

# Mesure de propriétés thermophysiques de tubes multicouches cylindriques de fine épaisseur en composites SiC<sub>f</sub>/SiC par méthode flash

Loys DUQUESNE <sup>1,\*</sup>, Christophe LORRETTE <sup>1,2</sup>, Christophe PRADERE <sup>3</sup>, Jean-Christophe BATSALE <sup>3</sup>, Gérard VIGNOLES <sup>1</sup>

<sup>(1)</sup> Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS) – UM5801  
3 allées de la Boétie, 33600 PESSAC

<sup>(2)</sup> Commissariat à l’Energie Atomique et aux Energies Alternatives  
CEA, DEN, SRMA, LTME<sub>x</sub>, F-91191 GIF-SUR-YVETTE Cedex

<sup>(3)</sup> Institut de Mécanique et d’Ingénierie de Bordeaux, Département TREFLE  
Esplanade des Arts et Métiers, 33405 TALENCE Cedex

<sup>(\*)</sup> Auteur correspondant : duquesne@lcts.u-bordeaux1.fr

**Résumé** - L’objet de ce travail est la mise au point de méthodes de mesure de propriétés thermophysiques de cylindres multicouches de type composites à matrice céramique (SiC<sub>f</sub>/SiC) pressentis pour être utilisés pour le gainage de combustibles nucléaires. La démarche proposée est fondée sur l’emploi d’une méthode flash, utilisée en configuration face avant et face arrière. La connaissance des thermogrammes sur les deux faces permet une nouvelle méthode d’analyse basée sur la différence de ceux-ci, sur une large gamme de temps caractéristiques.

## Nomenclature

a diffusivité thermique,  $m^2/s$   
c capacité thermique massique,  $J.kg^{-1}.K^{-1}$   
e épaisseur, m  
Q densité d’énergie du flash,  $J.m^{-2}$   
T Température, °C  
t temps, s  
ρ masse volumique,  $kg.m^{-3}$

## 1. Introduction

Les composites SiC<sub>f</sub>/SiC sont pressentis comme composants pour les gaines de combustibles fissiles au sein des réacteurs nucléaires de génération IV. Pour ce besoin, il est primordial de connaître les propriétés thermiques de ces matériaux, de manière à obtenir des informations sur leur aptitude à conduire la chaleur. Les gaines de combustibles SiC<sub>f</sub>/SiC (composites, multicouches, minces,...) sont des matériaux géométriquement complexes et fortement hétérogènes et donc difficilement homogénéisables thermiquement [1]. Une mesure ponctuelle (à l’échelle du pixel) de propriétés thermiques transverses n’est donc pas envisageable avec les méthodes d’estimation connues à ce jour. Une approche globale sur le tube apparaît être plus pertinente et oriente les premiers développements vers l’utilisation d’un dispositif d’estimation monodimensionnel [2]. Un banc expérimental a pour cela été développé afin de pouvoir travailler sur la réponse thermique à un flash face arrière et en avant de l’objet tubulaire. Ce dispositif expérimental permet la couplage de ces deux thermogrammes et conduit à une meilleure estimation des propriétés thermiques radiales de nos échantillons.

## 2. Proposition et mise en œuvre de la méthode

### a. Modélisation

Les solutions analytiques de l'équation de la chaleur après un flash en face avant (1) et en face arrière (2) sur matériau homogène plan avec face arrière adiabatique sont développées sous forme de séries de Fourier [3] :

$$\begin{cases} T(0,t) = \frac{Q}{\rho c e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \\ T(e,t) = \frac{Q}{\rho c e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \end{cases} \quad (1)$$

Les équations (1) et (2) sont utilisées pour estimer la diffusivité dans le sens de l'épaisseur du matériau tubulaire. L'écart entre les thermogrammes théorique cylindrique (obtenus avec le formalisme des quadripôles et possédant le même rayon de courbure que nos tubes [3][4], avec les mêmes épaisseurs et diffusivités thermiques) et plan (obtenu avec les équations (1) et (2)) est présenté Figure 1:

