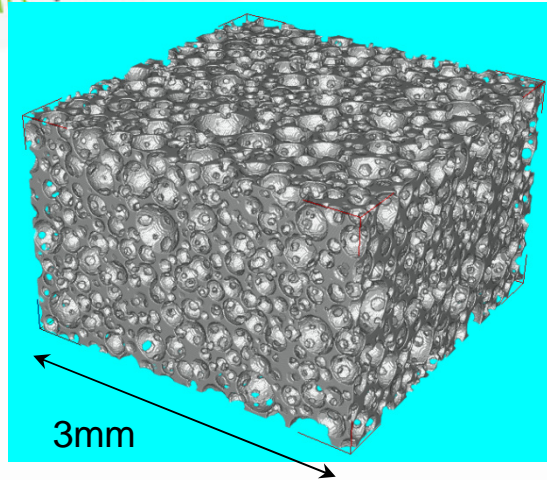
...

⇒ Orienter la conception et l'élaboration afin d'optimiser les performances thermiques des matériaux

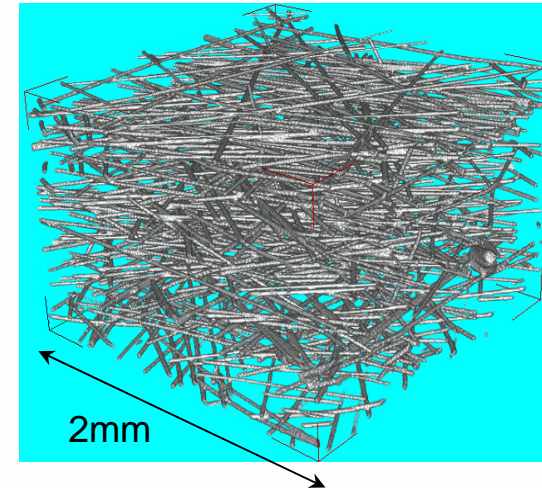
Quelques familles de matériaux...

Matériaux d'isolation haute température et pour l'habitat

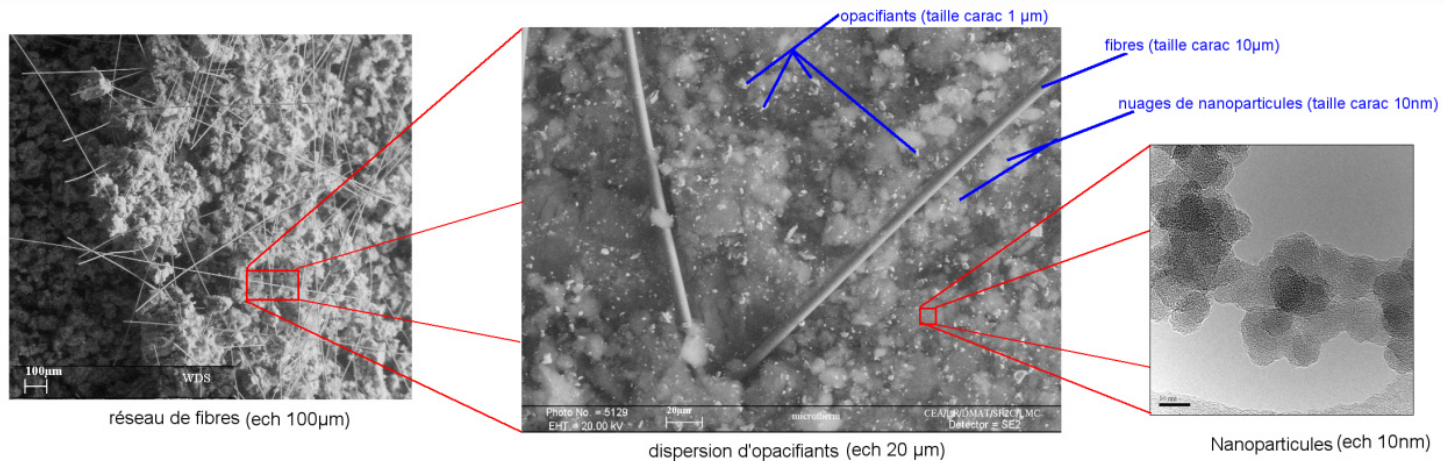
Mousse de polyuréthane



Matériaux fibreux



Superisolant nanoporeux



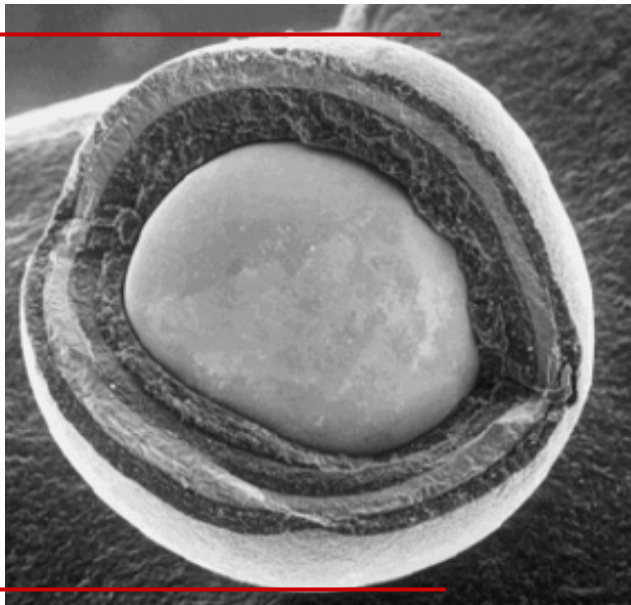
Connaissance des propriétés des conditions normales
aux conditions accidentelles



Matériaux pour réacteur nucléaire de 4^{ème} génération



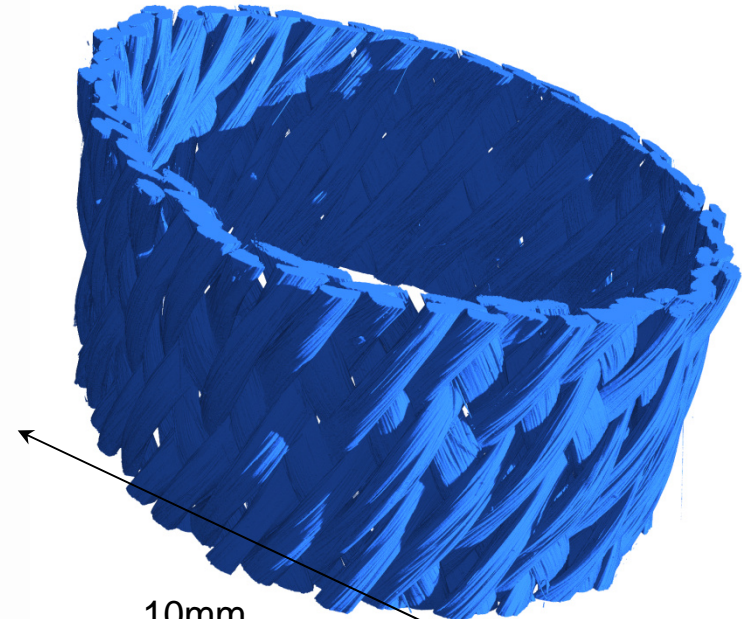
Nouveau combustible pour les réacteurs haute température



~ 1 mm

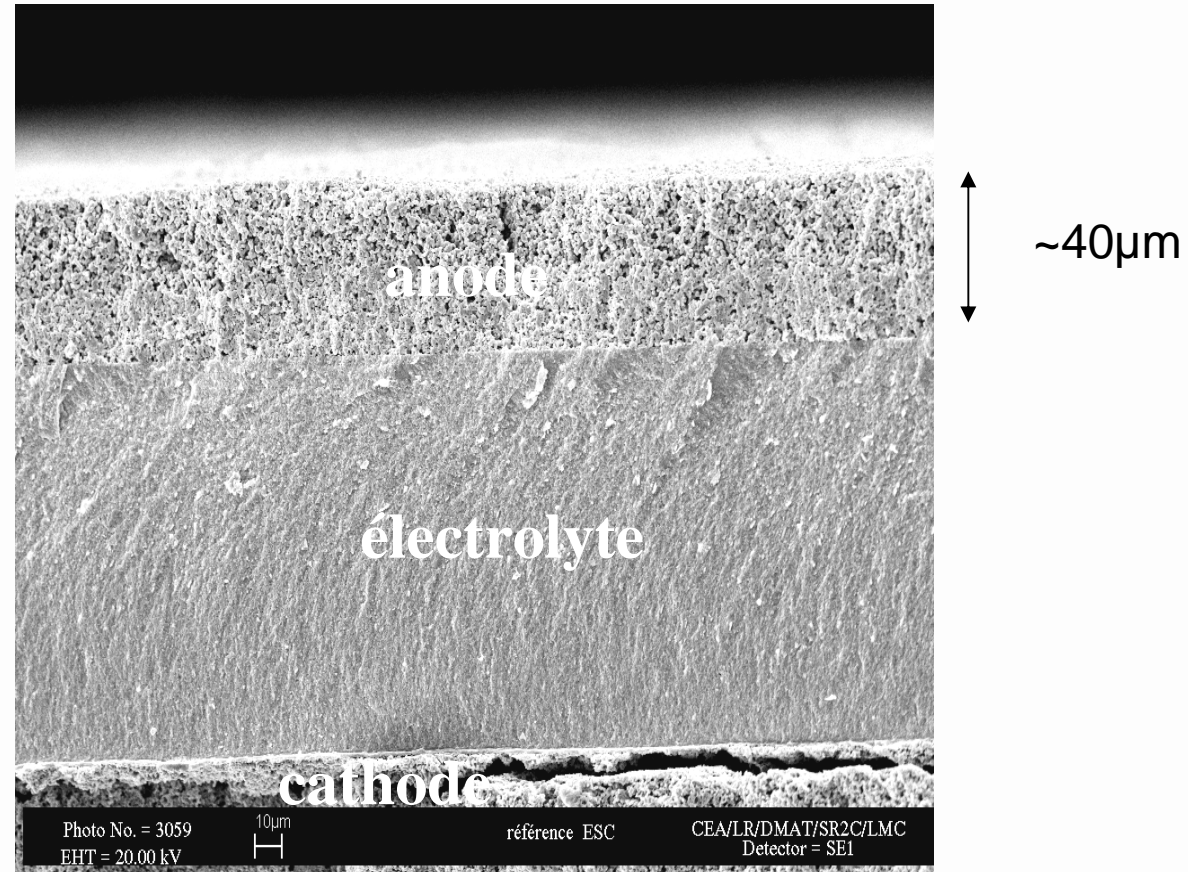
Chaque couche de la particule joue un rôle particulier dans les performances du combustible et la rétention des Produits de Fission (PF).

Gaine de combustible en composite SiC - SiC



10mm

Connaissance des propriétés des conditions normales aux conditions accidentelles



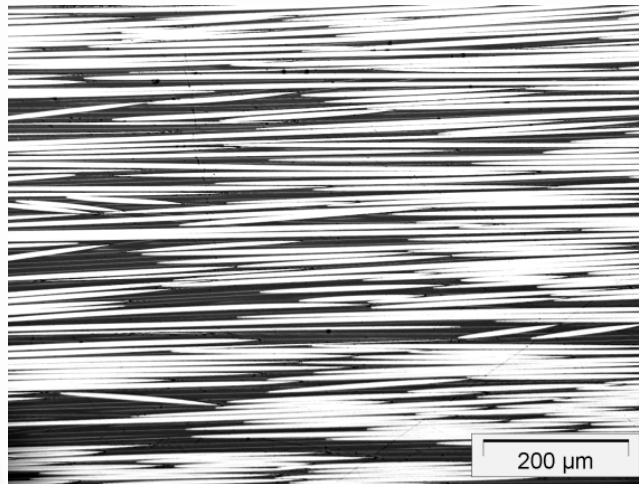
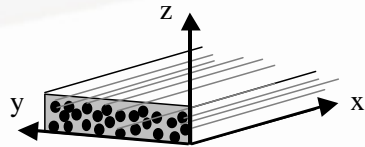
Température de fonctionnement ~900°C



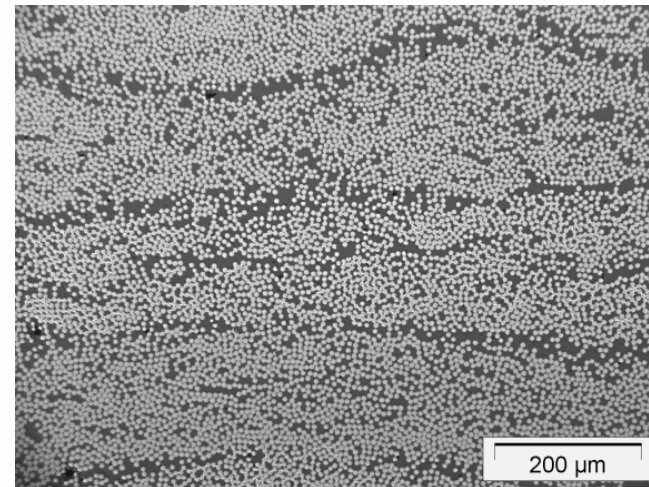
Composites Carbone / Résine

Constituants de base:

- fibres de carbone (diam. $10\mu\text{m}$)
- résine phénolique



Coupe longitudinale



Coupe transversale

Matériau utilisé par AIRBUS pour les volets des A320

Les Composites Carbone/Carbone



Résistance à l'ablation (Corps de rentrée – tuyère)

Propriétés tribologiques (Freins)



Architecture & microstructure
complexe
Forte Anisotropie de propriétés
Procédé – Mise en œuvre spécifique

$T_{emploi} =$ supérieure à 2000°C

matériaux coûteux

DEMARCHE

Constat à partir d'une liste non exhaustive:

Très grande variété de matériau de différente nature

⇒ Nécessité de disposer de techniques de caractérisation performantes et adaptables aux contraintes matériaux (échelles caractéristiques, anisotropie de comportement, propriétés à très haute température...)

Démarche mise en place au LMC pour estimer les propriétés thermiques qui s'appuie sur:

⇒ le développement de techniques non intrusives basées sur l'interaction laser/matière, appelées « photothermiques », permettant de mesurer la diffusivité thermique à différentes échelles spatiales et à très haute température

⇒ le développement d'expériences numériques à partir de microstructures numérisées (en complément des études expérimentales parfois difficiles à réaliser) permettant de calculer la conductivité et diffusivité thermiques et de réaliser des études paramétriques (sensibilité à la nature des constituants, à des paramètres géométriques...)

Caractérisation et modélisation des propriétés thermiques de milieux hétérogènes

Le Ripault

énergie atomique - énergies alternatives

SOMMAIRE



Mesure des propriétés thermiques

- caractérisation de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique (méthodes photothermiques)

Modélisation des propriétés thermiques

- présentation de la démarche
- exemples d'applications

Mesure des propriétés thermiques

Le Ripault

Mesure des effets secondaires produits par l'absorption d'un flux électro-magnétique instationnaire (impulsionnel ou périodique)



- Faisceau laser
- Faisceau d'électrons
- Faisceau d'ions ...

Élévation de température

Emission IR

(*Radiographie IR stimulée, Méthode flash face avant ou arrière*)

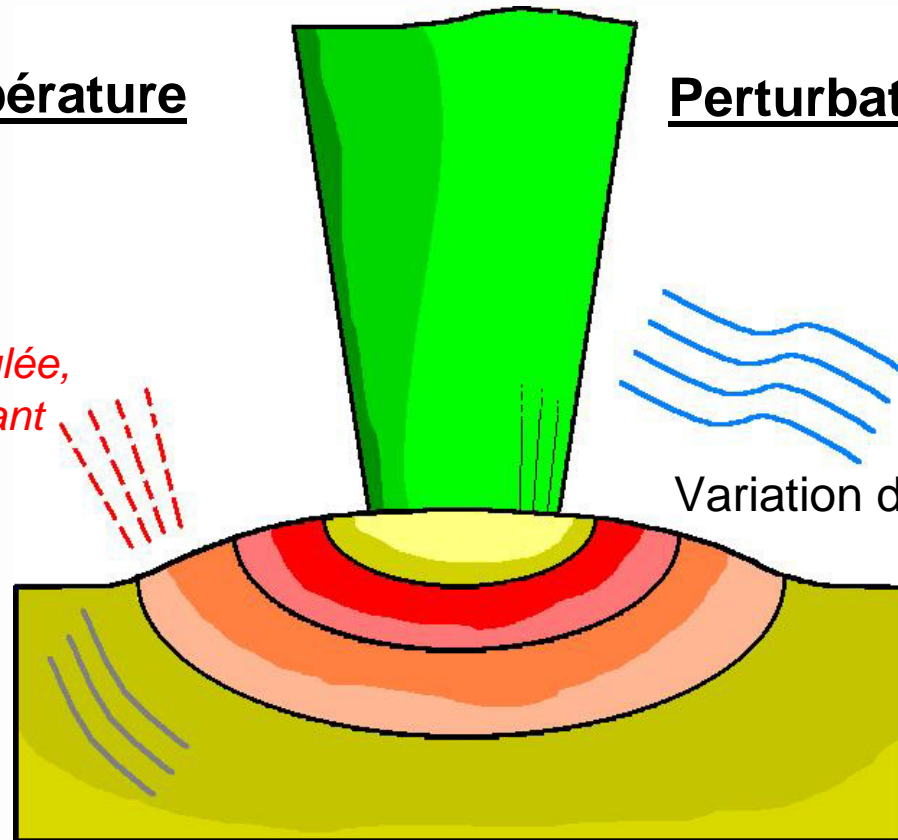
Émission acoustique
(*Photoacoustique*)

Perturbation thermo-élastique

*Dilatation thermique
=>(Photodéflexion,
Photointerférométrie)*

Variation d'indice

- Milieu environnant
- Échantillon
(*effet mirage, Photoréflexion*)



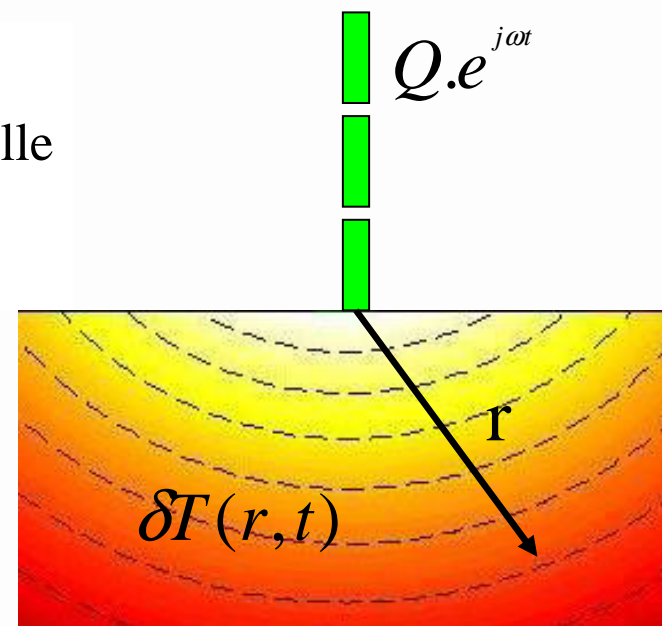
Caractérisation de l'échelle du μm au mm

Principe de la microscopie photothermique – Ondes thermiques

- milieu semi-infini homogène isotrope
- source de chaleur harmonique et ponctuelle
- k : conductivité thermique
- α : diffusivité thermique

Échauffement périodique $\delta T(r,t)$:

$$\delta T(r,t) = \frac{Q}{4 \cdot \pi \cdot k \cdot r} \cdot \cos\left(2\pi f \cdot t - \frac{r}{\mu}\right) \cdot \exp\left(-\frac{r}{\mu}\right)$$



Longueur de diffusion thermique

$$\mu = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi f}}$$

onde

$$\frac{d\varphi}{dr} = -\frac{1}{\mu}$$

α déduit de la mesure de la pente de la phase en fonction de la distance au point de chauffage

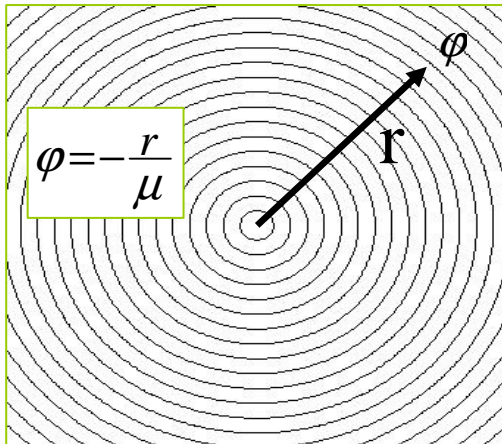
évanescence

$\alpha = 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
 $f = 300 \text{ kHz} \Rightarrow \mu \sim 1 \mu\text{m}$
 $f = 20 \text{ Hz} \Rightarrow \mu \sim 120 \mu\text{m}$

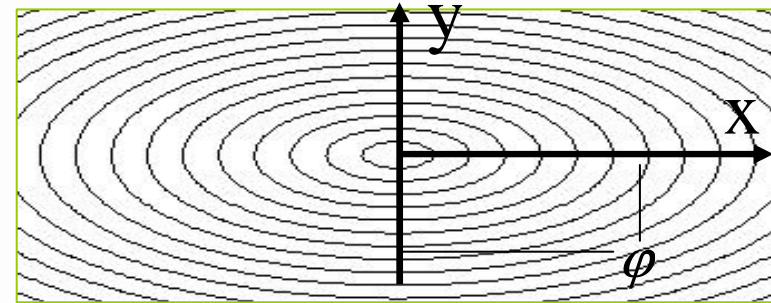
Principe de la microscopie photothermique – Solutions théoriques

Développement de modèles d'analyse pour l'identification de la diffusivité thermique

Le Ripault Cas isotrope

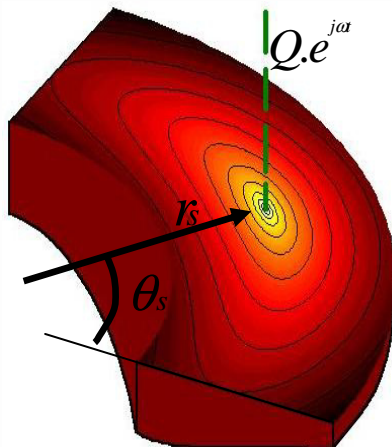


Cas anisotrope



$$\varphi = -\sqrt{\left(\frac{x}{\mu_x}\right)^2 + \left(\frac{y}{\mu_y}\right)^2}$$

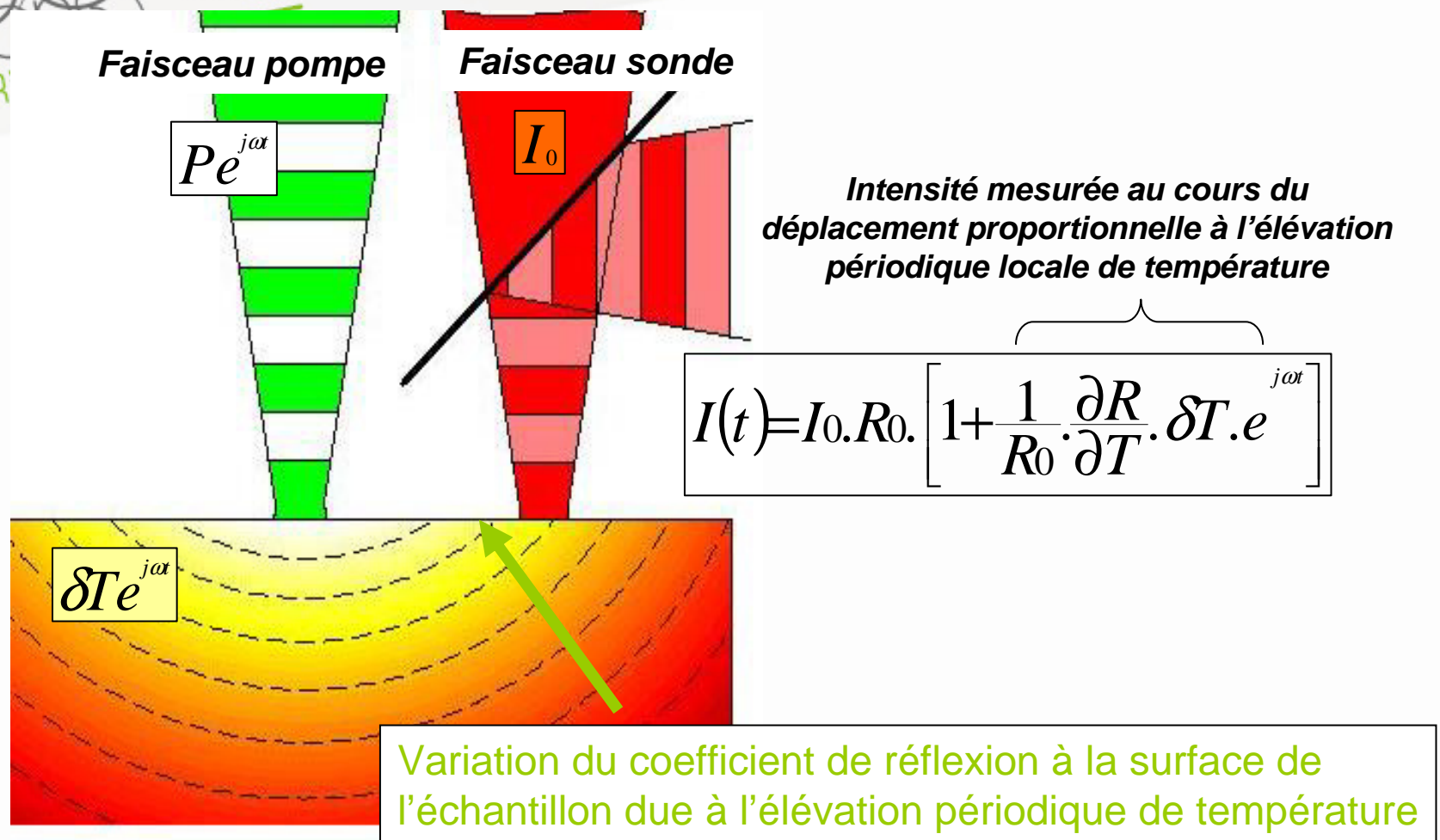
Cas orthotrope à symétrie cylindrique



$$\frac{\partial \varphi}{\partial r} = -\frac{1}{\mu_r} = -\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha_r}}$$