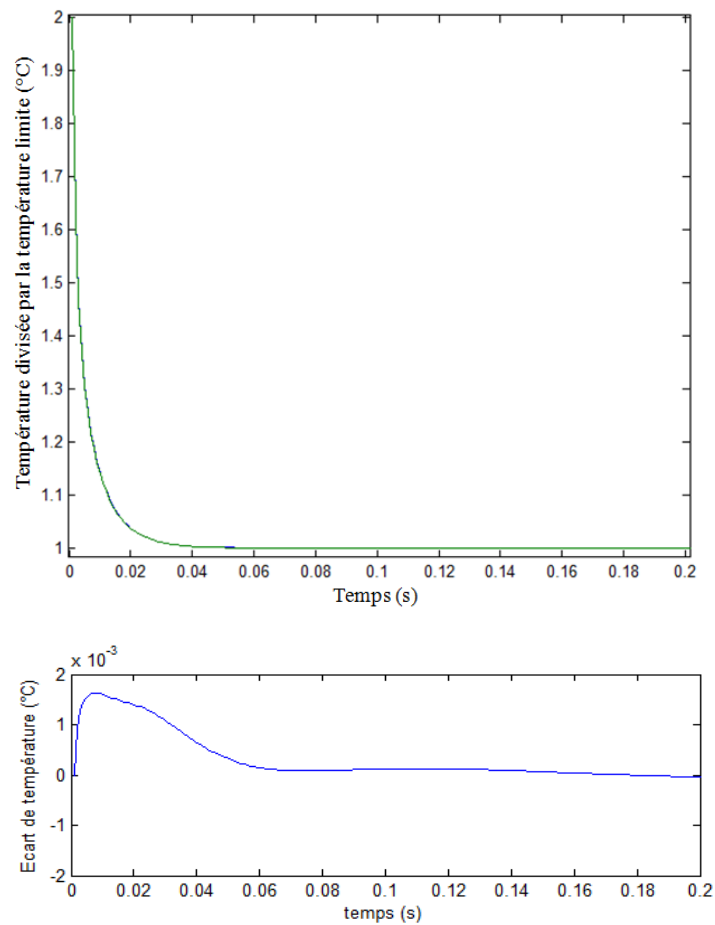


Figure 1 : Thermogrammes face avant (haut) avec le formalisme des quadripôles cylindrique (vert) et Fourier plan (bleu) divisés par la température limite et écart entre les modèles cylindrique et plan (bas)

L'écart est très faible (inférieur à 1%). Dans le sens de l'épaisseur et pour nos rayons de courbures, l'approximation plane est donc justifiée. Par différence entre les équations (1) et (2), la formulation suivante est obtenue :

$$T(0,t) - T(e,t) = \frac{4Q}{\rho c e} \sum_{k=0}^{\infty} \exp\left(-\frac{(2k+1)^2 \pi^2}{e^2} at\right) \quad (3)$$

L'équation (3) montre que la différence des signaux correspond à une réponse flash en face avant d'un échantillon d'épaisseur  $e/2$  avec face arrière à température nulle. De plus, l'étude de sensibilité à la diffusivité montre que, pour une même plage de temps, celle-ci est estimée avec une meilleure sensibilité par la différence des signaux qu'avec les faces avant et arrière seules, et donc avec une précision accrue, comme le montre la figure suivante (Figure 2) :

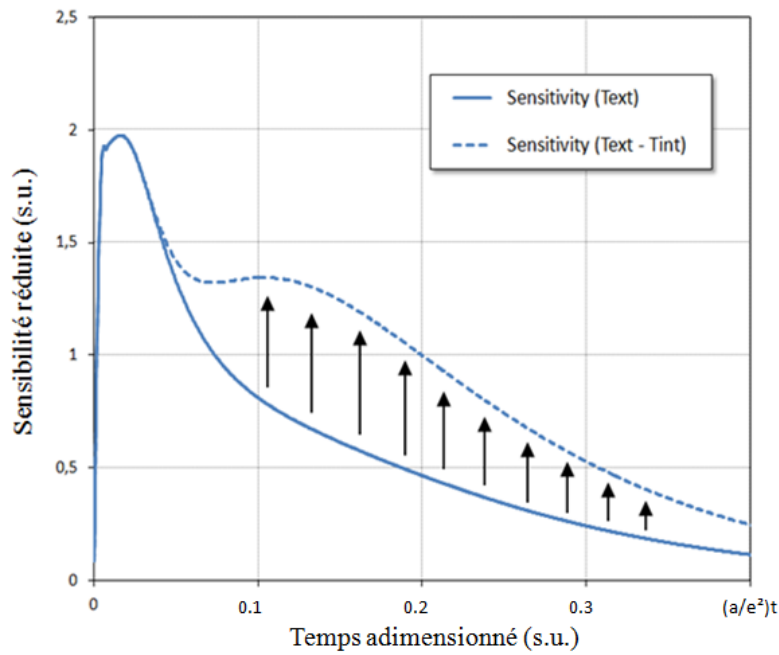


Figure 2 : Sensibilité réduite à la diffusivité thermique pour la face avant (trait plein) et pour la différence des signaux (pointillés)