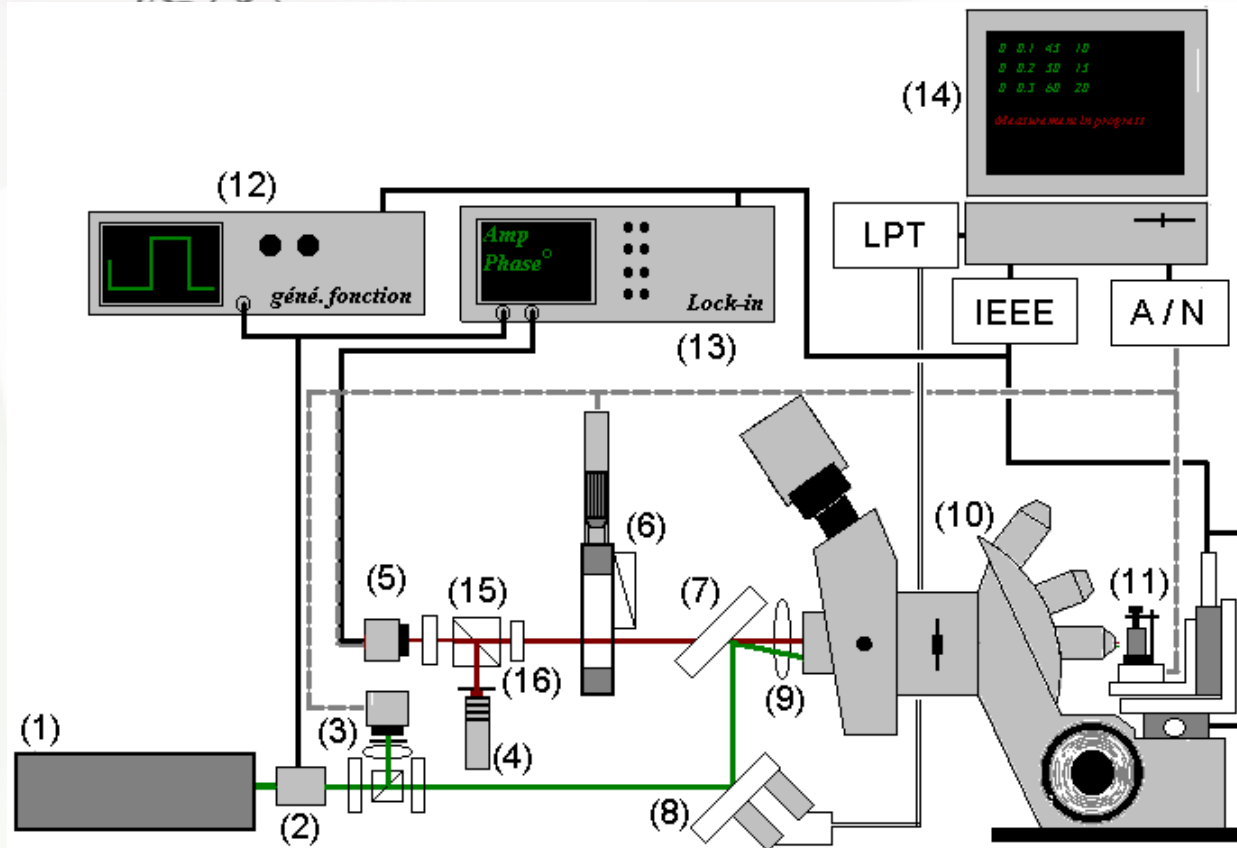
$$\frac{\partial \varphi}{\partial \theta} = -\frac{1}{\mu_\theta}$$

Principe de la microscopie photothermique – Photoréflexance



N.B.: focalisation des faisceaux laser jusqu'à la limite de diffraction => résolution spatiale $\sim 0,7\mu\text{m}$

Description du dispositif expérimental

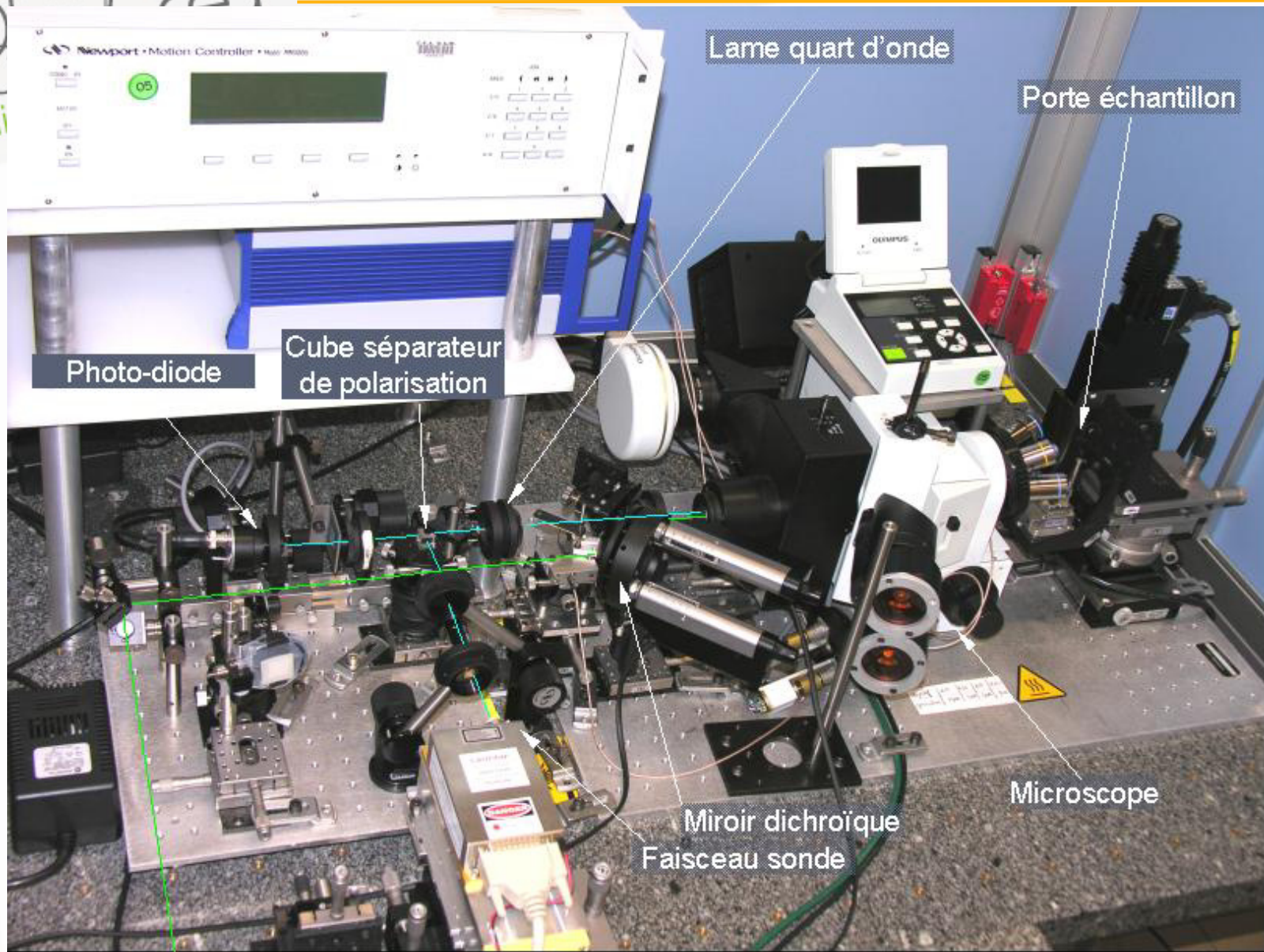


Parcours du faisceau sonde

Polarisation aller: verticale
 ↑
 Polarisation retour:
 → horizontale
 Après lame ¼ onde
 ↻ Polarisation aller:
 circulaire
 Après lame ¼ onde

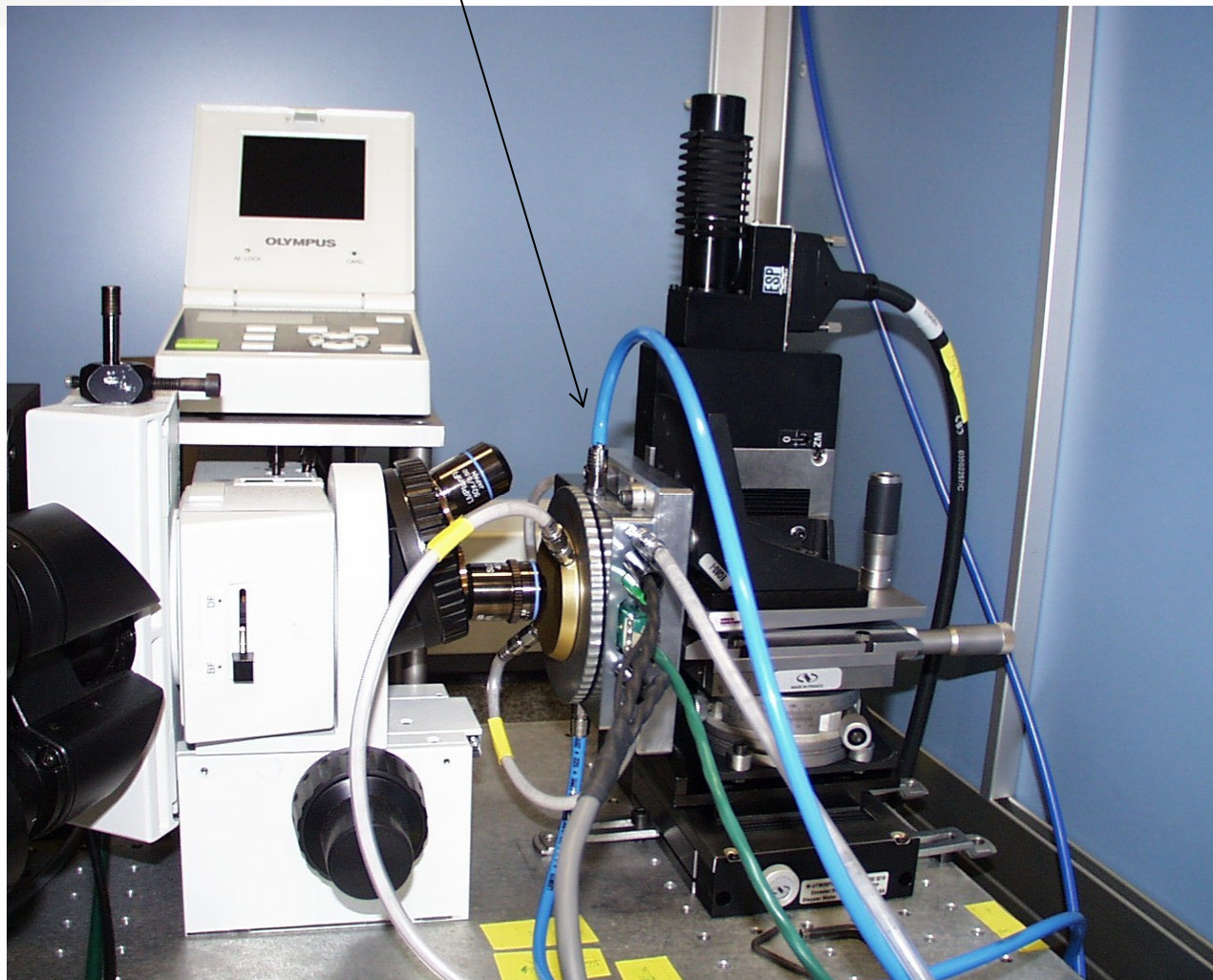
- | | |
|------------------------------|------------------------------------|
| 1 Laser pompe | 9 lentille oculaire |
| 2 modulateur acousto-optique | 10 microscope métallographique |
| 3 autofocus | 11 porte échantillon motorisé |
| 4 Laser sonde | 12 générateur de fonction |
| 5 photodiode | 13 détection synchrone |
| 6 prisme de Wollaston | 14 PC de pilotage |
| 7 lame dichroïque | 15 cube séparateur de polarisation |
| 8 miroir motorisé | 16 lame quart d'onde |

Microscope photoréflecteur



Mesure en température à l'échelle microscopique

Platine chauffante jusqu'à 1500°C

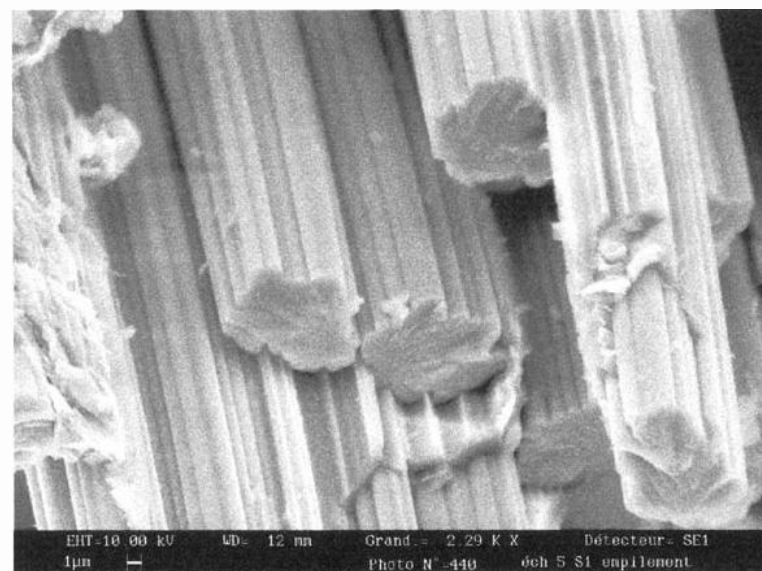
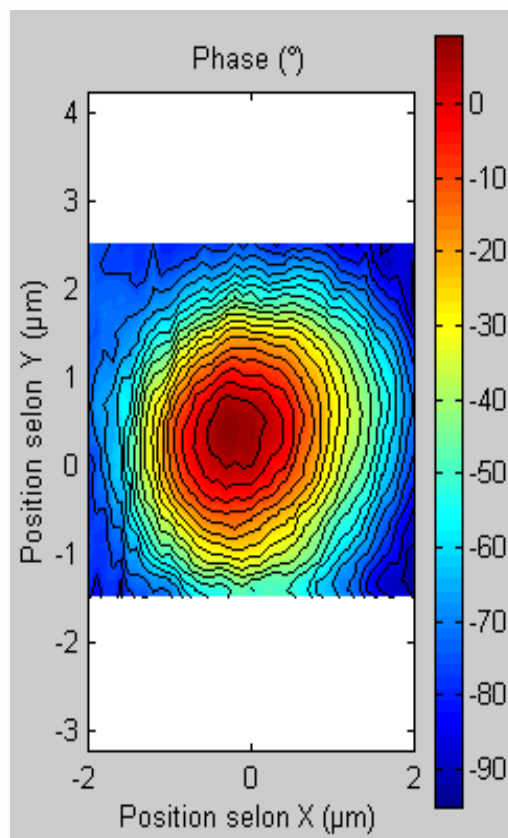


Application à la caractérisation des fibres de carbone

fibre ex-rayonne
8 μ m de diamètre moyen
f = 1 MHz

Influence de la microstructure

Coupe transversale

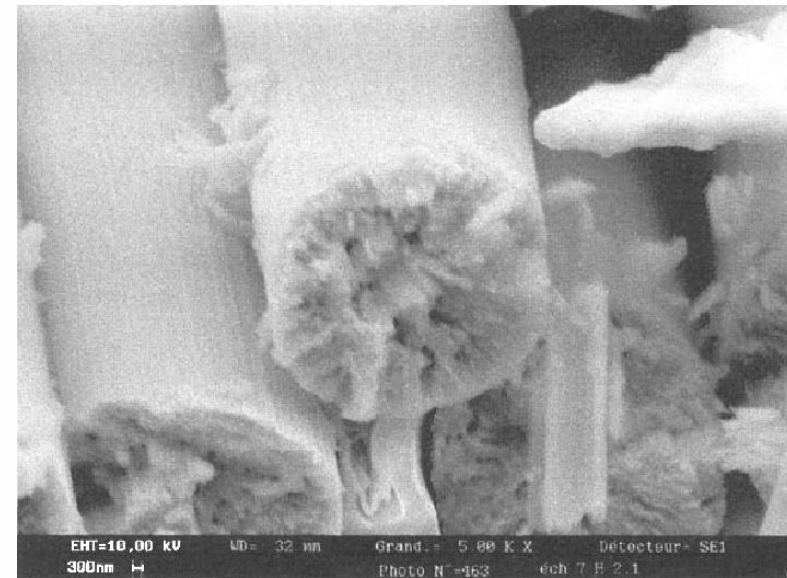
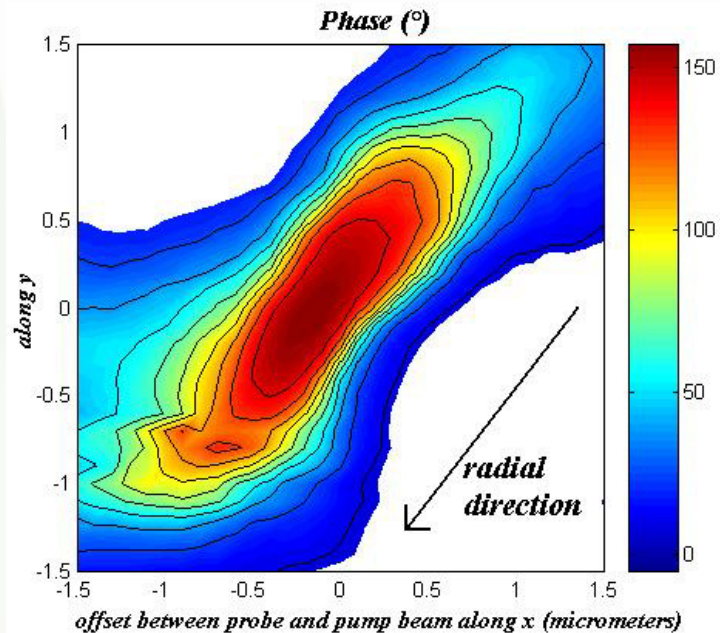


Isothermes circulaires
=> comportement isotrope transverse

Influence de la microstructure

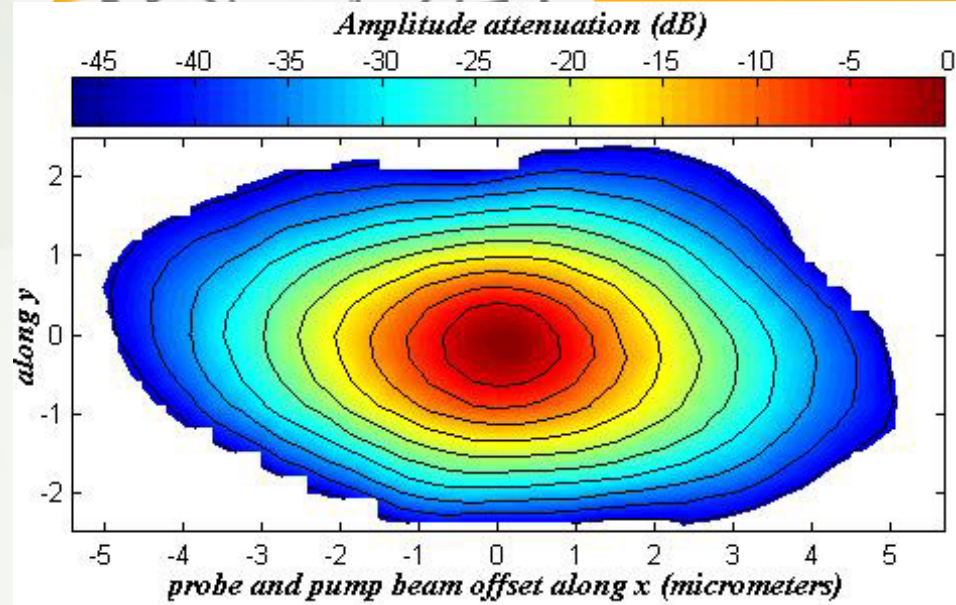
Coupe transversale

fibre ex-Brai
10 μ m de diamètre
f = 1MHz



Texture de la fibre de carbone => diffusion radiale de la chaleur

Caractérisation de fibre de carbone : Fibres Ex-PAN

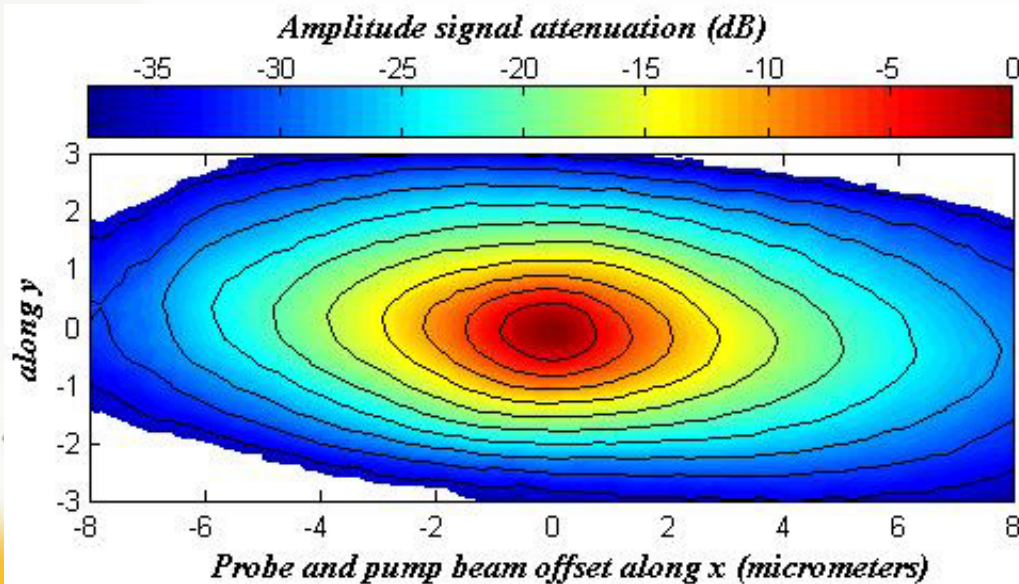


Fibre brute :

- $a = 4,0$
- $\alpha_{\max} = 10 \text{ mm}^2/\text{s}$

Coupe longitudinale

Fréquence de modulation : 1 MHz

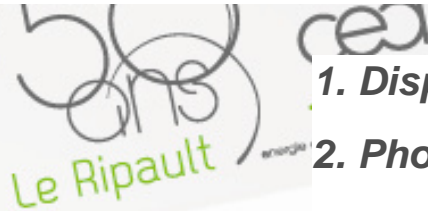


Fibre après process :