Le premier terme de l'équation (3) dominant aux temps longs ( $t > e^2/a$ ), vaut :

$$T(0,t) - T(e,t) \cong \frac{4Q}{\rho c e} \left[ \exp\left(-\frac{\pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (4)$$

Très vite, le signal est donc en décroissance exponentielle pure. En d'autres termes, son logarithme devient donc linéaire :

$$\ln(T(0,t) - T(e,t)) = \ln\left(\frac{4Q}{\rho c e}\right) - a \frac{\pi^2}{e^2} t \quad (5)$$

Sur les temps intermédiaires, i.e. sur la plage de temps entre les régimes de milieu semi-infini et de milieu adiabatique de l'échantillon, cette caractéristique se traduit graphiquement par la Figure 3:

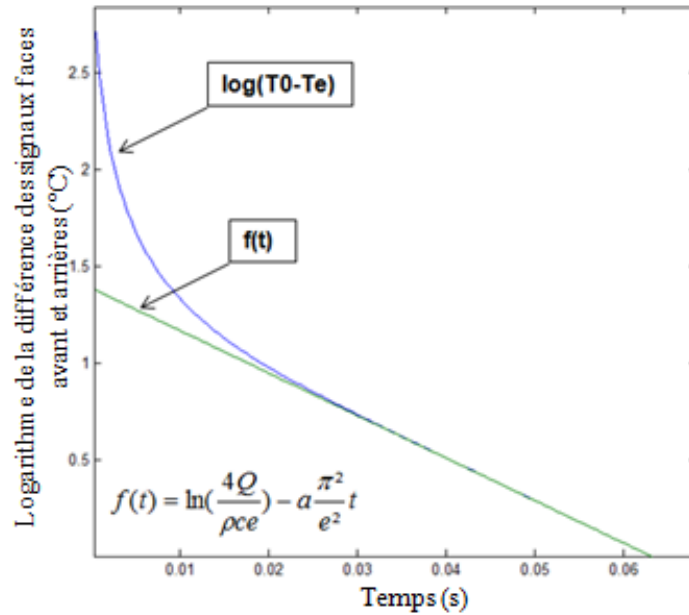


Figure 3: Minimisation de la différence des signaux faces avant et arrière (bleu) par la fonction  $f(t)$  (vert, éq. (5))

Cette courbe permet de déterminer la diffusivité thermique dans l'épaisseur d'une éprouvette tubulaire en minimisant le logarithme de la différence des signaux faces avant et arrière par une droite dès la sortie du régime de milieu semi-infini.

### b. Moyen expérimental

Le montage expérimental suivant (Figure 4) permet d'exciter notre tube simultanément par 4 lampes flash. La mesure s'effectue soit directement en face avant, soit grâce à un miroir interne en face arrière. L'excitation par 4 lampes flash simultanément permet de considérer l'excitation comme uniforme sur tout le tube (avec une hypothèse de transfert 1D). Pour le flash face avant, les températures sont directement mesurées par le biais d'une caméra infrarouge (InSb 2,5 – 5,5  $\mu\text{m}$ ). De part la géométrie du matériau, la mesure en face arrière est plus délicate à mettre en œuvre. Pour cela, un miroir a été inséré à l'intérieur du tube (avec un angle de 45 $^{\circ}$ ), de manière à enregistrer les données au dessus du tube (Figure 3). Pour obtenir un meilleur coefficient de réflexion, un miroir plaqué or a été choisi (réflexion jusqu'à 98% dans le spectre infrarouge contre 90% pour l'argent par exemple). De plus, le banc d'essai a été monté de manière à ce que la caméra infrarouge puisse pivoter simplement entre les deux positions (face avant et face arrière), pour passer rapidement d'une configuration à l'autre.