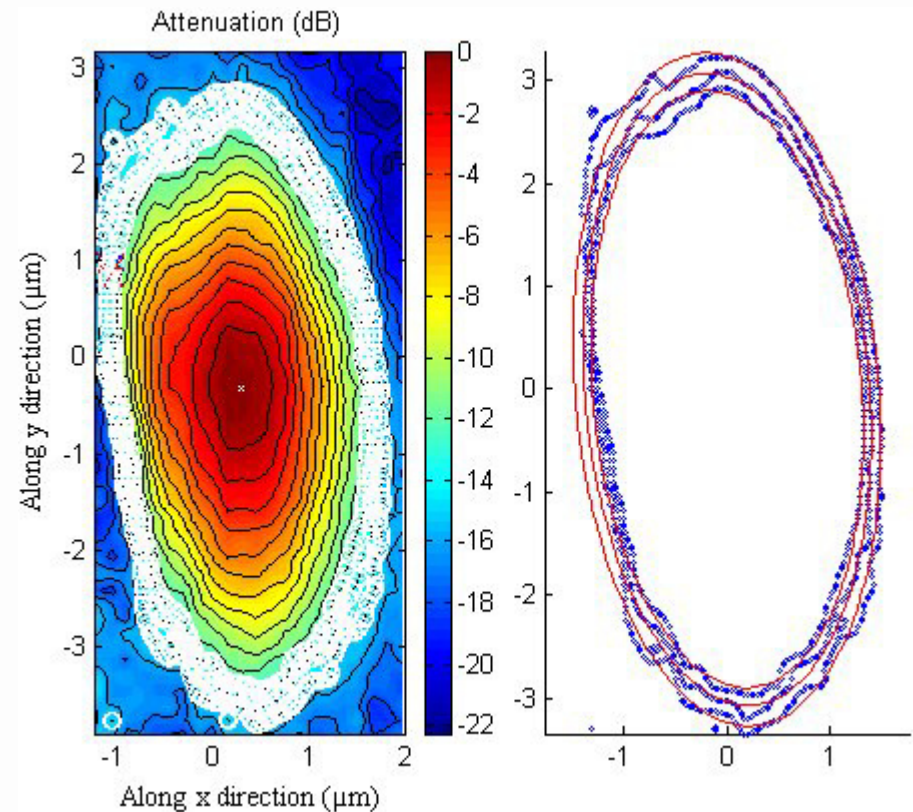
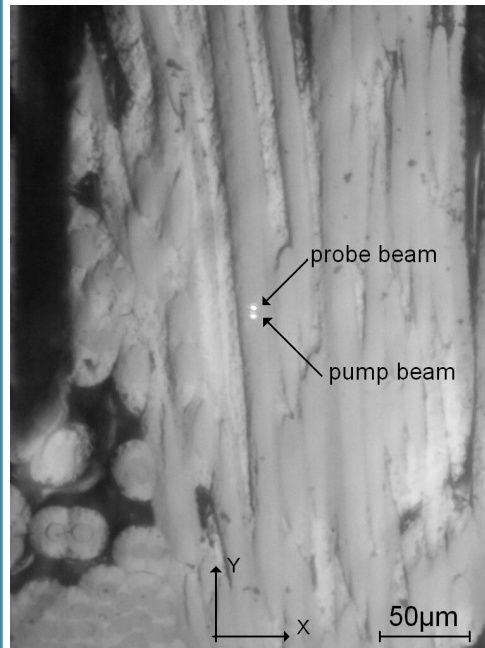
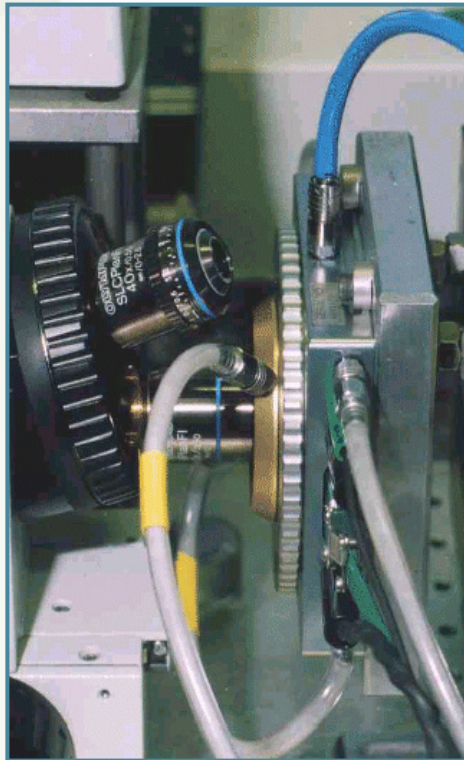
(+ *traitement thermique*)

- $a = 10,54$
- $\alpha_{\max} = 136 \text{ mm}^2/\text{s}$

Caractérisation microscopique : fibre de carbone en température



1. Dispositif de mesure à haute température ($\rightarrow 1500^\circ\text{C}$)
2. Photo de la zone sondée à la surface de l'échantillon à 1000°C .
3. Lignes d'iso-amplitudes avec leur ajustement théorique obtenus à 1000°C .



D. Rochais and al, J phys. D: Appl. Phys. 38 (2005) 1498-1503

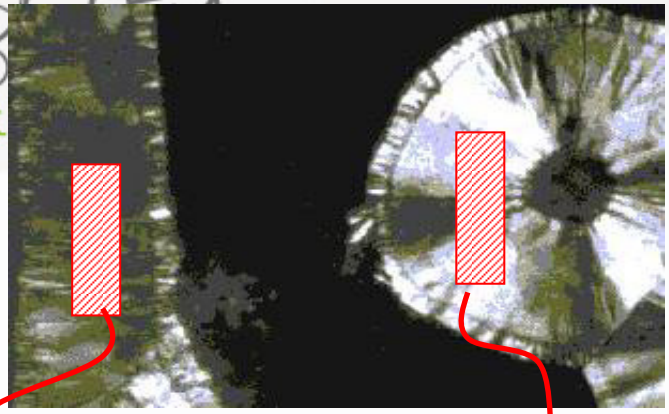
Identification du degré d'anisotropie (~ 5) et de la direction principale longitudinale

Coupe longitudinale

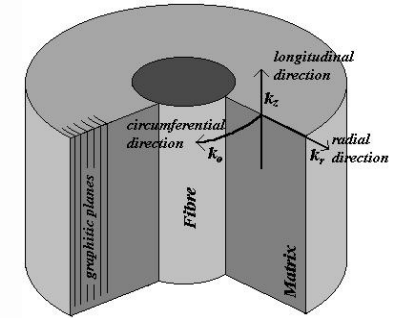
$$\Rightarrow \alpha_L = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s} \quad \alpha_T = 2,6 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

Caractérisation microscopique : milieu orthotrope à symétrie cylindrique

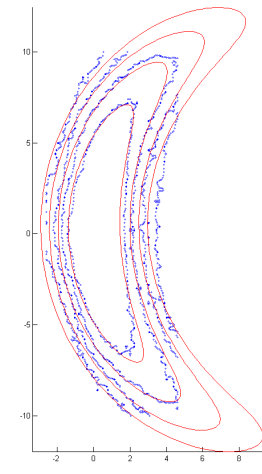
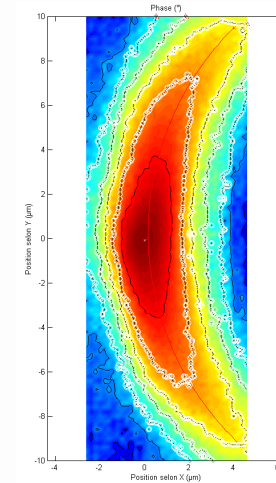
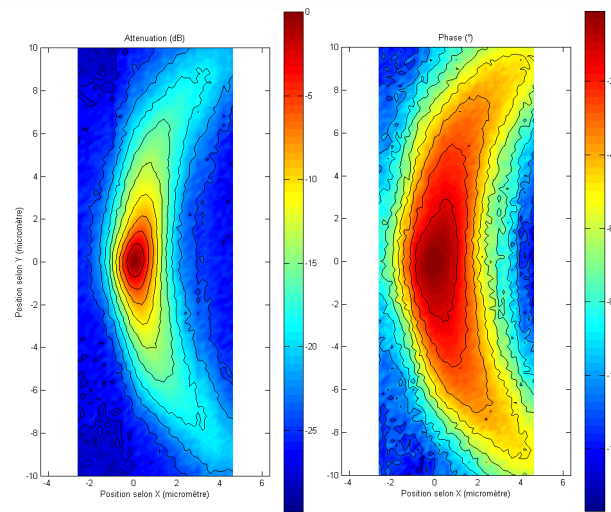
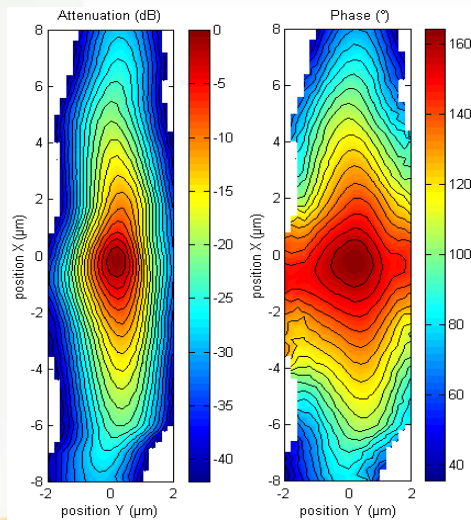
Le Ripault



Matrice de pyrocarbone
 Coupes longitudinale et transversale
 $f \approx 1\text{MHz}$



Identification de la diffusivité circonférentielle



Influence de l'anisotropie thermique et de la microstructure

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_{\text{longitudinale}} \approx 8.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s} \\ \alpha_{\text{radiale}} \approx 3.10^{-6} \text{ m}^2/\text{s} \\ \alpha_{\text{circumférentielle}} \approx 7,8.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s} \end{array} \right.$$

Changement d'échelle...

Principe de la microscopie photothermique infra-rouge

Hypothèse : faible élévation de température

➔ Mesure du flux périodique rayonné

$$\Phi_{IR}(r, t) = 4\sigma_{sb}\epsilon T_c^3 \cdot \delta T(r, t)$$

Utilisation du profil d'amplitude

➔ **Mesure d'anisotropie**

(méconnaissance de l'émissivité au niveau local => pas de mesure de T)

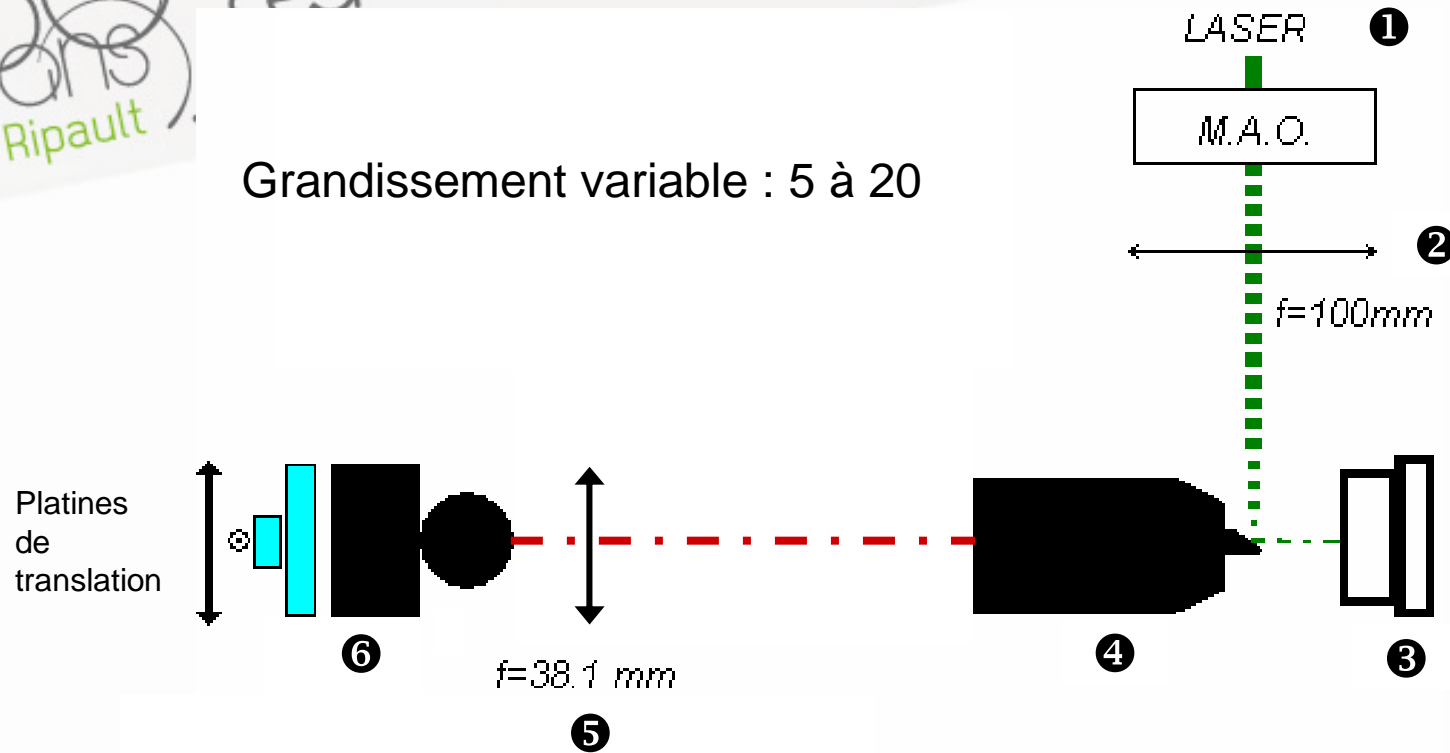
Utilisation du profil de phase

➔ **Obtention aisée de μ et donc de α car phase indépendante de l'émissivité**

N.B.: résolution spatiale de 2 à 15 μ m

Principe de la microscopie photothermique infra-rouge

Grandissement variable : 5 à 20



- ① Faisceau Pompe
- ② Lentille de focalisation
- ③ Echantillon dans platine chauffante

- ④ Objectif Cassegrain
- ⑤ Lentille ZnSe
- ⑥ Caméra Infra-rouge

Dispositif de mesure - Microscope infrarouge

Camera Infrarouge

Lentille ZnSe

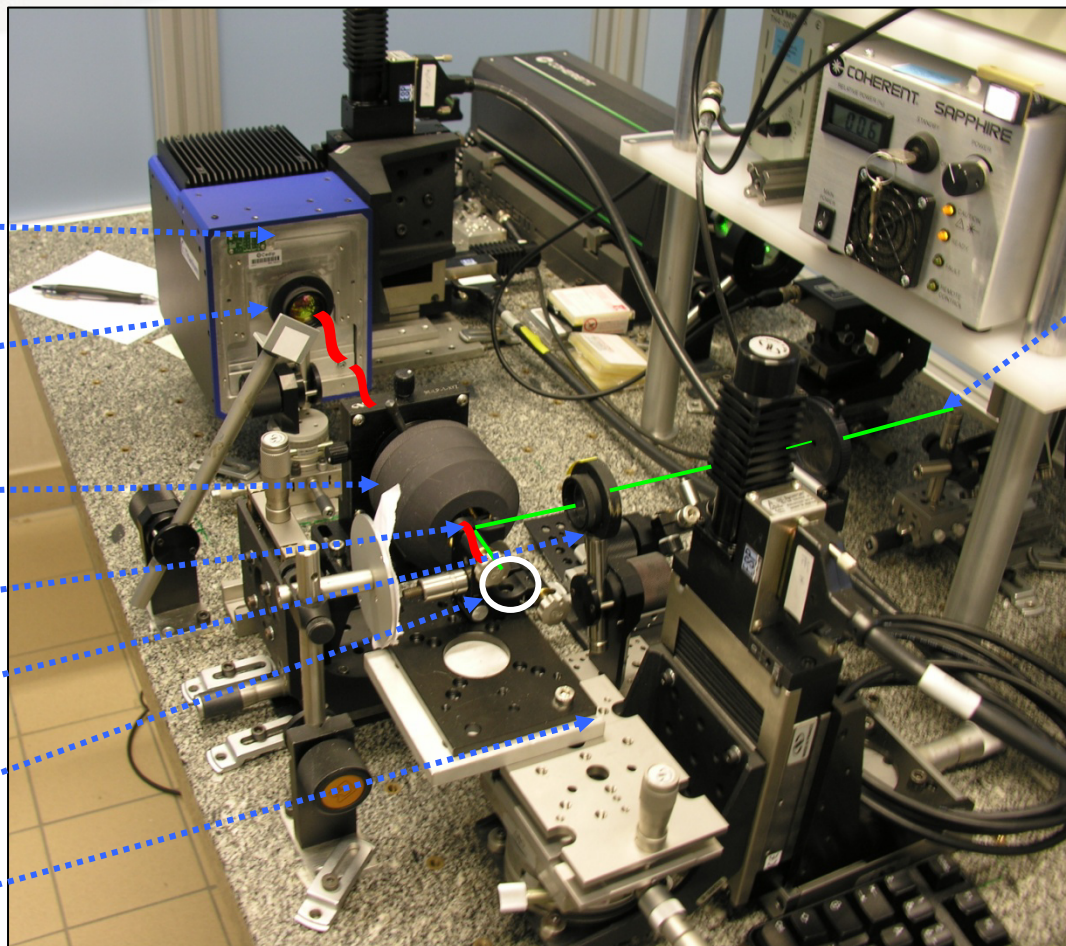
Objectif Cassegrain

Miroir

Lentille de focalisation

Echantillon

Porte échantillon Motorisé

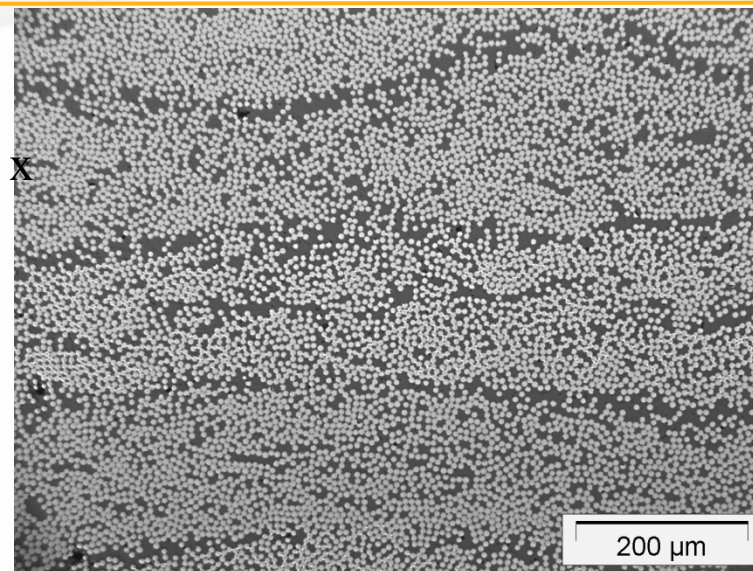
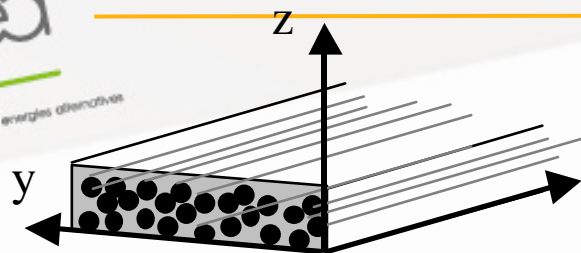


Faisceau pompe (532 nm)

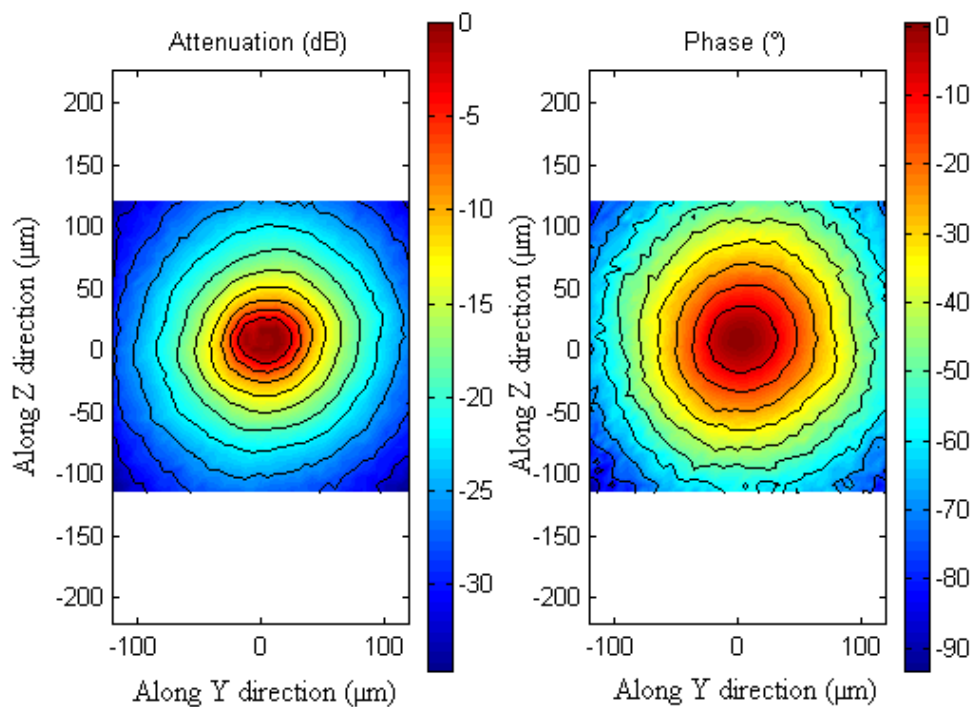
Remplacement du détecteur HgCdTe par une caméra IR

- Champ de mesure 1 mm²
- Temps d'acquisition réduit à 30 s
- Grande reproductibilité

Résultats expérimentaux: composite UD

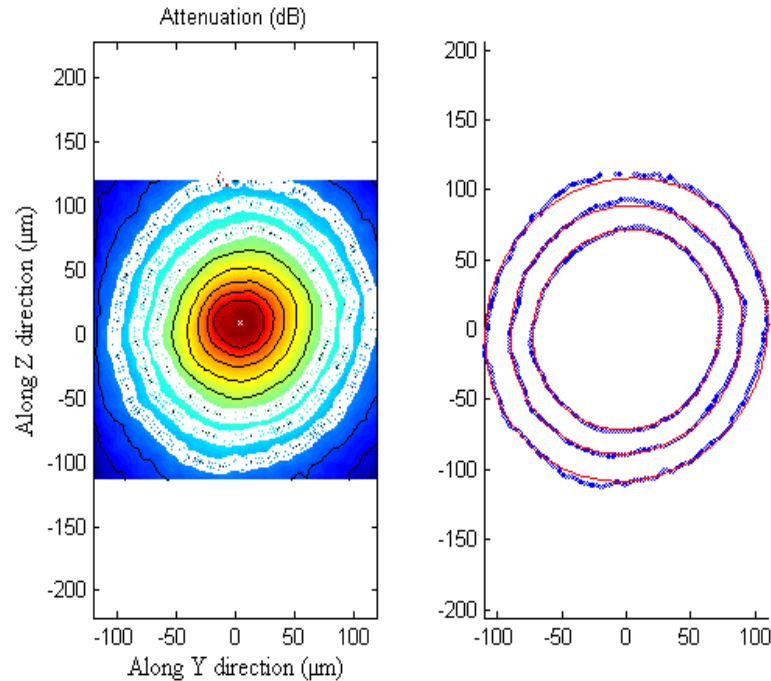


Composite carbone-resine - Cartographie
200 μm × 200 μm
Section transverse YZ f = 14 Hz



Isolignes circulaires =
comportement isotrope

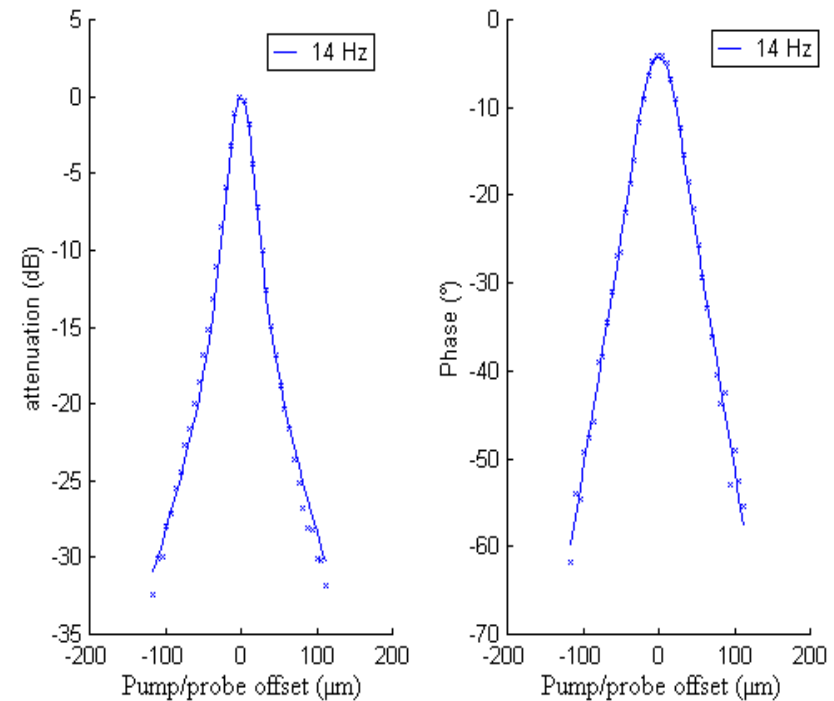
Résultats expérimentaux: composite UD



Le degré d'ellipticité est calculé à partir des lignes d'iso-amplitudes => anisotropie thermique (k_y/k_z) = 1



Profil 1D extrait de la cartographie et son ajustement théorique

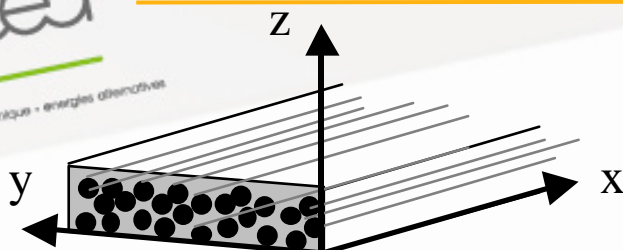


Degré d'anisotropie thermique estimé ~ 1

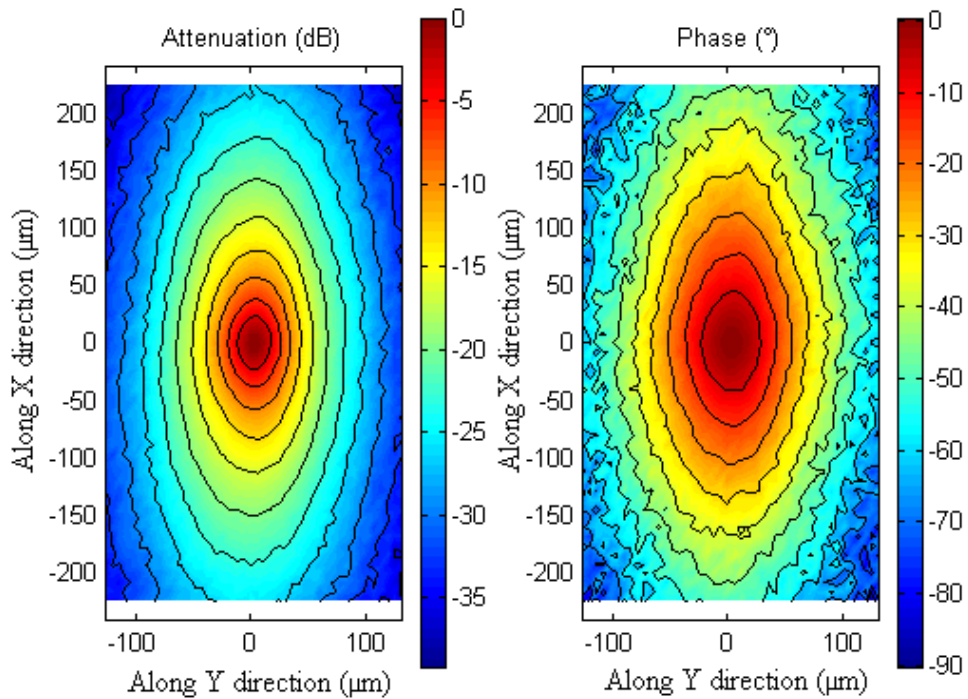
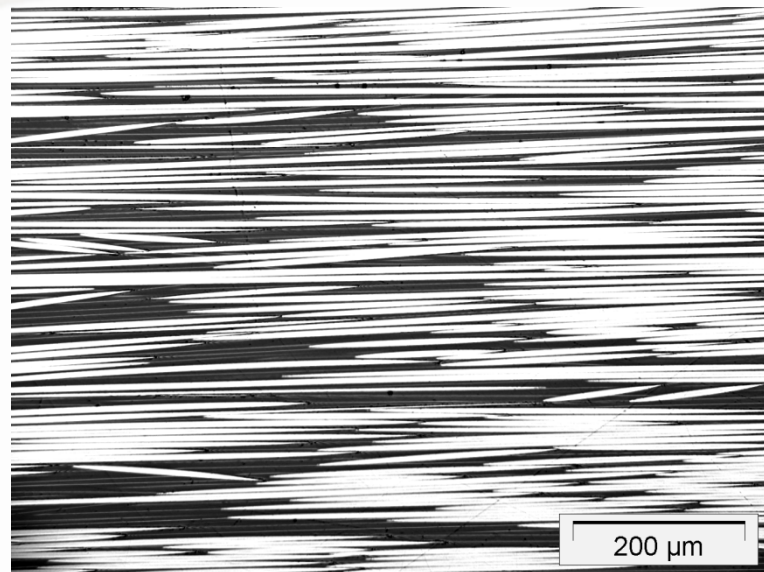
Diffusivité thermique estimée

$$\alpha_y = \alpha_z = 4.55 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

Résultats expérimentaux: composite UD

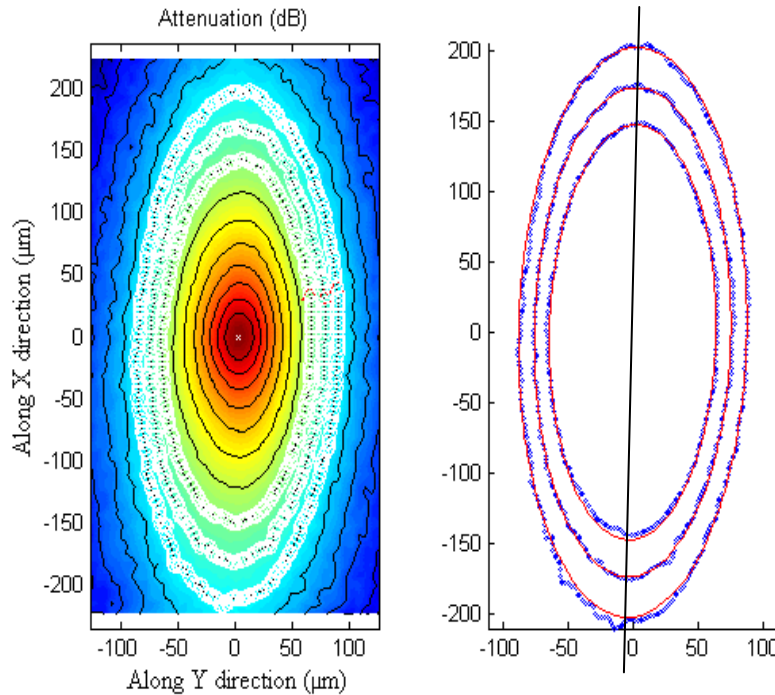


Composite carbone-resine - Cartographie
 200 μm \times 200 μm
 Section longitudinale XY f = 14 Hz



Isolignes elliptiques =
 comportement anisotrope

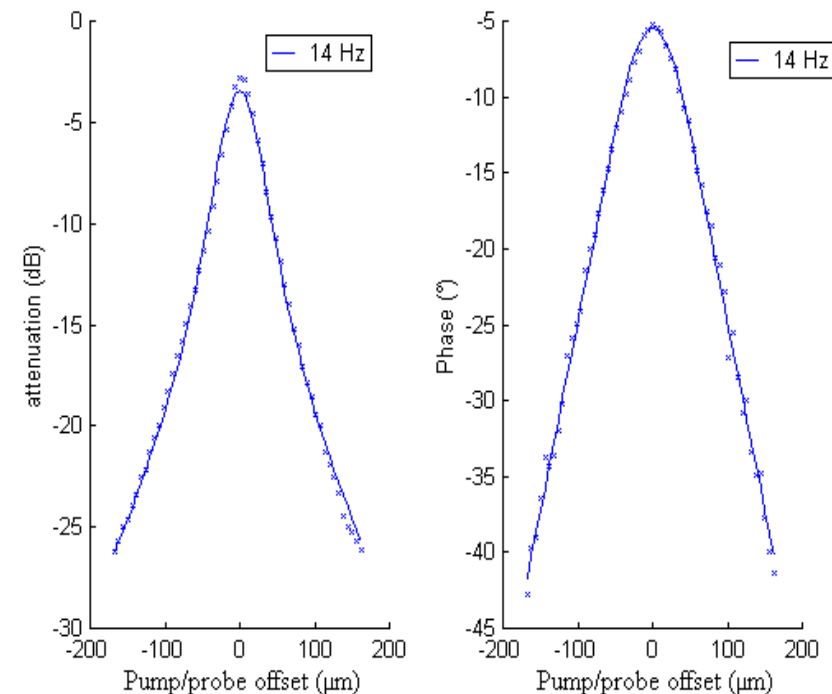
Résultats expérimentaux: composite UD



Ajustement des iso-amplitudes
⇒ anisotropie thermique (k_x/k_y) = 5.8
⇒ identification de la direction principale



Profil 1D extrait de la cartographie selon X et son ajustement théorique



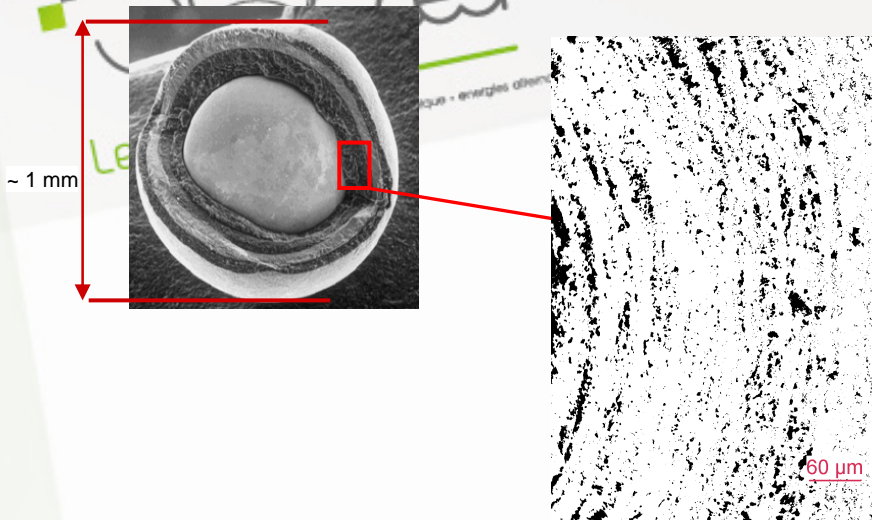
Degré d'anisotropie thermique estimé ~ 5.8

Diffusivités thermiques estimées

$$a_x = 2.84 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$a_y = 4.89 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

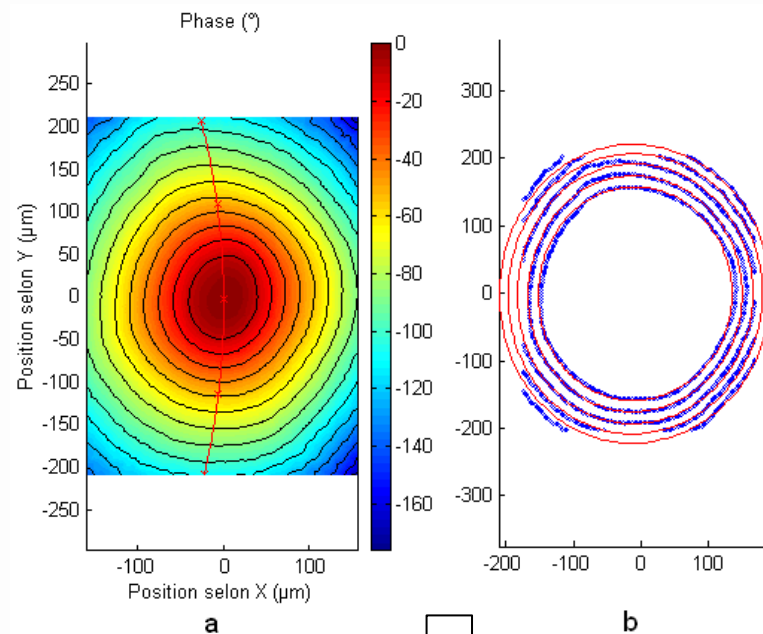
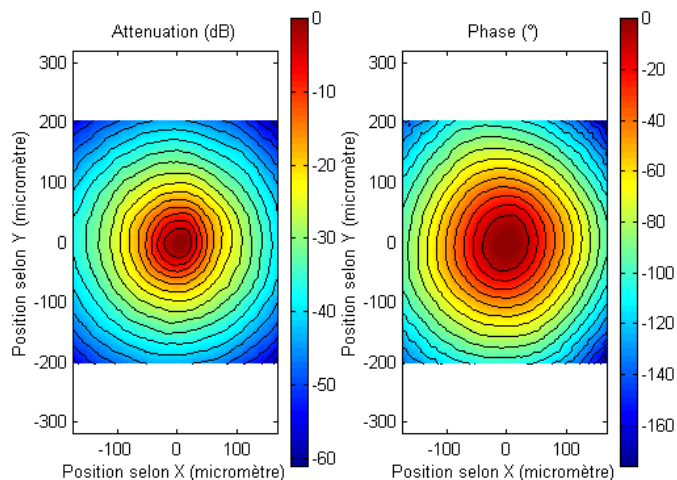
Combustible de 4^{ème} génération: diffusivité du buffer d'une bille HTR



Mesure par MIR sur une tranche polie du buffer

Analyse du déphasage

Cartographies d'atténuation et de phase



Diffusivité circonférentielle : $4,41 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
 Diffusivité radiale : $4,16 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

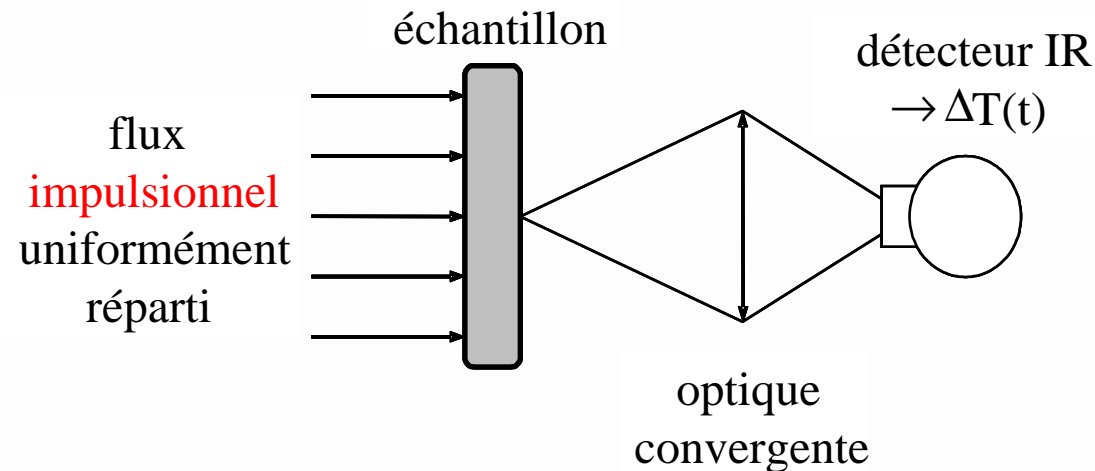
D. Rochais, « Microscopic Thermal Characterization of HTR Particle Layers » dans “Nuclear Fuels: Manufacturing Processes, Forms and Safety”, Ed. NOVA Publishers, ISBN: 978-1-60876-326-9 (2010)

Nouveau changement d'échelle...

Mesure de la diffusivité thermique

schéma de principe de l'expérience

[W. J. Parker *et al* , J. Appl. Phys. **32** (1961) , 1679-1684] :

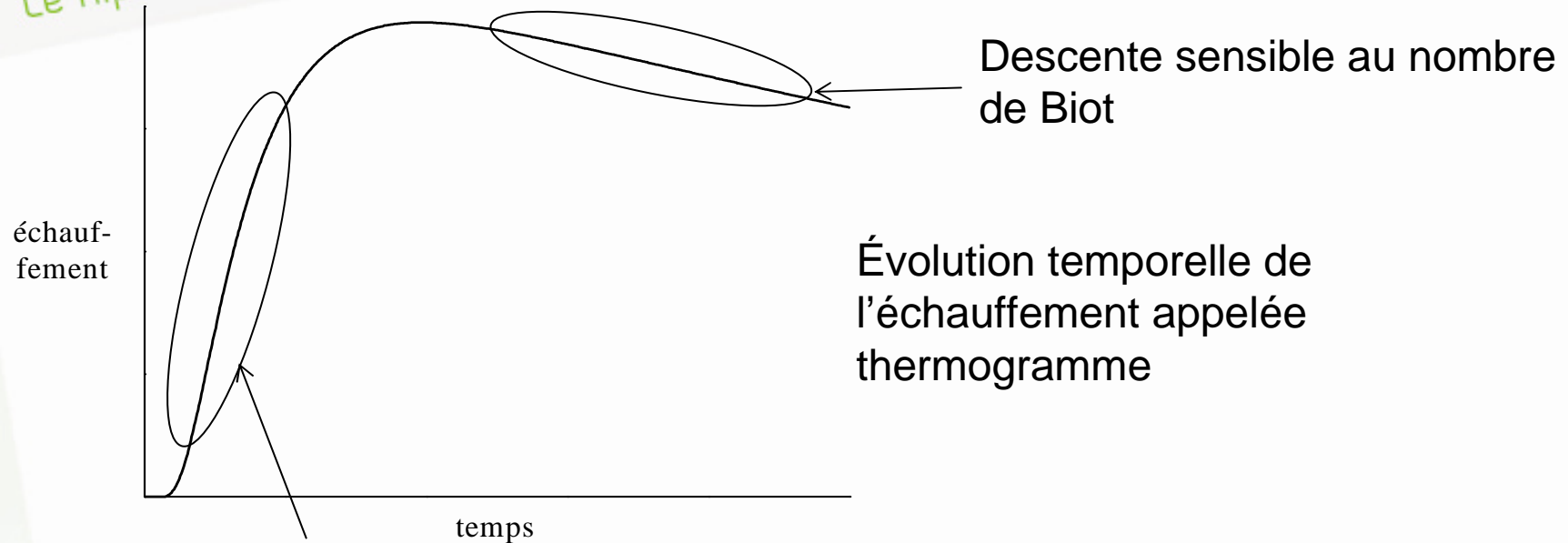


Évolution au cours du temps de l'échauffement de la face arrière de l'échantillon dépend de la diffusivité thermique du matériau et des échanges avec l'environnement (traduit par le nombre de Biot).

Pour les matériaux hétérogènes, nous parlerons de diffusivité thermique effective (réponse globale du milieu si multiconstituants).

Estimation indirecte de la diffusivité thermique

Réponse type d'un échantillon homogène

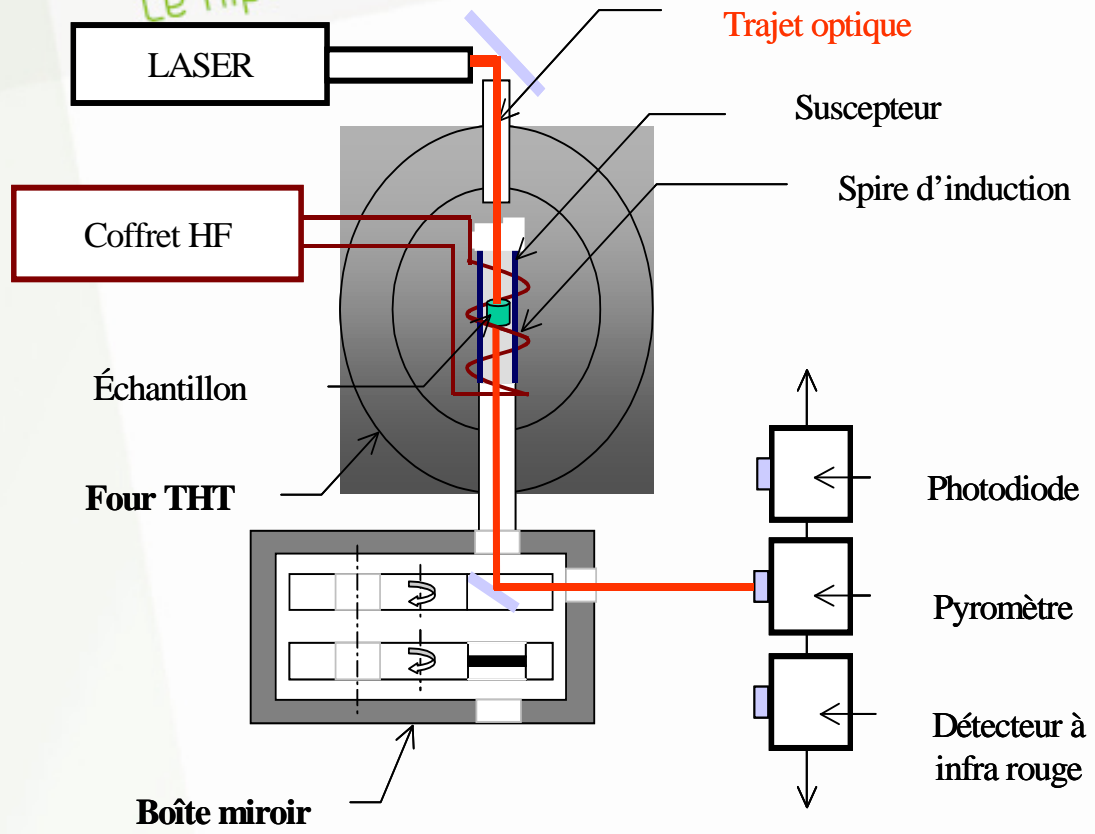


Montée sensible à la diffusivité

La modélisation de l'expérience permettra l'identification du thermogramme et l'estimation de la diffusivité thermique par méthode inverse

Mesure de la diffusivité thermique par méthode flash à très haute température

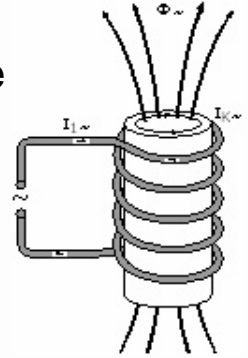
Le Ripault
cea
énergie atomique - énergies alternatives



Dispositif de caractérisation jusqu'à 3000°C

Principe du chauffage par induction:

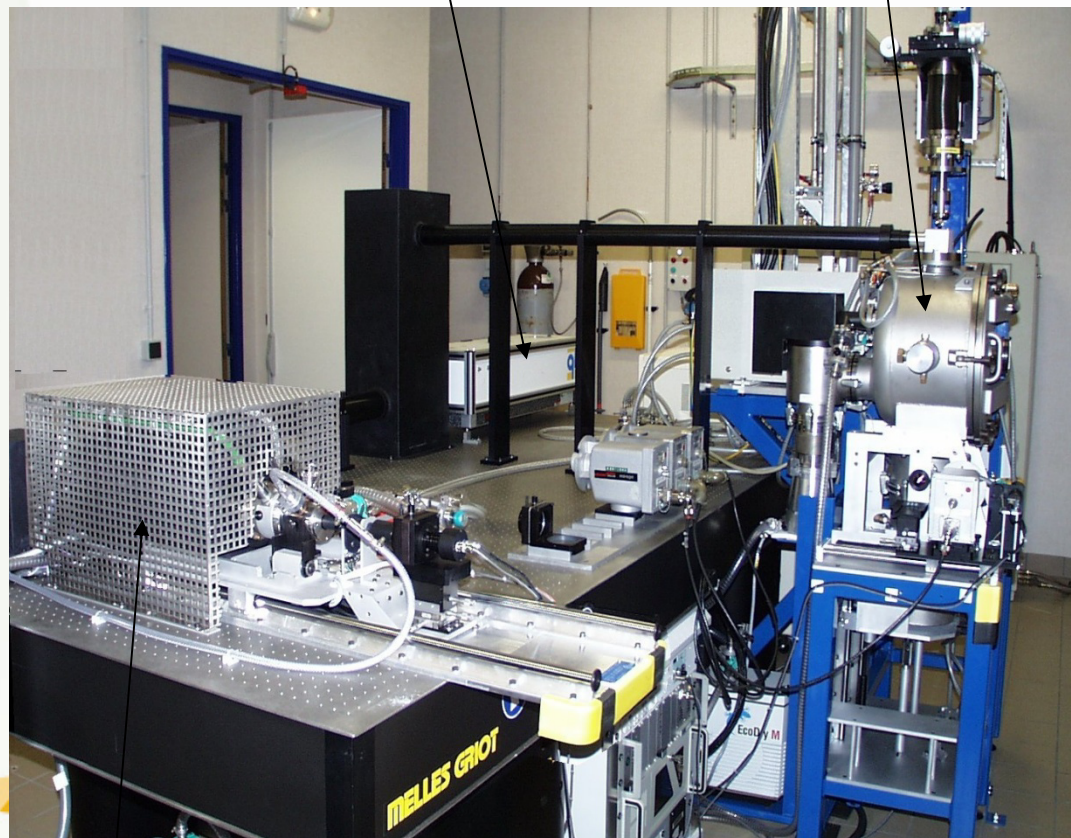
Circulation d'un courant alternatif haute fréquence dans la spire (Générateur HF)
⇒ champ EM entourant le suscepteur (pièce conductrice en graphite)
⇒ création de courants de Foucault induits dans le suscepteur