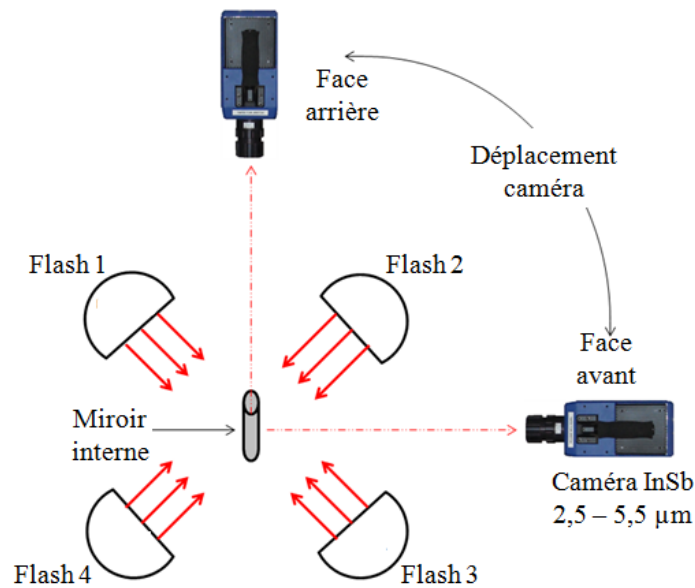


Figure 4: Schéma du montage expérimental pour une mesure flash face avant et arrière

Pour les besoins d'adaptabilité et de précision de la mesure, quelques modifications ont été apportées à ce montage. Premièrement le banc a été équipé d'une plateforme motorisée, sur laquelle le tube est fixé, qui permet une rotation et un déplacement vertical du tube. Ceci permet donc d'exciter localement le tube sur toute sa surface extérieure. Ensuite, des filtres ont été installés sur les lampes flash de manière à éliminer leur rayonnement infrarouge et proche infrarouge afin de ne pas perturber la caméra infrarouge lors de l'excitation « flash ». Enfin, une photodiode a été mise en place sur le banc d'essai afin de mesurer l'évolution temporelle du flux. Une photographie du montage est présenté Figure 5 :

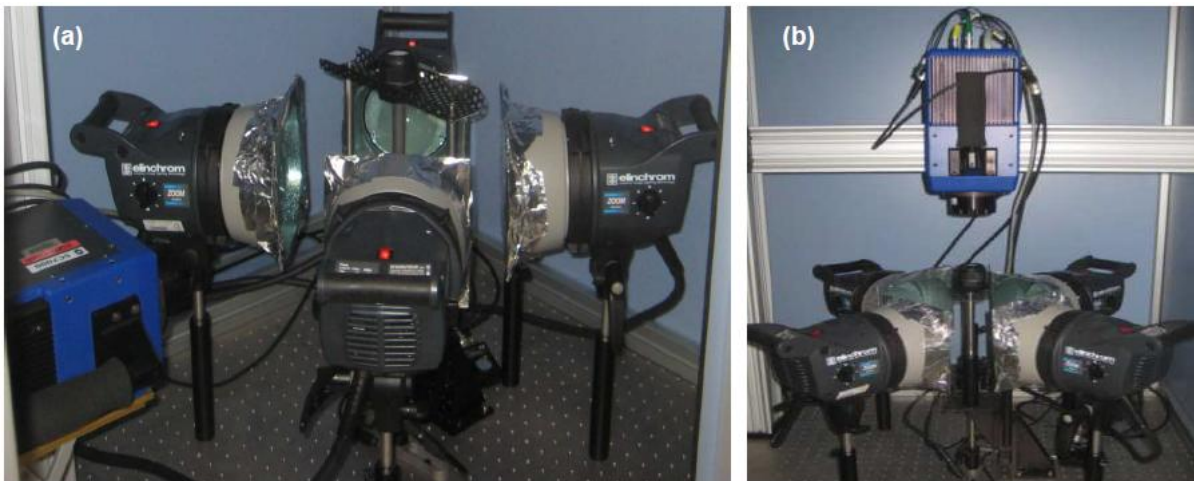


Figure 5: Dispositif expérimental en configuration face avant (a) et en configuration face arrière (b)

### c. Validation du banc d'essai

Pour valider le banc d'expérience, un tube de SiC monolithique homogène isotrope est utilisé. Les diffusivités thermiques mises en jeu sont de l'ordre de  $70 \text{ mm}^2/\text{s}$  (données fournisseur Boostec®) sur une épaisseur de 2mm. Les thermogrammes face avant et arrière sont obtenus grâce au montage expérimental Figure 4. Le logarithme de la différence des signaux en fonction du temps sur matériau tubulaire test est confronté aux résultats théoriques (Figure 6) :

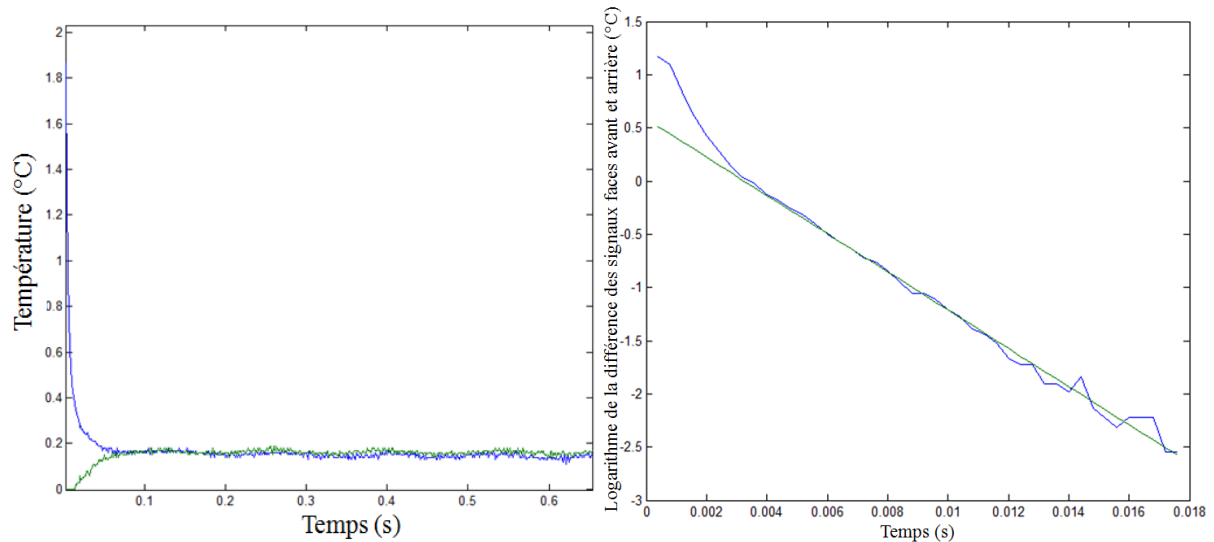


Figure 6: Thermogrammes face avant (bleu) et arrière (vert) (à gauche) et minimisation expérimentale du signal face avant moins face arrière (bleu) par la fonction  $f(t)$  (vert) (à droite)

Ce modèle nous permet d'estimer pour chaque expérience flash une diffusivité thermique radiale du matériau avec une incertitude inférieure à 3%. Les valeurs de propriétés thermiques obtenues étant cohérentes avec la valeur cible à moins de 3% près, cette méthode est donc validée sur tube test de SiC monolithique.

### 3. Résultats sur tube de SiC<sub>f</sub>/SiC 2D bicouche

Dans le cadre de l'étude d'un matériau homogène, il a été montré que la combinaison des signaux revient à étudier un échantillon d'épaisseur  $e/2$  (équation 3). Sur le matériau hétérogène bicouche, elle permet d'identifier une moyenne de diffusivités apparentes qui seraient identifiées en face avant et face arrière. La combinaison des thermogrammes tend à homogénéiser les matériaux SiC<sub>f</sub>/SiC réels, dont le caractère hétérogène ne facilite pas l'étude. Le dispositif expérimental (figure 5) est employé pour obtenir les thermogrammes faces avant et arrière du tube réel (figure 7a). Le couplage des signaux est minimisé sur les temps intermédiaires par la relation (5) comme illustré à la figure 7b.

La diffusivité thermique estimée est de  $10,3 \pm 0,15 \text{ mm}^2/\text{s}$ , ce qui est cohérent avec les résultats obtenus sur matériau composite similaire [6]. De plus, la diffusivité thermique est estimée à  $11,4 \pm 0,5 \text{ mm}^2/\text{s}$  en face avant et à  $9,4 \pm 0,19 \text{ mm}^2/\text{s}$  en face arrière. La méthode employée opère bien comme une moyenne des diffusivités estimées sur les deux faces et tend donc à homogénéiser le caractère hétérogène du tube de SiC<sub>f</sub>/SiC.