⇒ échauffement intense par effet Joule du suscepteur
⇒ transfert de l'énergie par rayonnement du suscepteur vers l'échantillon

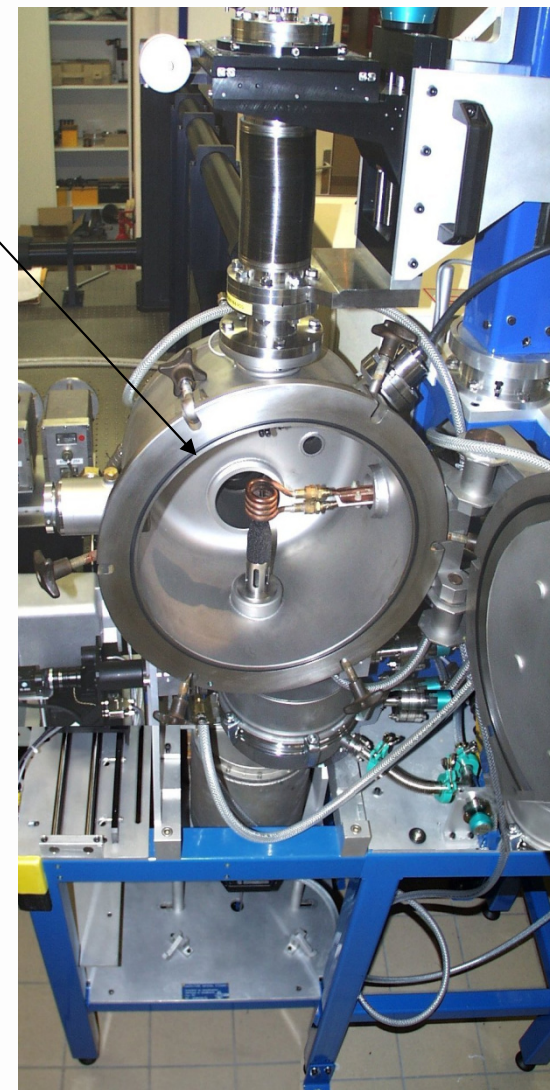
B. Hay et al, *International Journal of Thermophysics* 27, 1803-1815 (2006)

Banc de caractérisation jusqu'à 3000°C



Four résistif (jusqu'à 1000°C)

Four à induction
(1000 à 3000°C)



Mesure de la diffusivité thermique – échelle macroscopique

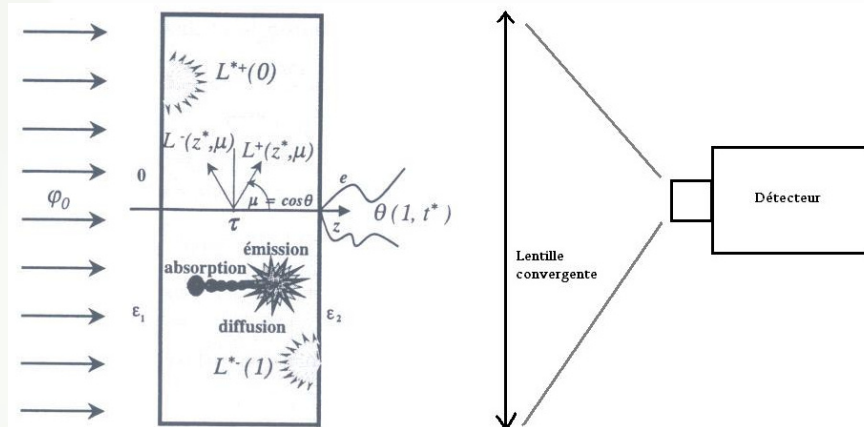
Identification de la diffusivité thermique en fonction de la nature de nos matériaux

Le Rⁱ Prise en compte dans la modélisation du transfert couplé conducto-radiatif

Modèle multicouches: Milieu opaque ou poreux et/ou semi-transparent au rayonnement prenant en compte les contraintes de préparation de l'échantillon

$$\text{Equation de la chaleur: } k \frac{\partial^2 T(z, t)}{\partial z^2} - \frac{\partial q_r(T, t)}{\partial z} = \rho C_p \frac{\partial T(z, t)}{\partial t}$$

$$\text{Eq. du transfert radiatif: } \mu \frac{\partial L(z, \mu)}{\partial z} + (\beta + \sigma)L(z, \mu) = \beta L_0(z, \mu) + \frac{\sigma}{2} \int_{-1}^1 L(z, \mu') p(\mu, \mu') d\mu'$$

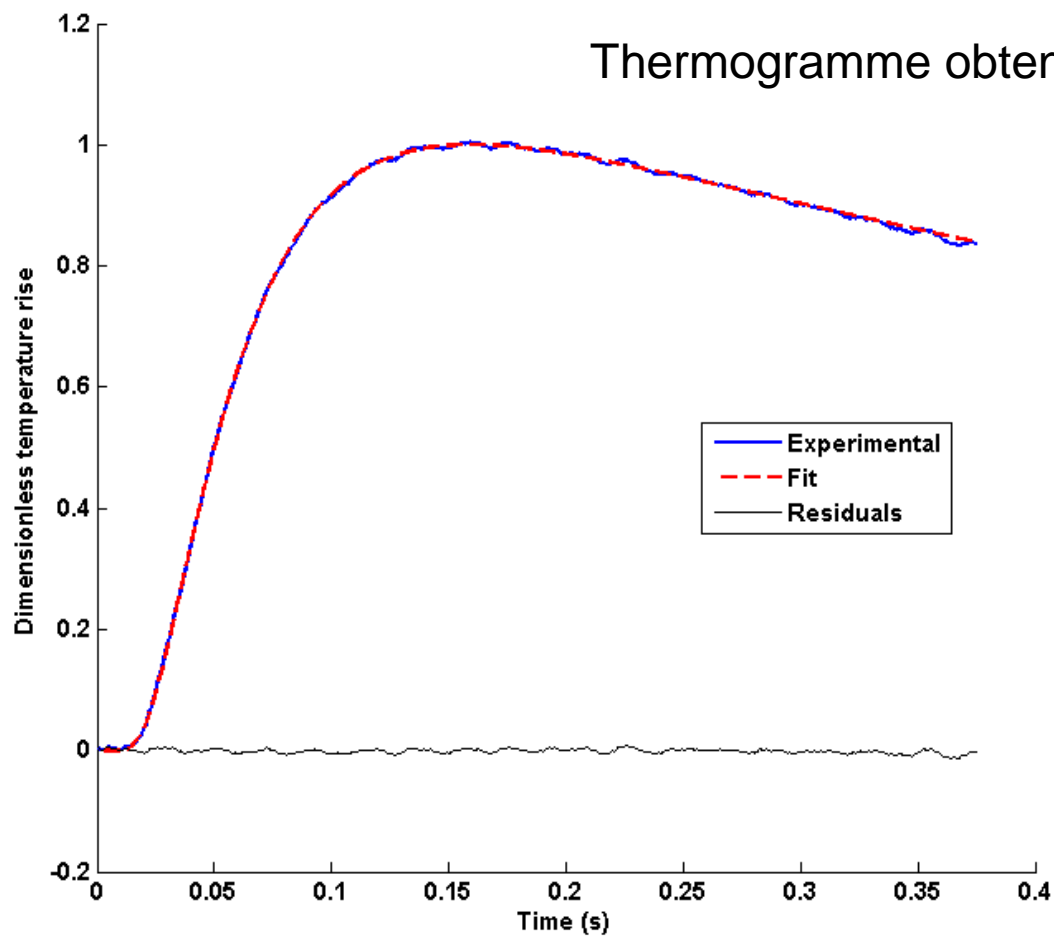


$$\text{Flux radiatif } q_r^*(z) = \pi(L^+(z) - L^-(z))$$

M. Niezgod, D. Rochais, F. Enguehard, B. Rousseau, P. Echegut, *Applied Physics Letters*, 99, 224101 (2011)

Caractérisation à l'échelle macroscopique

1^{er} cas: matériau à base de graphite (POCO)

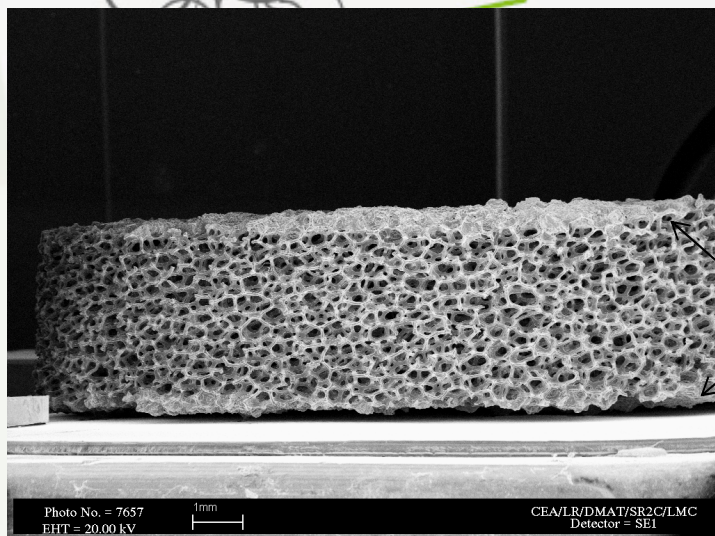


$$e = 2 \text{ mm}$$

$$\tau = 0,41\text{s}$$

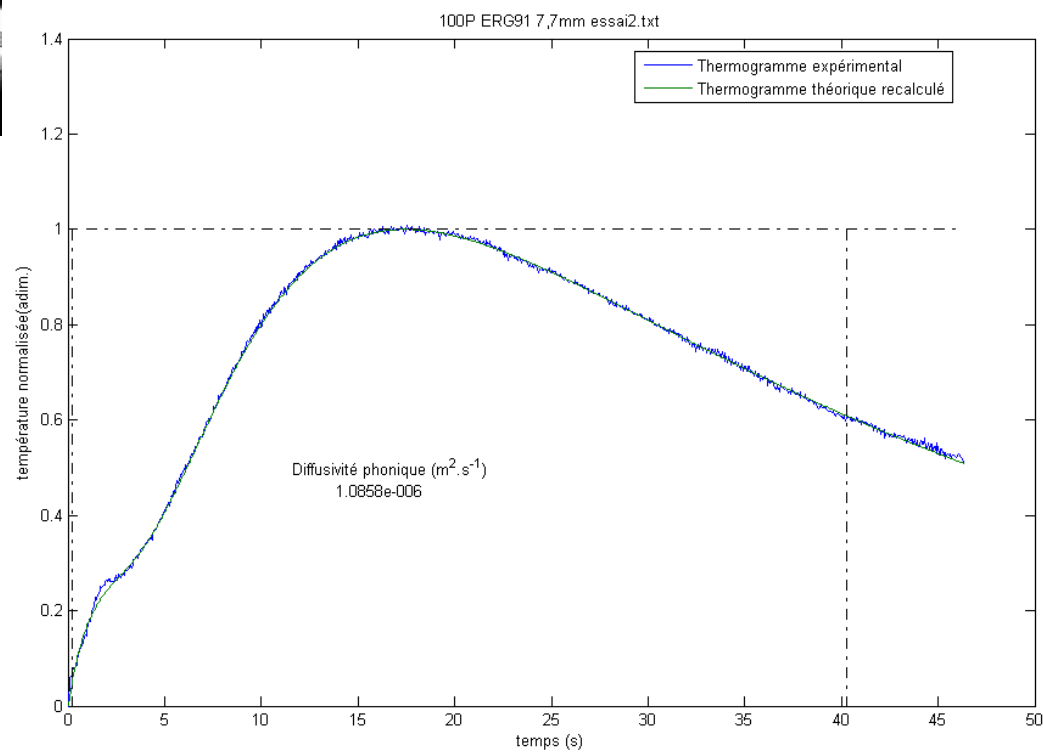
$$\alpha = 9,8 \text{ mm}^2/\text{s}$$

Mesure de la diffusivité thermique – échelle macroscopique



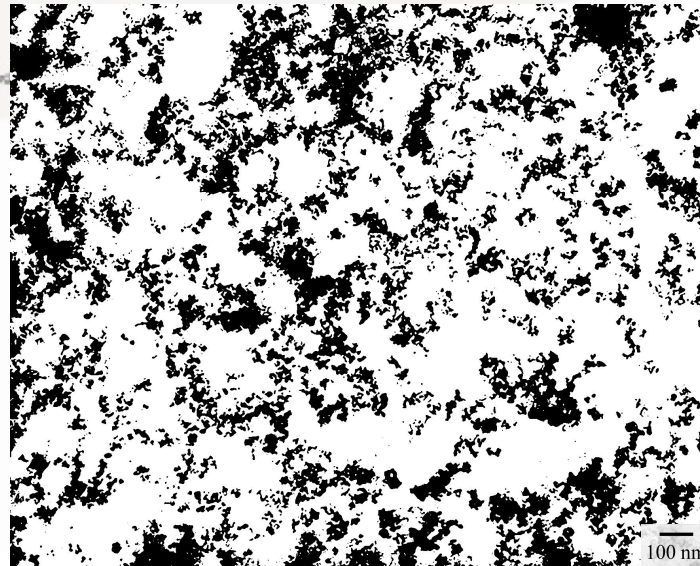
Couches de colle

Mousse de Carbone

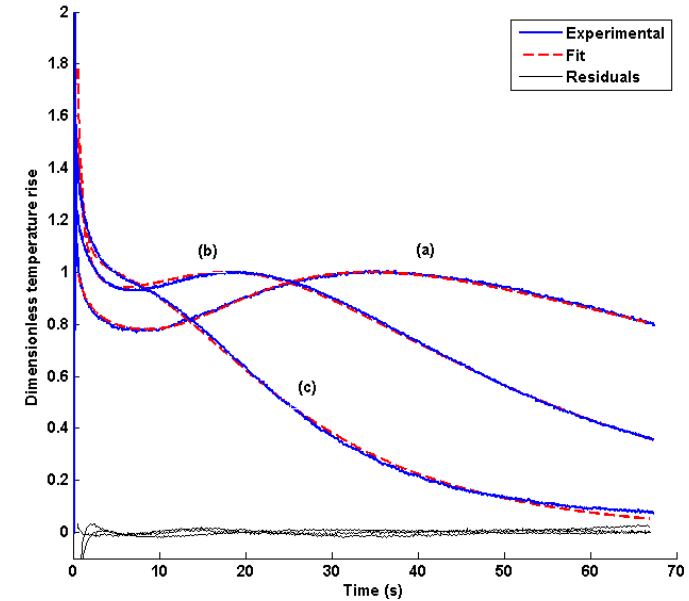


Mesure de la diffusivité thermique – échelle macroscopique

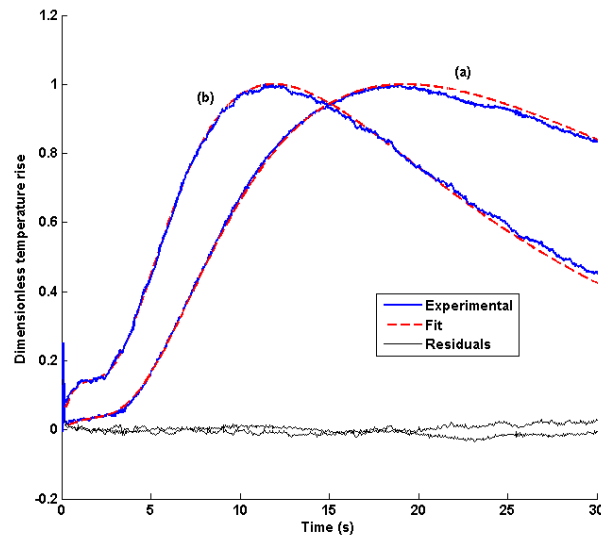
Superisolant
nanoporeux



Aérogel de silice



WDS



(a) 20°C; (b) 390°C

Identifications de thermogrammes
expérimentaux obtenus à
20°C (a), 145°C (b) et 306°C (c) à
l'aide du modèle conducto-radiatif

Caractérisation et modélisation des propriétés thermiques de milieux hétérogènes

SOMMAIRE

Mesure des propriétés thermiques

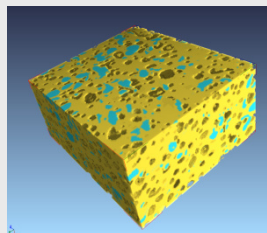
- caractérisation de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique (méthodes photothermiques)



Modélisation des propriétés thermiques

- présentation de la démarche
- exemples d'applications

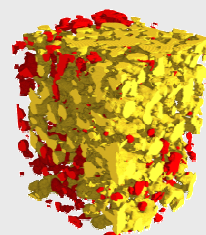
Démarche mise en place : chaînes d'analyse et d'expériences numériques



Matériaux réels

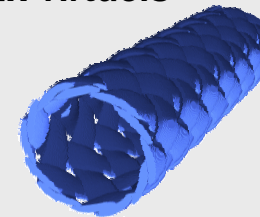
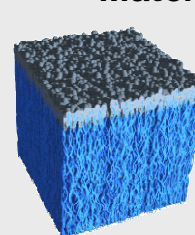
Tomographie X
(LMC, ESRF)

Acquisition,
numérisation,
segmentation



Tomographie
FIB/MEB (CERTEM)

Matériaux virtuels

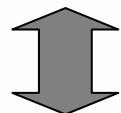


Simulation des procédés



Outils et codes « maison » (GENEMAT3D, ECOTHERM3D, CAST3M)

- Analyser la microstructure **de volumes représentatifs** (porosité, connectivités, distribution des phases ...)
- Déterminer des propriétés physiques par des expériences numériques (thermique, mécanique, fluide, électrique...) **alimentées par les mesures des propriétés des constituants de base**
- Réaliser des études de sensibilité: perturbations de la microstructure (topologie et/ou nature des constituants)



Procédés

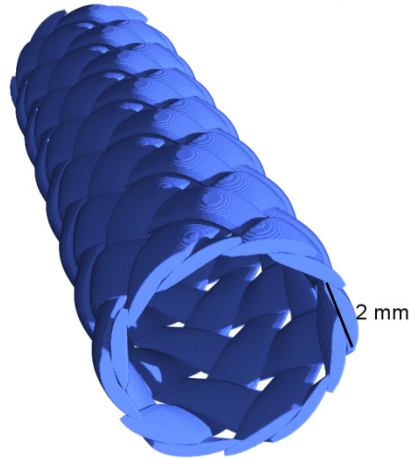
Performance des matériaux
Incertitudes procédés
Conception de nouveaux matériaux

Acquisition de la microstructure:

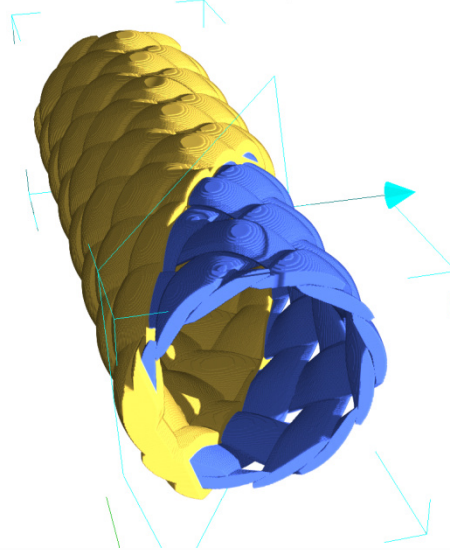
- Photographies
- Architecture numérique
- Tomographies X
- Reconstruction FIB-MEB

Algorithmes de construction de structure hétérogènes (GENEMAT3D)

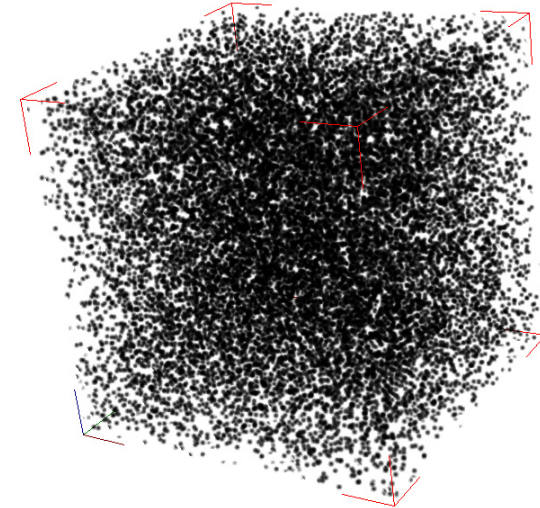
Gaine tressée de fils de carbone
(Réalisée numériquement)



Gaine tressée densifiée numériquement



Particules dispersées dans une matrice



Création et observation du tapis de nanotubes : **GREMI**

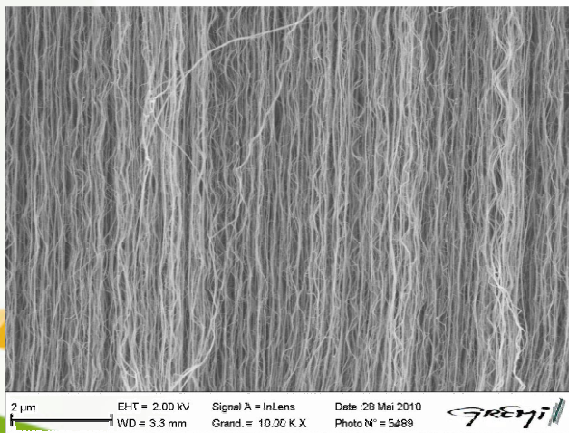
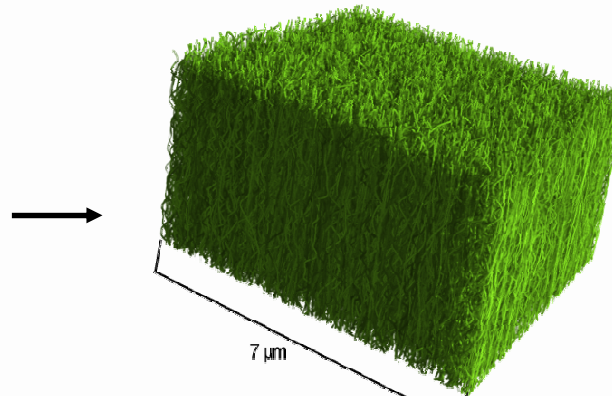


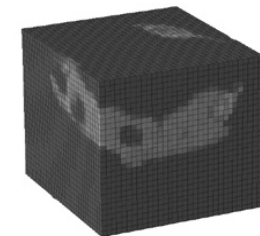
Image MEB

Création d'un volume numérique représentatif du tapis de nanotube : **CEA**

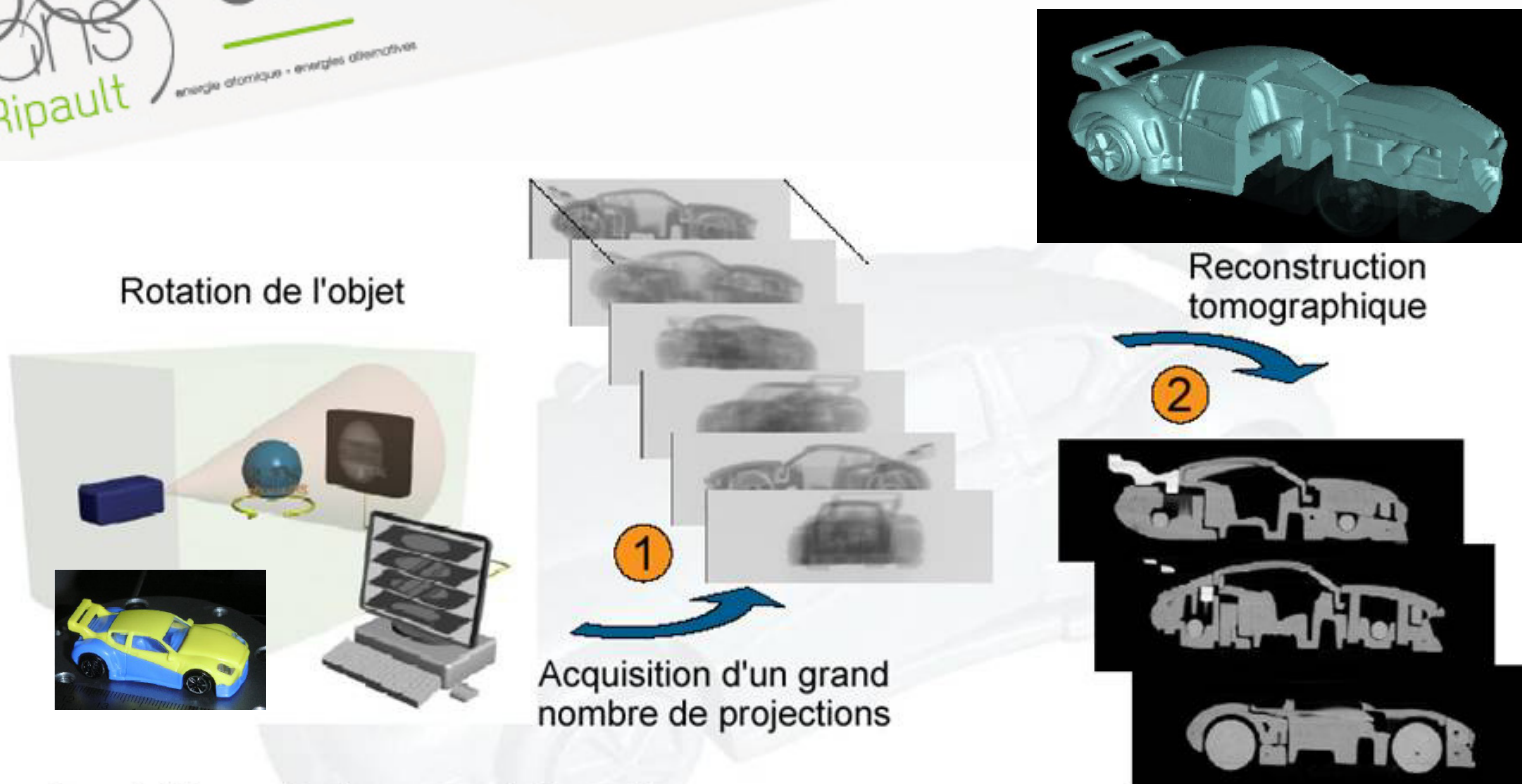


Les paramètres de création du volume dépendent des observations MEB faites sur les tapis de nanotubes.