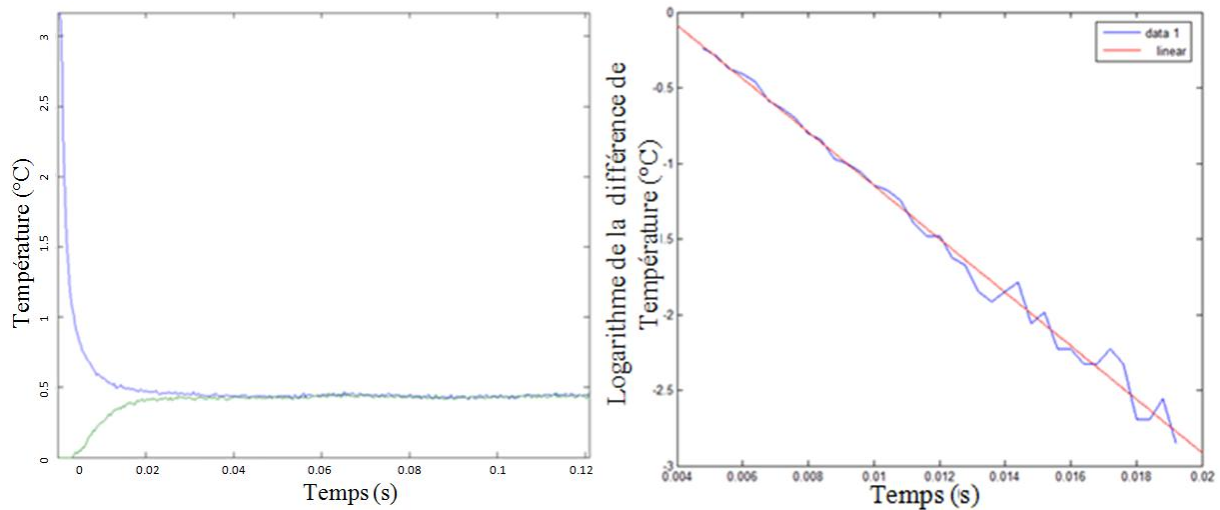


Figure 7 : Thermogrammes faces avant (bleu) et arrière (vert) sur tube SiC<sub>f</sub>/SiC 2D bicouche (à gauche) et minimisation du logarithme de la différence des signaux (bleu) par une droite (rouge) sur les temps intermédiaires (à droite)

#### 4. Conclusion

Une méthode d'estimation de la diffusivité thermique dans l'épaisseur d'un tube multicouche cylindrique par méthode flash basée sur la différence des signaux faces avant et arrière a été mise en œuvre. Un dispositif expérimental a été mis en place et validé sur un matériau tubulaire homogène de SiC. Enfin, une diffusivité thermique dans l'épaisseur d'un tube réel bicouche de SiC<sub>f</sub>/SiC a été estimée, avec une valeur cohérente avec la littérature. Le modèle mis en place tend à homogénéiser le matériau d'étude et semble donc être une bonne solution pour l'étude de matériaux hétérogènes tubulaires.

#### Références

- [1] J. El-Yagoubi. *Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multi échelle*. Université de Bordeaux : Thèse de Doctorat, 2010.
- [2] A. Salazar, R. Fuente, E. Apiñaniz, A. Mendioroz. *Thermal diffusivity of nonflat plates using flash method*. Rev. Sci. Instrum. 82, 014902, 2011.
- [3] J. Fourier, *Mémoire sur la théorie analytique de la chaleur*, Firmin Didot 1822.
- [4] H. Stehfest, *Numerical inversion of Laplace transforms*. Comm of the ACM, 13(10), 624, 1970.
- [5] J.-C. Batsale, D. Maillat, A. Degiovanni, S. André, C. Moyne, *Thermal Quadrupoles: Solving the Heat Equation through Integral Transforms*. Wiley, Chichester, 2000.
- [6] R. Yamada, N. Igawa, T. Taguchi, S. Jitsukawa, *Highly thermal conductive, sintered SiC fiber-reinforced 3D-SiC/SiC composites: experiments and finite-element analysis of the thermal diffusivity/conductivity*, J. Nucl. Mater. 307–311, 1215–1220, 2002 .