(densité, épaisseur, torsion...)

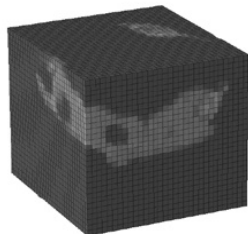


Principe de la Tomographie X

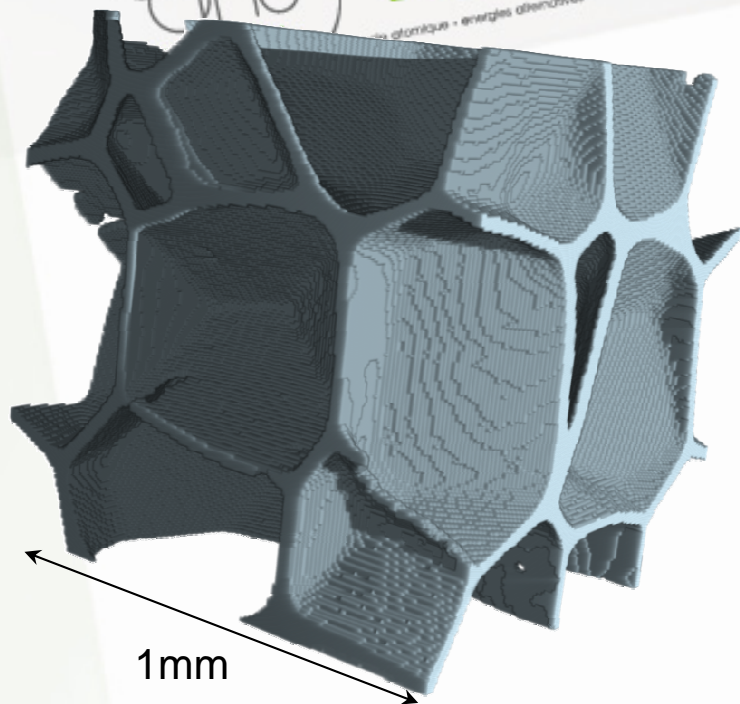


- Acquisition : plusieurs centaines de radios autour de la pièce (en réalité : le plus souvent, c'est la pièce qui tourne, contrairement au scanner médical)

- Puis : reconstruction tomographique de la pièce en 3D (calcul informatique), sous la forme d'un grand nombre de coupes au travers de l'image

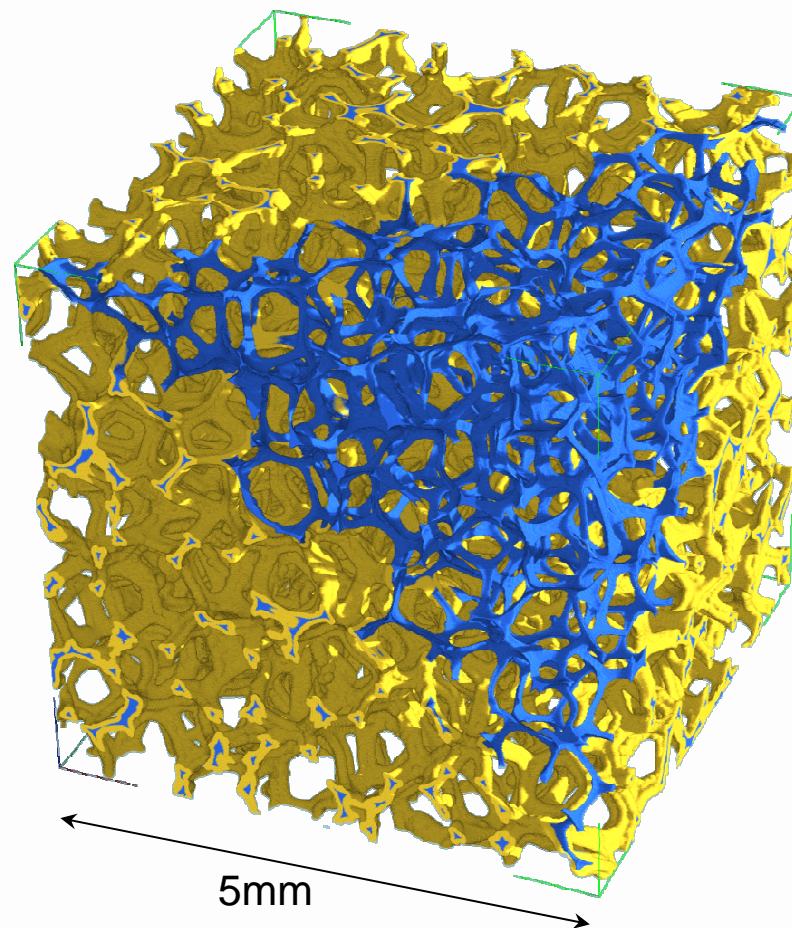


Exemples de structures tomographiées

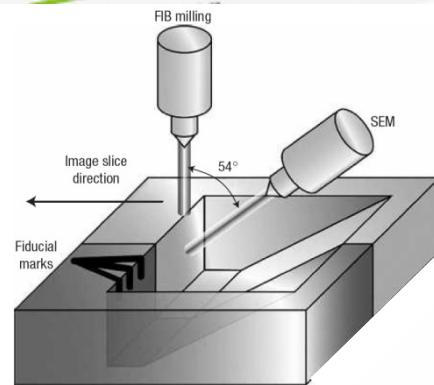


Milieu alvéolaire: mousse expansée

Mousse de carbone (bleu)
densifiée par du SiC (jaune)



Principe de la reconstruction FIB-MEB (ou tomographie FIB)

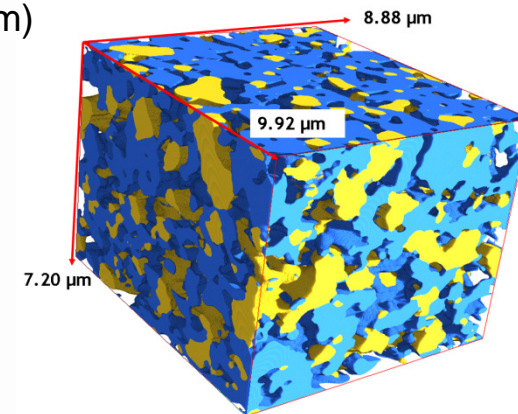


Principe du FIB/SEM (la surface d'étude de l'échantillon est perpendiculaire au faisceau d'ions alors que le faisceau ionique est à 52 °)

Image MEB prise après chaque ablation par le FIB (Focused Ion Beam)



Reconstruction numérique du volume



Anode d'une SOFC
Cermet Nickel (jaune) – Zirconie (bleu)

Modèle de conduction thermique par différences finies (1/2)

Objectif

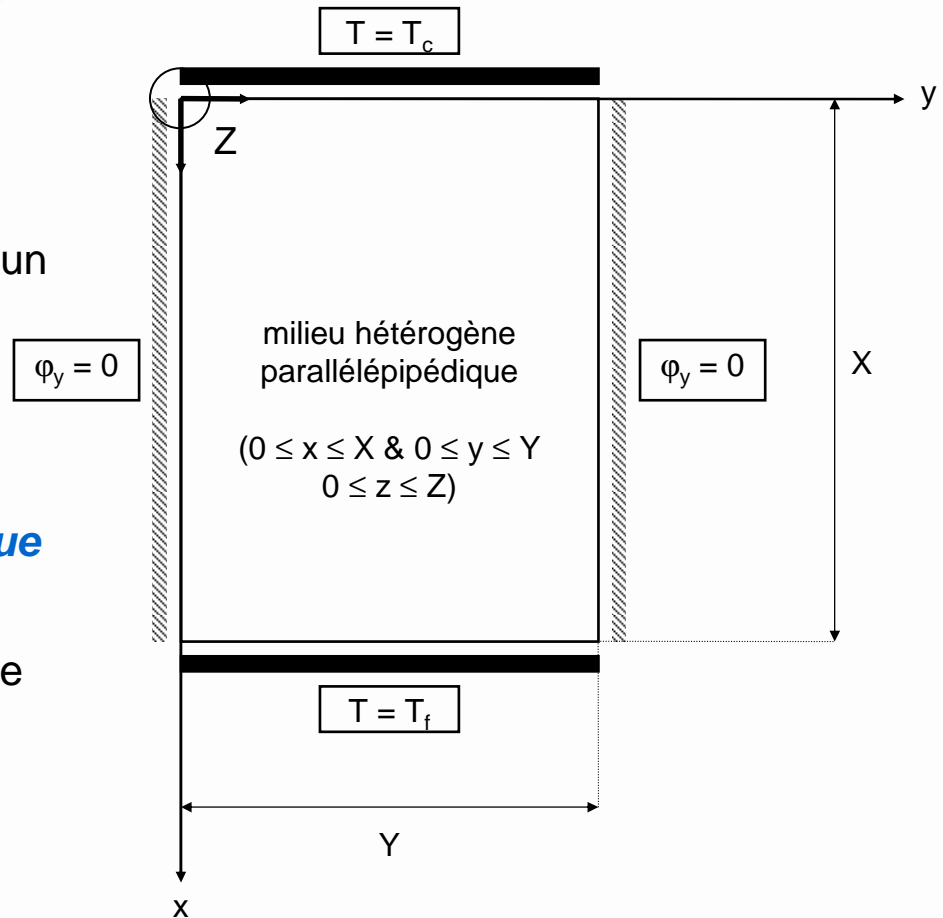
Détermination du tenseur des conductivités thermiques effectives d'un matériau hétérogène

Démarche

- simulation de la **technique de plaque chaude gardée**
- évaluation de la puissance thermique traversant l'échantillon de la plaque chaude vers la plaque froide

$$\Phi = \iint_S d\varphi_x \cdot dS$$

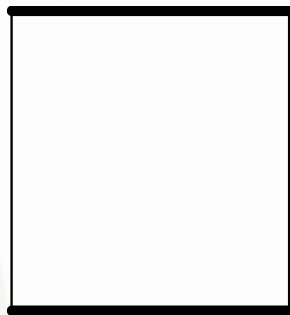
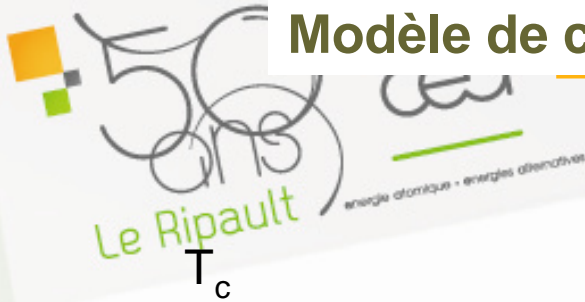
- évaluation de la conductivité thermique effective dans la direction normale aux deux faces à température imposée



$$\Phi = \frac{\Lambda \cdot S}{X} (T_C - T_f) \quad \text{Vue du milieu homogène équivalent}$$

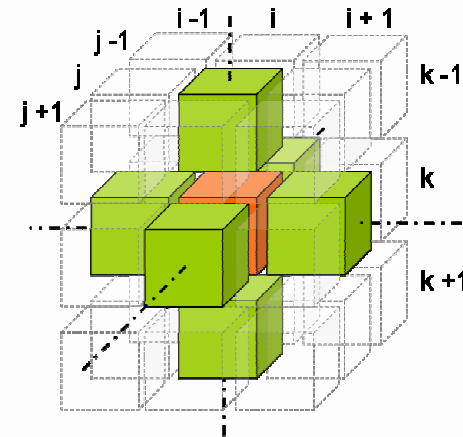
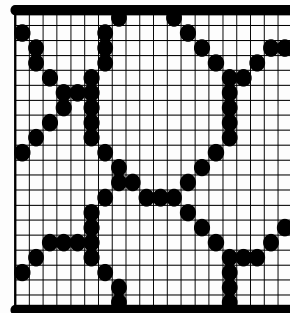
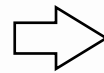
$$\Rightarrow \Lambda = \frac{X}{S \cdot (T_C - T_f)} \iint_S \left(-\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) dS \quad \text{Conductivité effective}$$

Modèle de conduction thermique par différences finies (2/2)



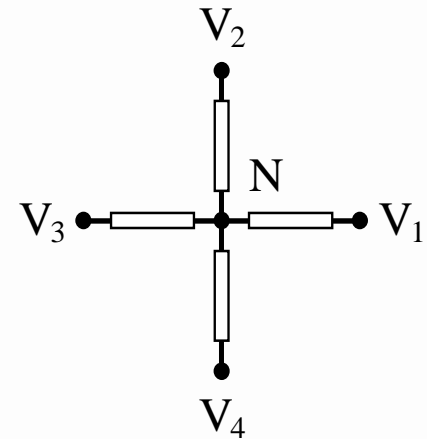
T_f

$$\vec{\nabla} \cdot (-\lambda \vec{\nabla} T) = 0$$



discrétisation

d'une microstructure
2D ou 3D



$$\sum_i \frac{T_N - T_{V_i}}{R_{N-V_i}} = 0$$

→ système linéaire dont la matrice est symétrique définie positive

→ utilisation d'un algorithme itératif de gradient conjugué (Fletcher & Reeves)

Conductivité thermique effective
discrétisée en 2D

$$\lambda = \frac{2(I-1)}{J} \sum_{j=1}^J \frac{\lambda_{i,j} \cdot \lambda_{i+1,j}}{\lambda_{i,j} + \lambda_{i+1,j}} (\theta_{i,j} - \theta_{i+1,j}) \quad \forall i \in \{1 \dots I+1\}$$

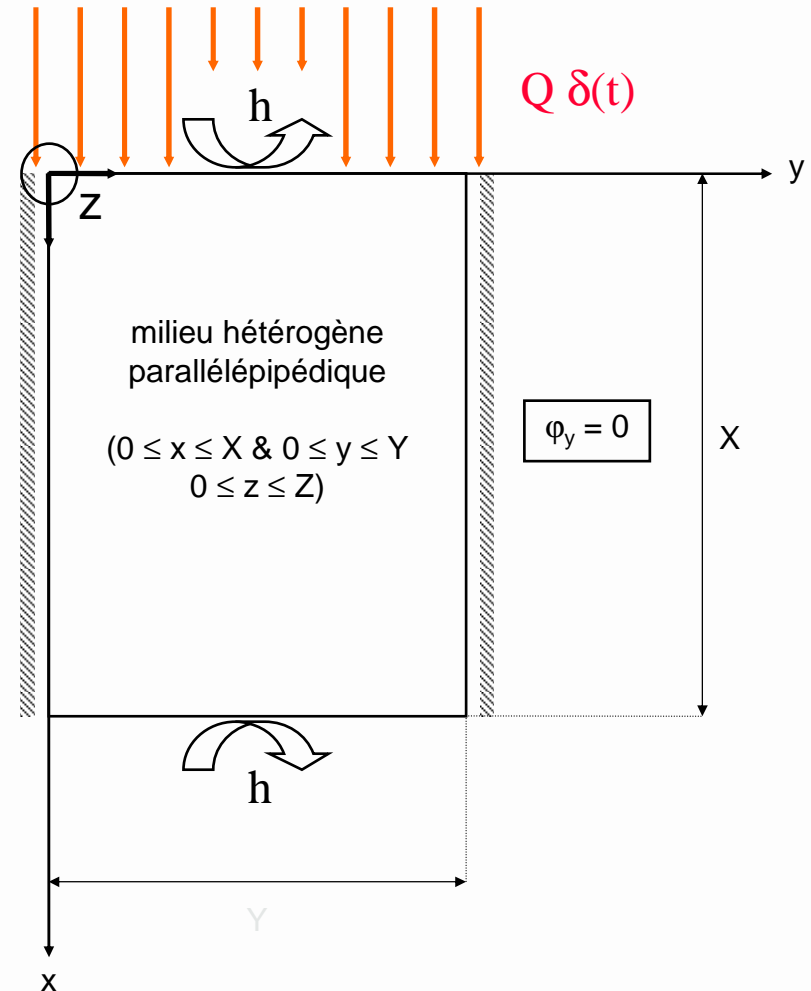
Objectif

Détermination de la diffusivité thermique et de la chaleur volumique effectives du milieu hétérogène

$$\varphi_y = 0$$

Démarche

- simulation de la **méthode flash**
- obtention de l'évolution de la température en face arrière (thermogramme)
- identification de α et C par une technique de moindres carrés à l'aide d'un modèle 1D de matériau homogène équivalent



Matériau composite Carbone/Résine UD

Expériences de type plaque chaude gardée numérique à partir de photographies de la structure du composite

À chaque pixel de l'image, on attribue les propriétés thermiques du constituant correspondant (mesure MP + ρC connu)

Coupe transversale

$$\lambda_{\text{calc}} = 0,56 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

Flux calculés

Coupe longitudinale

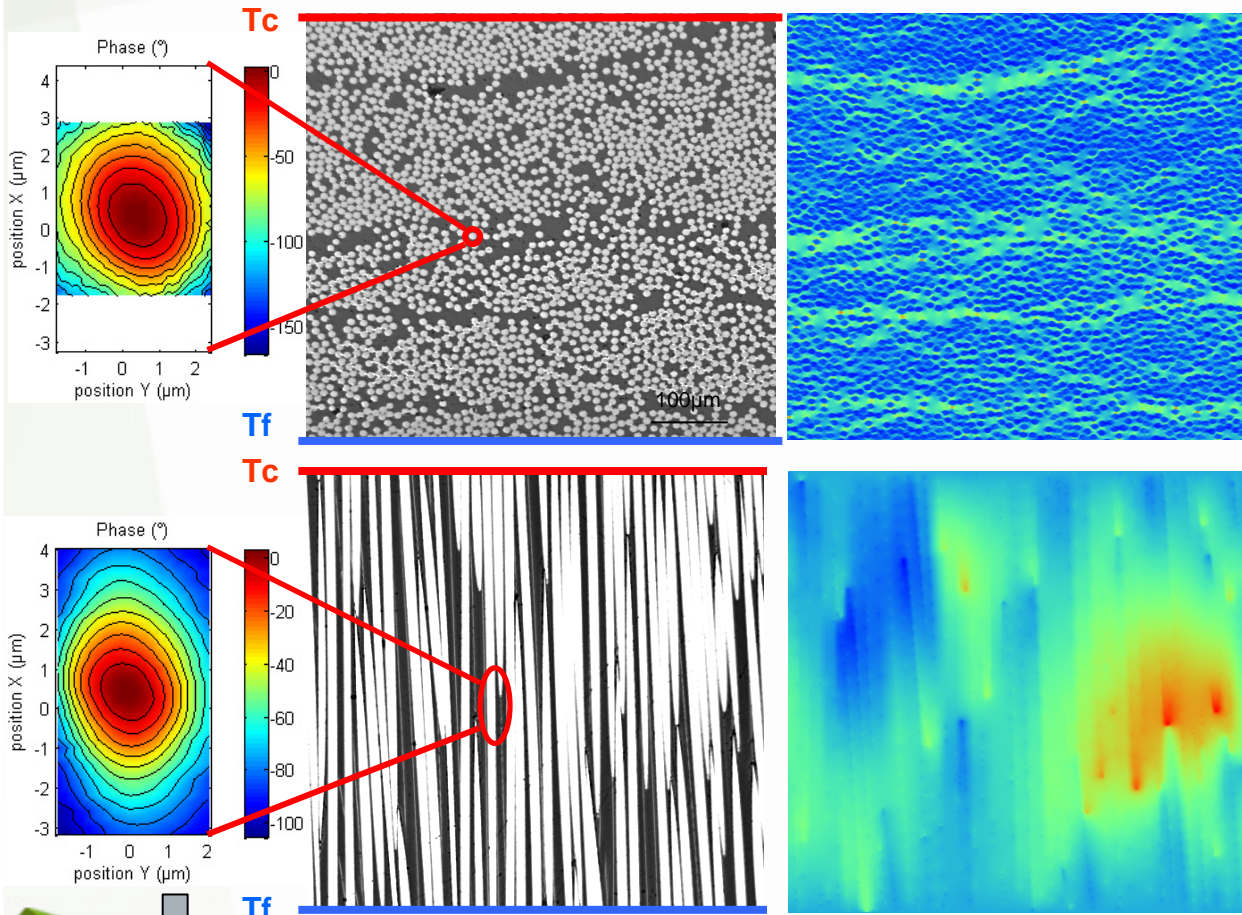
$$\lambda_{\text{calc}} = 4,05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

Mesures expérimentales
(MIR et flash + ρC_p)

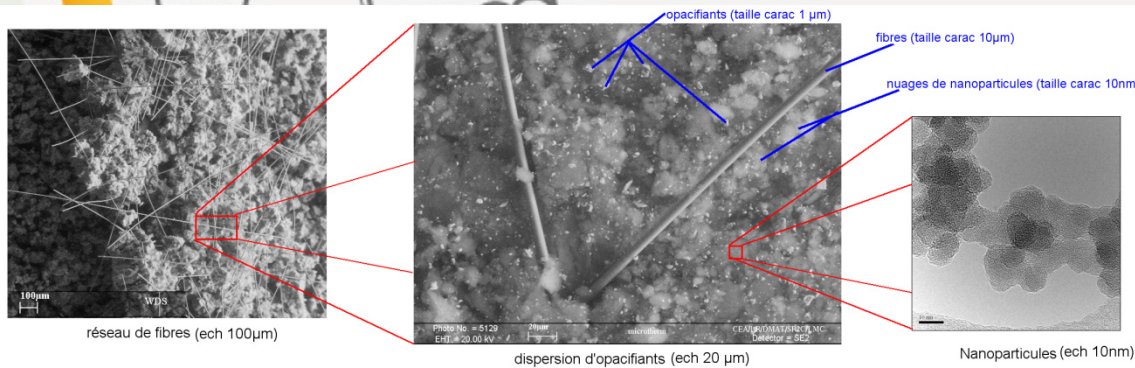
$$\lambda_T = 0,59 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

$$\lambda_L = 4,20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

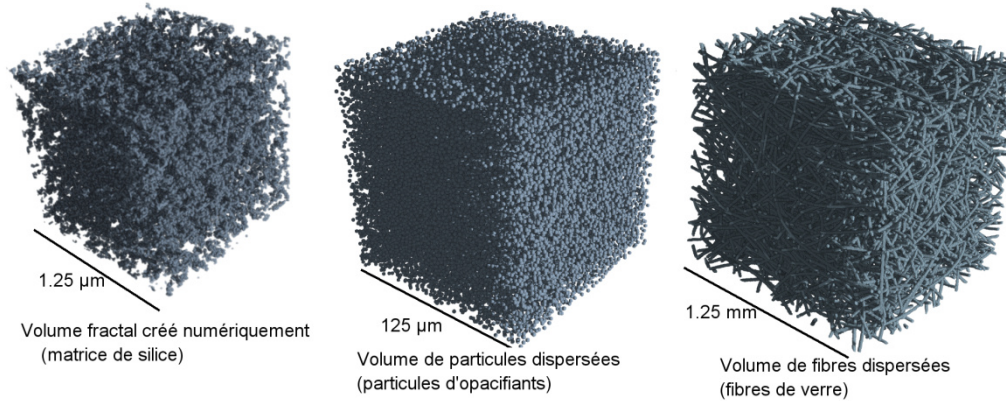
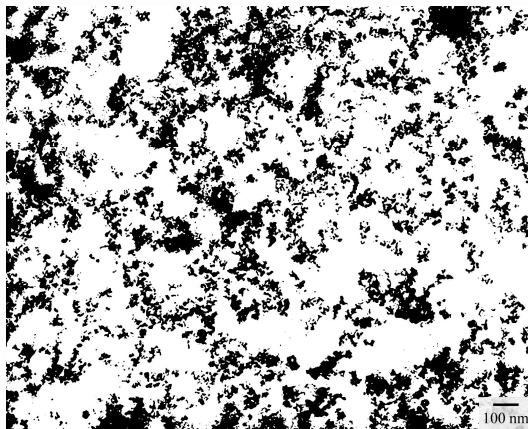
NB: Prise en compte dans le calcul de l'orientation et de l'anisotropie des fibres (mesures MP)



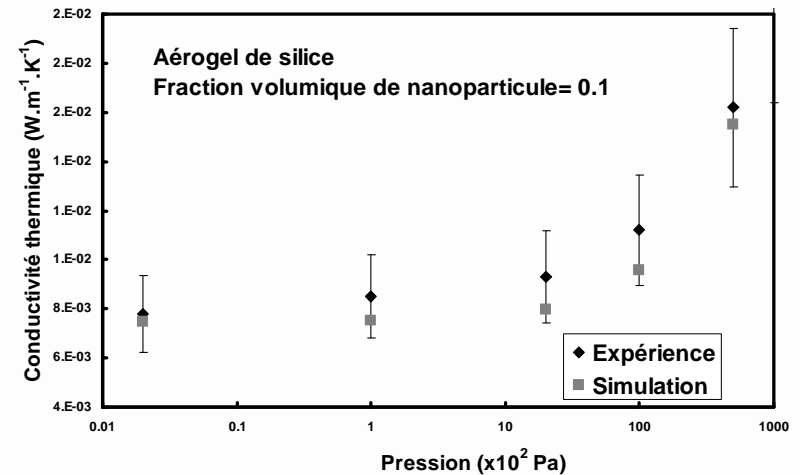
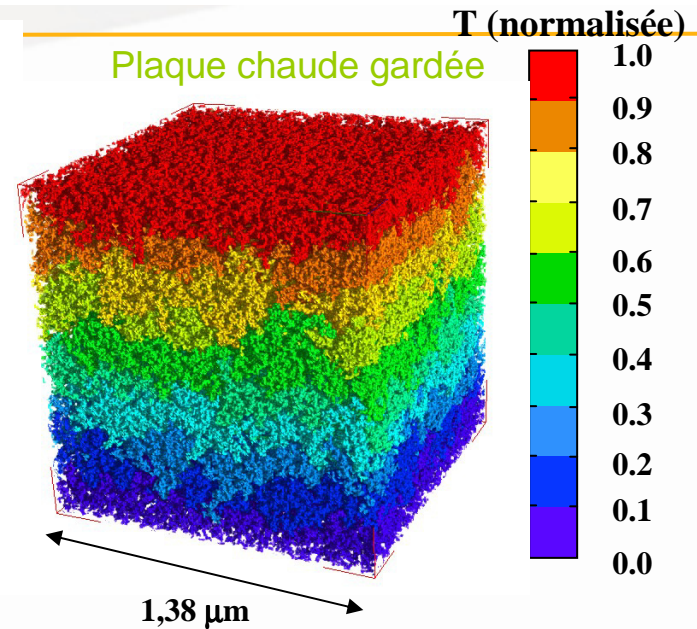
Matériaux isolant nanoporeux: structure créée par GENEMAT3D



Observation MET



3 changements d'échelle



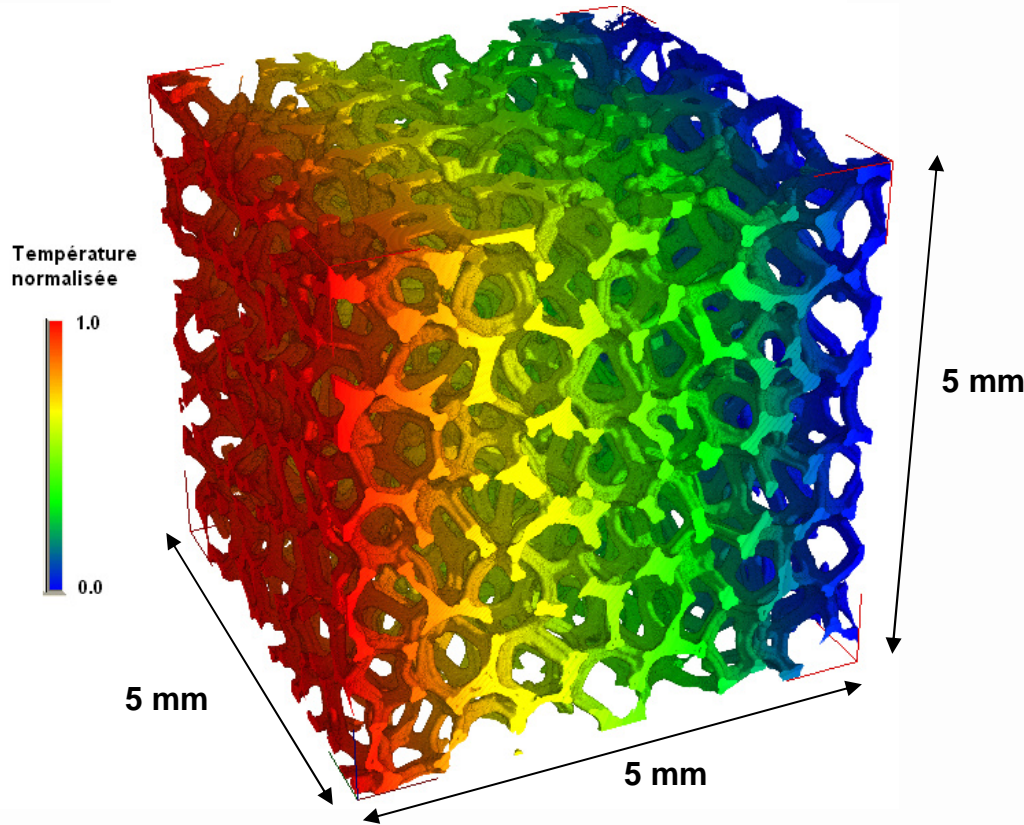
NB: Mesures expérimentales : méthode Flash + pCp

Matériau alvéolaire : mousse de carbone

Tomographies X d'une mousse de carbone

Détermination du tenseur de conductivité thermique par une technique de plaque chaude gardée numérique

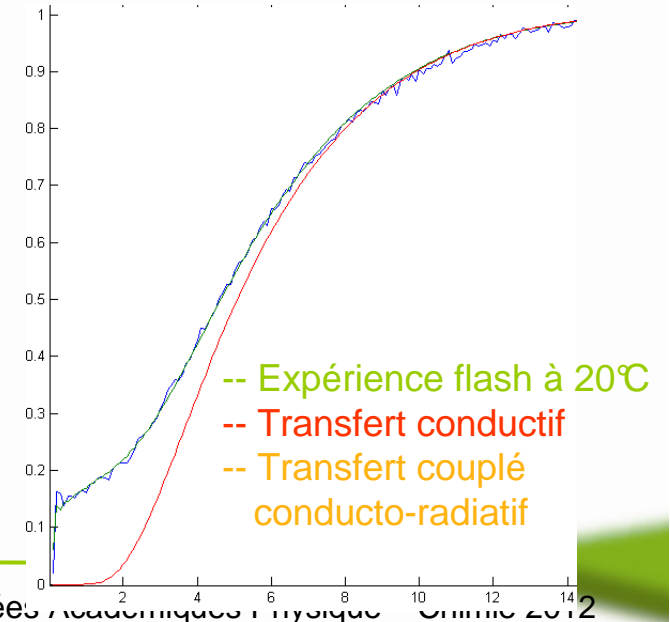
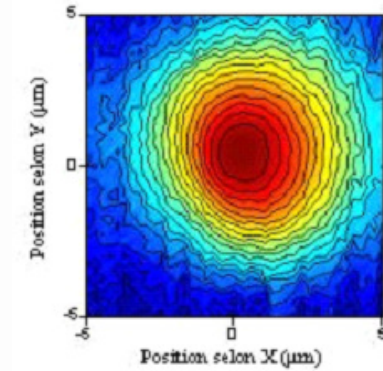
Mesure des propriétés thermiques
1- locales (squelette) par photothermie
2- effectives (matériau constitué) par flash



Conductivité thermique

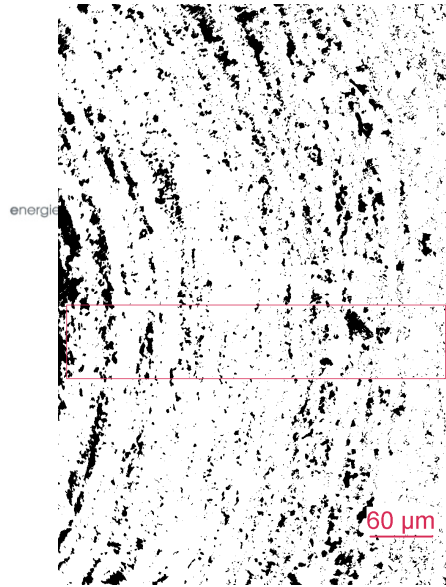
$$\lambda_{\text{calc}} = 0,063 \pm 0,005 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

$$\lambda_{\text{exp}} = 0,053 \pm 0,012 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

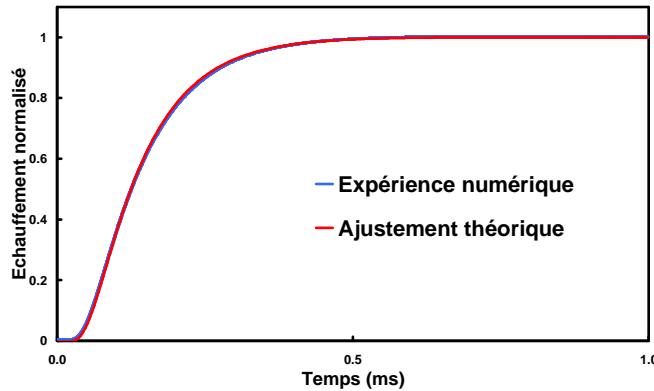
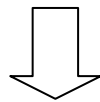
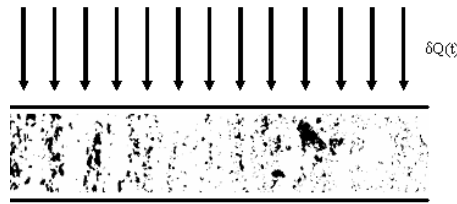


Validation de la démarche d'homogénéisation du buffer

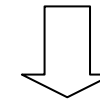
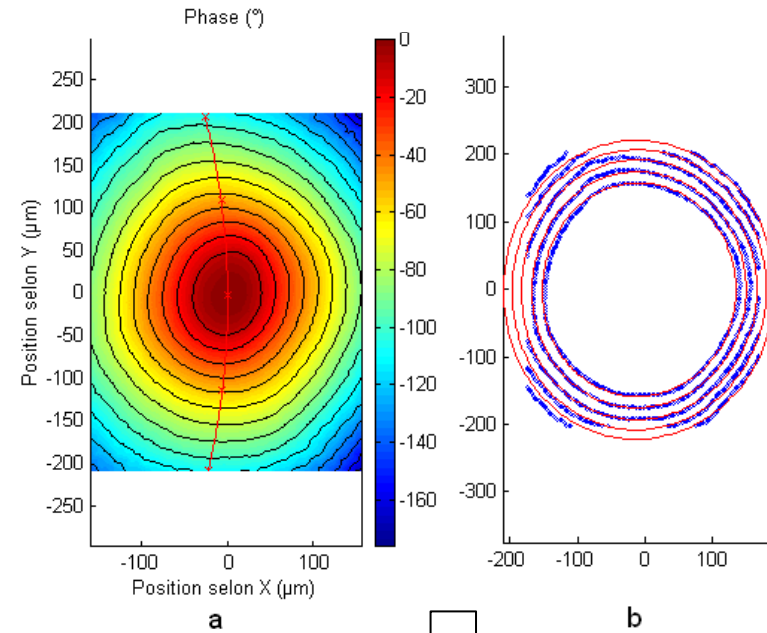
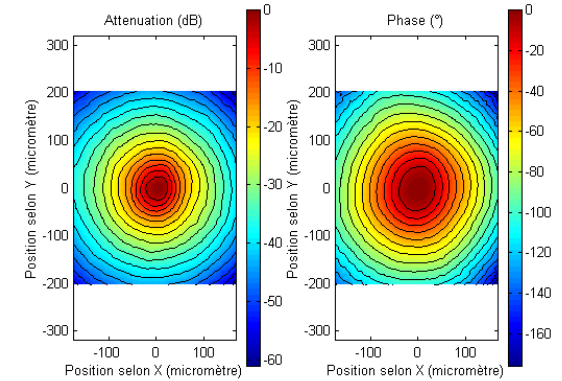
Réalisation d'un échantillon de buffer épais → Mesure par MIR



Flash numérique

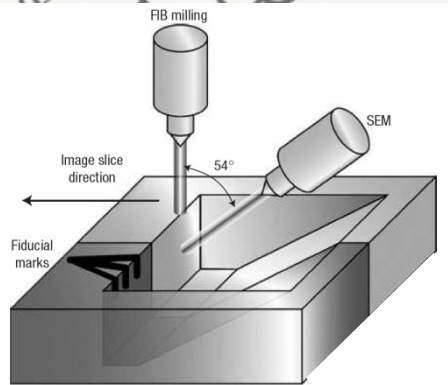


Diffusivité circonférentielle : $4,45 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
 Diffusivité radiale : $4,10 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

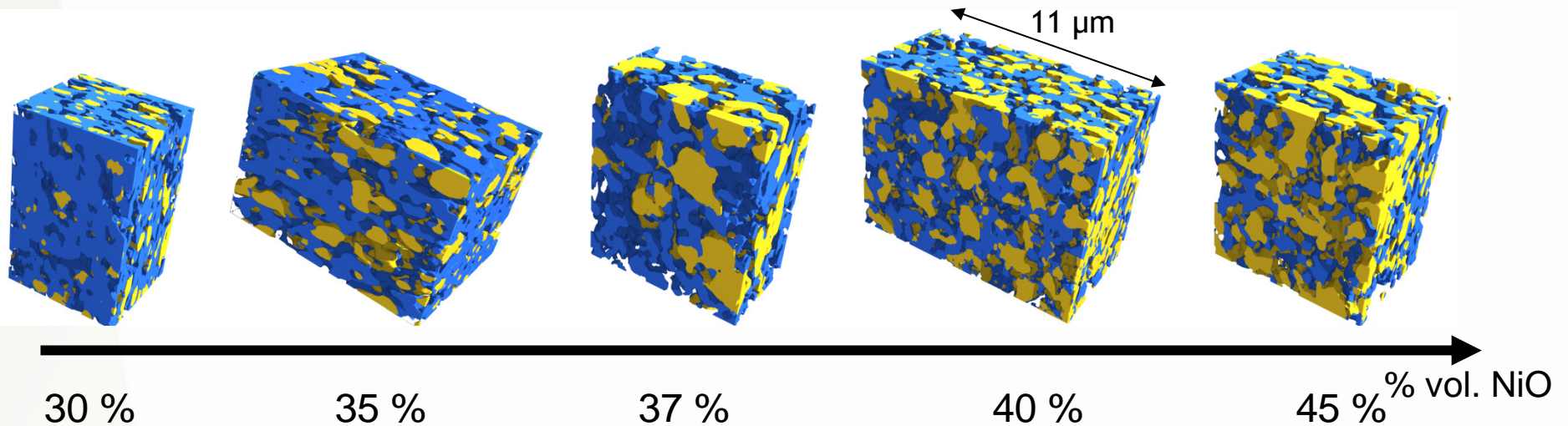


Diffusivité circonférentielle : $4,41 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
 Diffusivité radiale : $4,16 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

Étude de cermets NiO-YSZ avec différents % vol. de NiO (anode de SOFC)



Structures numérisées obtenues par FIB/MEB avec une résolution de 10nm (**propriétés thermiques difficilement mesurables**)



(Pore: transparent; YSZ : bleu; NiO : jaune)

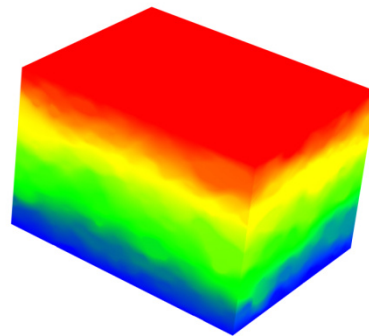
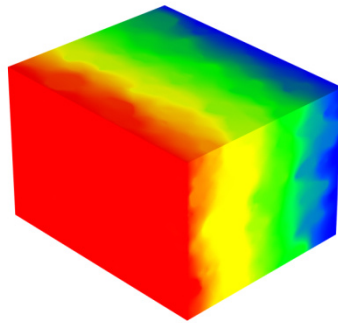
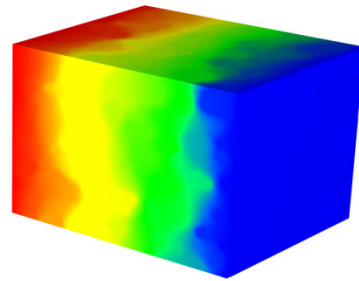
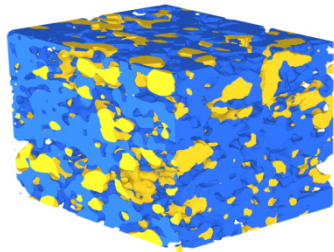


Etablir des corrélations quantitatives microstructures-performances

N. Vivet et al., *Journal of Power Sources*, Volume 196, Issue 18, 15 September 2011, Pages 7541-7549

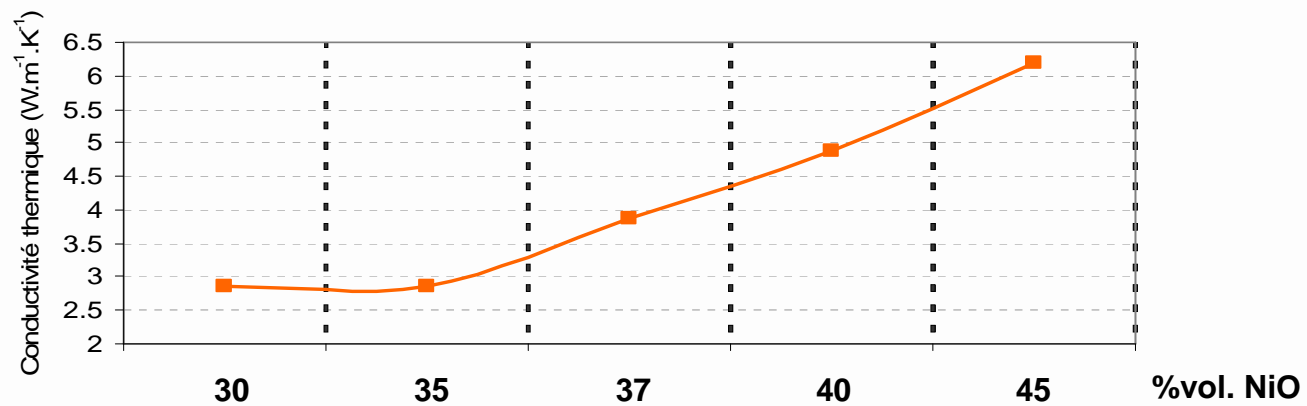
N. Vivet et al., *Journal of Power Sources*, Volume 196, Issue 23, 1 December 2011, Pages 9989-9997

Tenseur de conductivité d'une anode SOFC



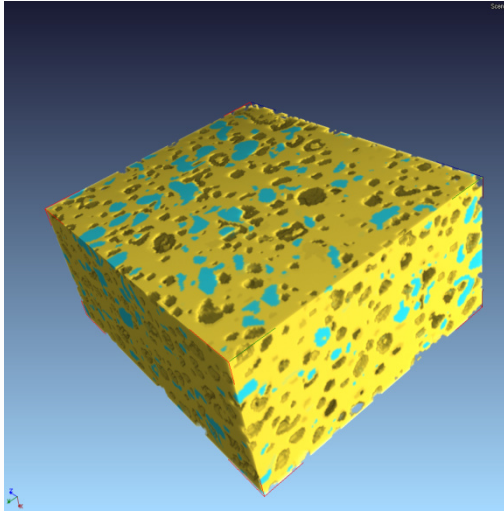
Champs de température obtenus dans une électrode (35% NiO) par la méthode de plaque chaude gardée numérique appliquée suivant les 3 axes et permettant de déterminer le tenseur de conductivité thermique

Impact de la percolation de la phase NiO sur la conductivité thermique effective des électrodes



Amélioration des performances thermiques d'un polymère chargé: aller-retour vers l'élaboration

Le Ripault
énergie atomique - énergies alternatives



μ -tomographie-X d'un échantillon issu du
procédé d'élaboration (10% de charges,
20% de pores, 350 μ m d'épaisseur)

Mesures des propriétés thermiques

⇒ Mode constat

Application de notre démarche de simulation à l'amélioration des
performances pour éviter une recherche empirique pouvant être
longue et coûteuse

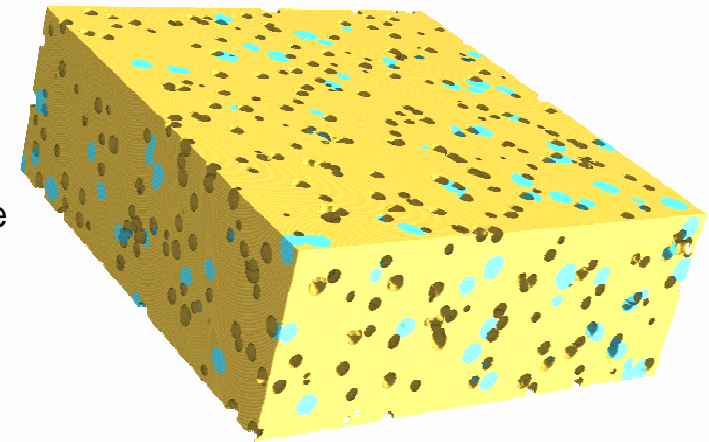
Amélioration des performances thermiques d'un polymère chargé: aller-retour vers l'élaboration

Le Ripault
énergie atomique - énergies alternatives

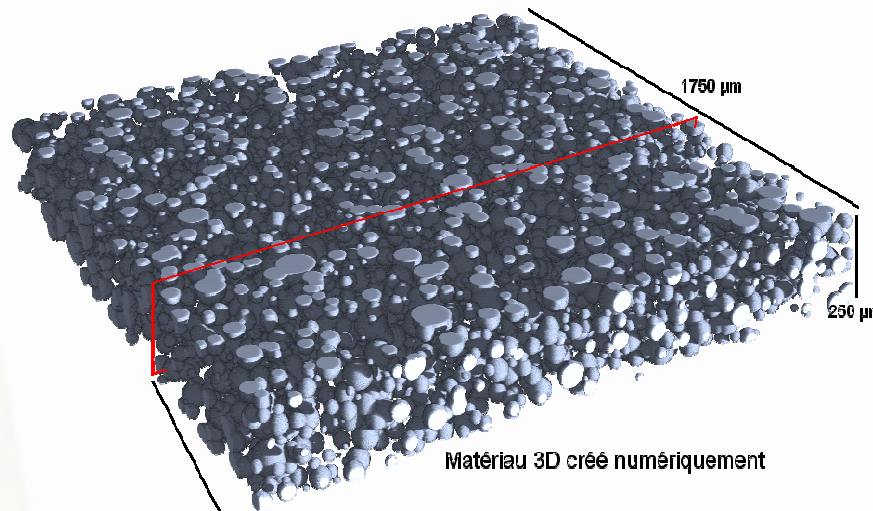
Création d'un milieu 3D numérique équivalent

A- Réalisation de milieu équivalent à celui observé par tomographie-X (20% de pores, 10% de charges, 350 μ m) pour recalage avec les caractérisations comportementales

B- Réalisation de milieux idéalisés : avec ou sans pores, plus de charges, épaisseur variable...



Prise en compte des
« défauts » actuels dus à
l'élaboration



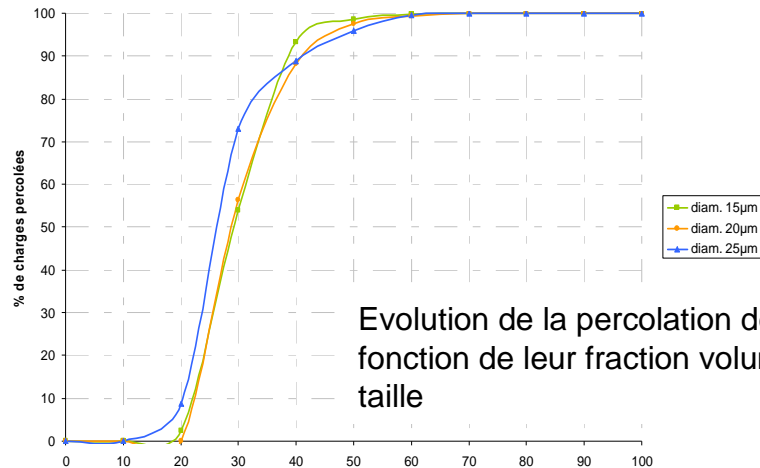
Objectif:

Optimisation du matériau élaboré

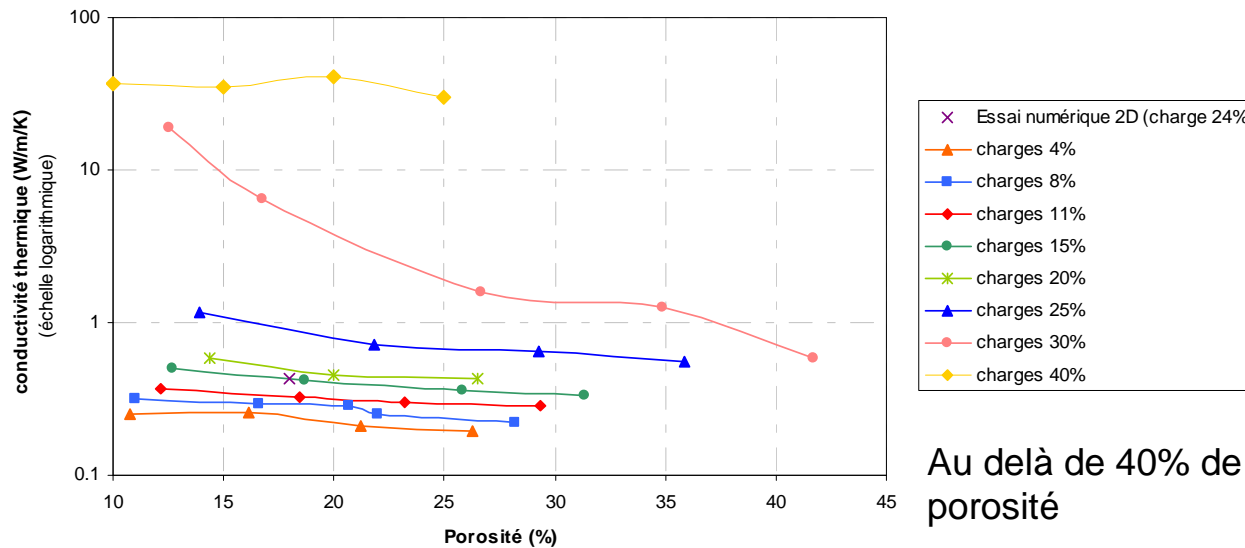
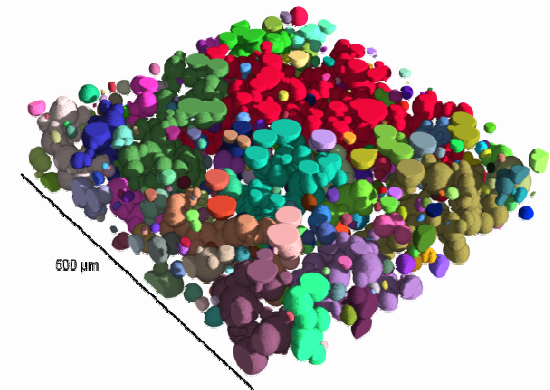


Coupe 2D du matériau 3D numérique

Amélioration des performances thermiques d'un polymère chargé: aller-retour vers l'élaboration



Présence d'un seuil de percolation autour de **40%** de charges

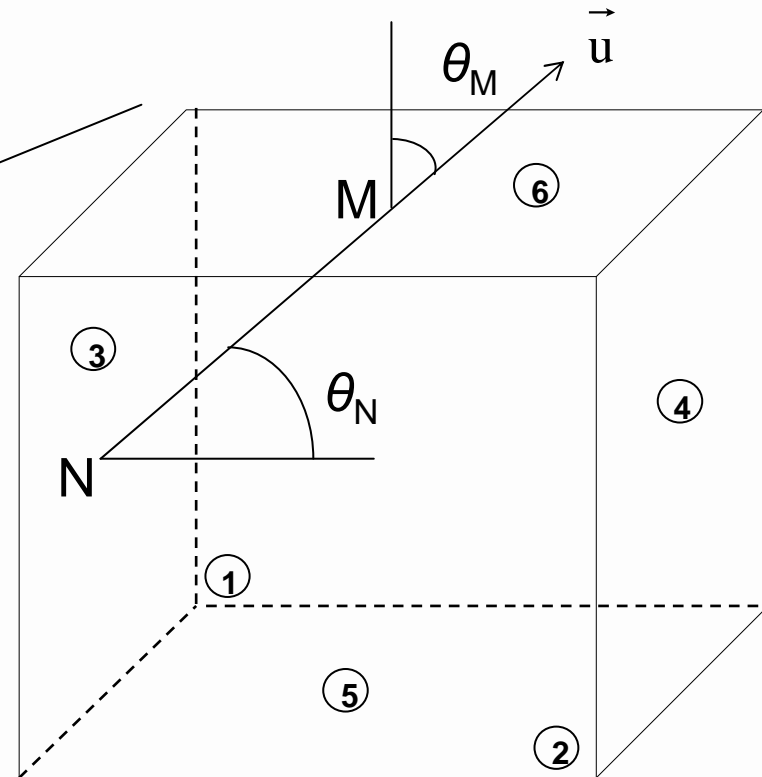
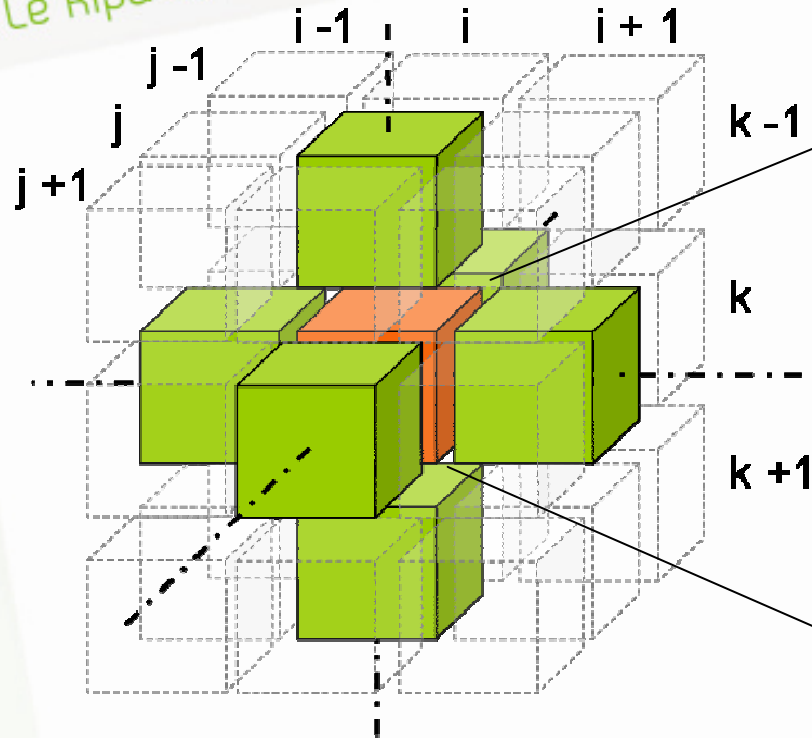


Conductivité thermique dans le plan du milieu homogène équivalent en fonction de la charge et de la porosité

Au delà de 40% de charges : faible influence de la porosité

! Si percolation non atteinte → forte diminution de la conductivité

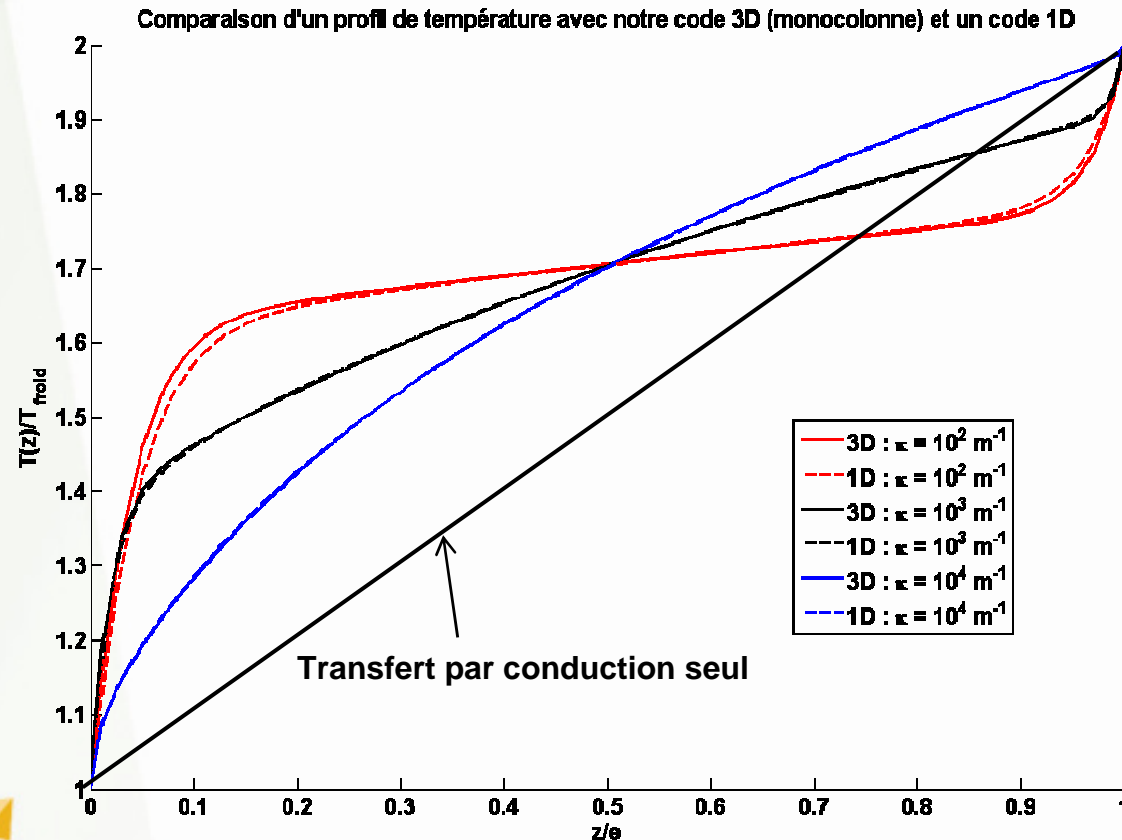
Travaux en cours: résolution du transfert couplé au sein d'une structure voxelisée



• Hypothèses :

- > voxels homogènes
- > du milieu gris (grandeurs indépendantes de la longueur d'onde)
- > de luminances isotropes par demi-espace (12 inconnues par voxel + 1 température)
- > d'indépendance des propriétés vis-à-vis de la température (dans un 1^{er} temps)

- Comparaison inter-codes d'une expérience de plaque chaude gardée



> avec un code 1D couplé conducto-radiatif milieu semi-transparent homogène inséré entre deux plaques infinies d'émissivités données

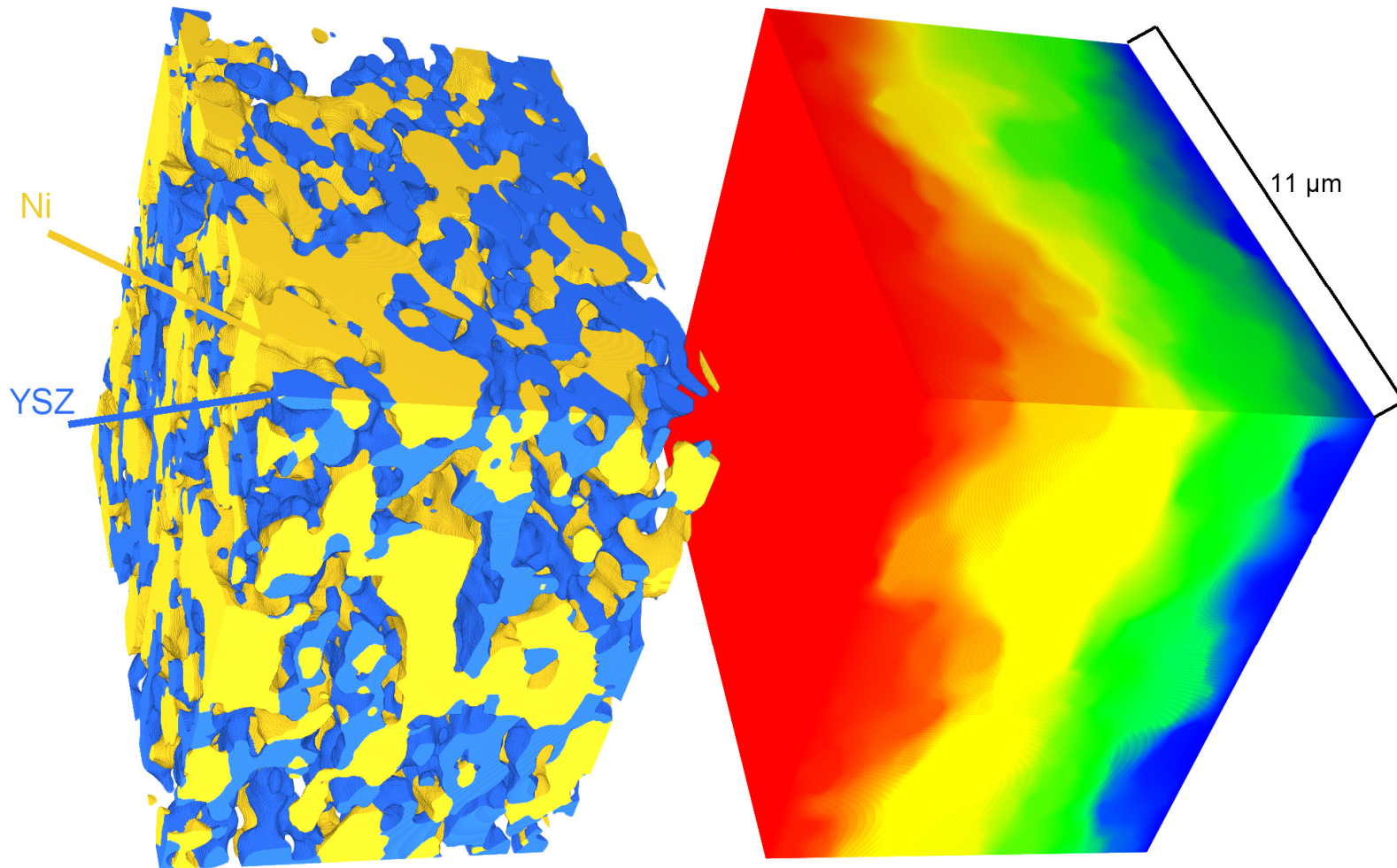
> On considère une structure monocolonne à laquelle on attribue des facteurs de forme avec absorption recalculés.

- On retrouve les résultats du cas théorique 1D.

Démarche de modélisation applicable dans d'autres domaines de la physique



Détermination des propriétés électriques (analogie avec la thermique)

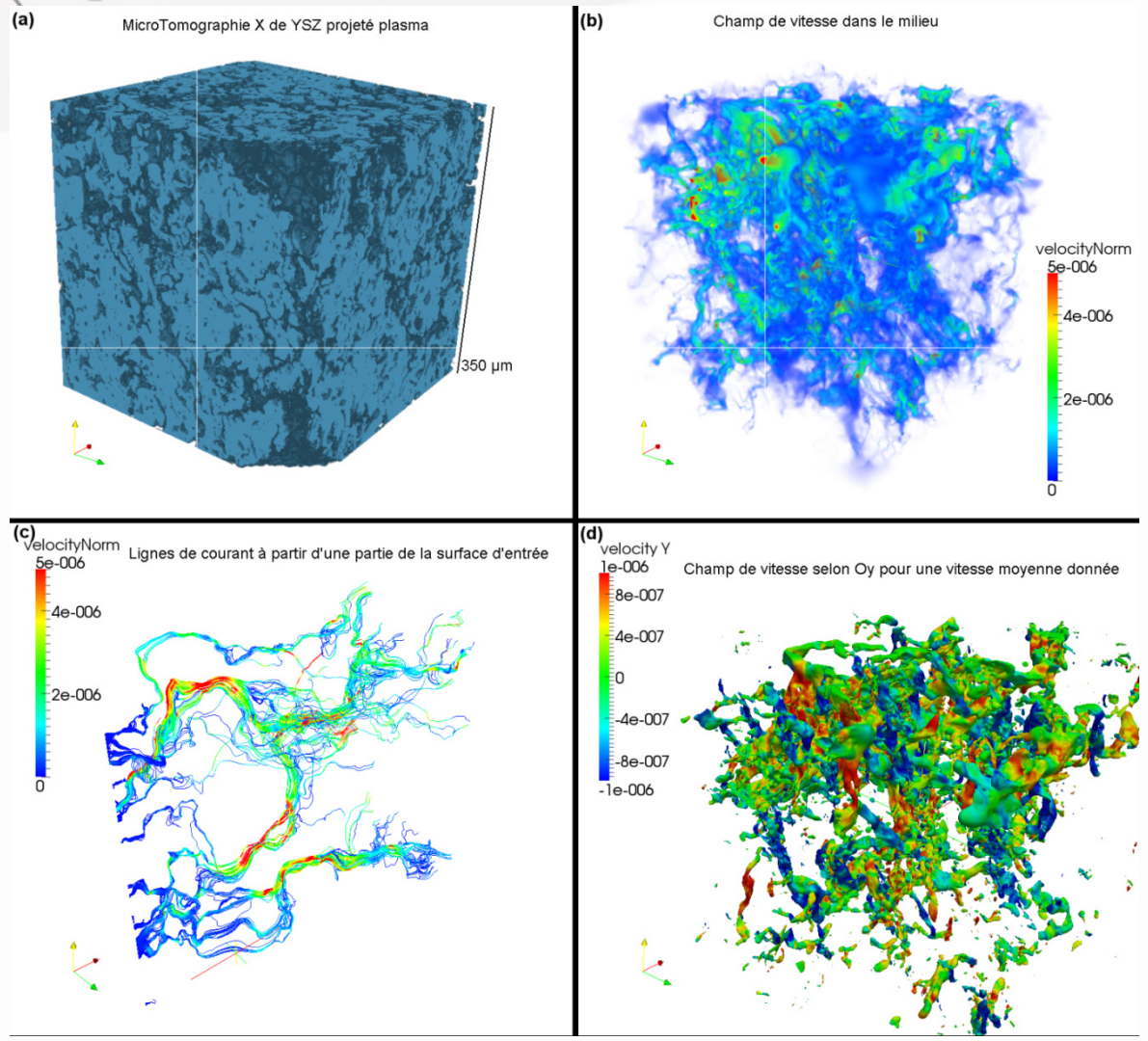


3D reconstructed SOFC anode

Electric field in the porous media

Simulation des écoulements dans les milieux tomographiés

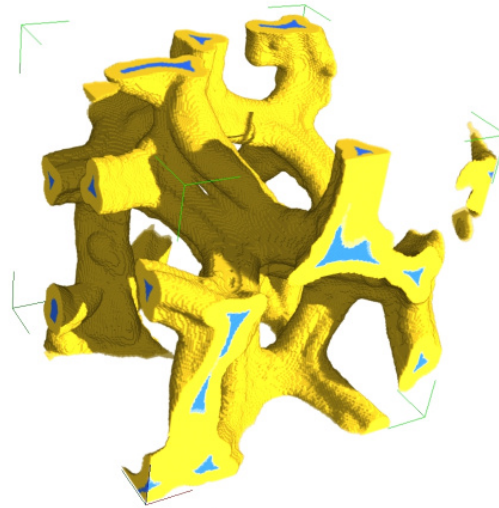
5 ans
Le Ripault



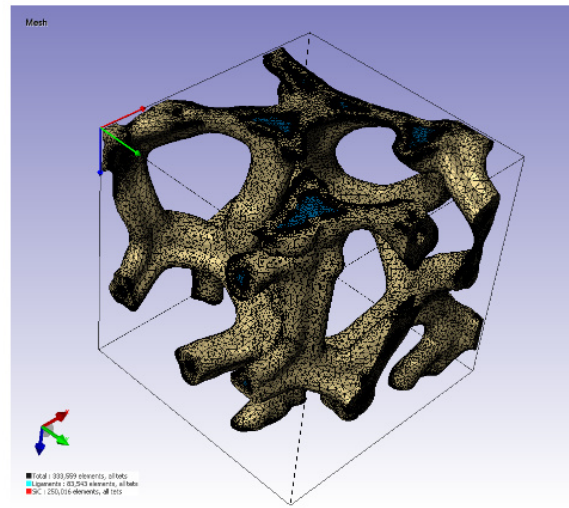
Calcul de la perméabilité du milieu



De la structure à son comportement mécanique

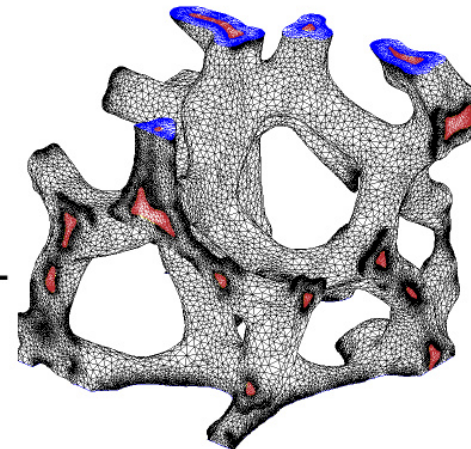
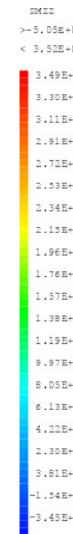
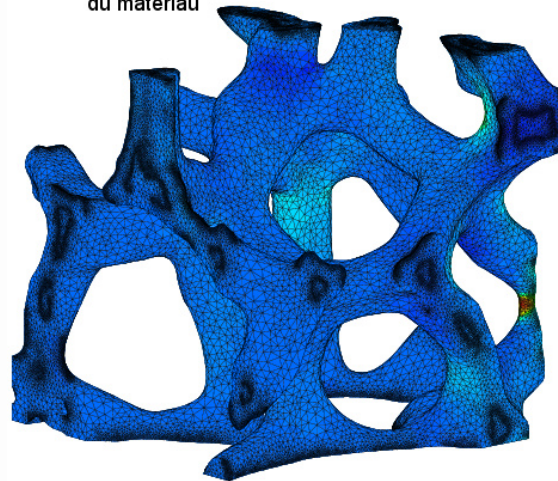


Données issues de tomographies : voxels



Maillage 3D à l'aide de tétraèdres

Simulation thermomécanique du comportement du matériau



Export du maillage 3D dans CAST3M