

# Caractérisation des propriétés thermiques des couches de carbone déposées dans le tokamak Tore Supra

J.-L. Gardarein<sup>1</sup>, F. Rigollet<sup>2</sup>, C. Le Niliot<sup>2</sup>, R. Reichle<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CEA Cadarache, F-13108 St Paul lez Durance, France

<sup>2</sup>Polytech'Marseille; I.U.S.T.I ; UMR CNRS N°6595, Université de Provence

Technopôle de Château Gombert ; 5 Rue Enrico Fermi 13453 Marseille Cedex 13, France

\* (auteur correspondant : [jean-laurent.gardarein@bordeaux.ensam.fr](mailto:jean-laurent.gardarein@bordeaux.ensam.fr))

**Résumé** – Cette communication présente une expérience ex-situ de caractérisation de propriétés thermiques de type impulsienne face avant appliquée à un échantillon d'un composant faisant face au plasma présent dans le tokamak Tore Supra. Deux modélisations thermiques du dépôt à caractériser sont utilisées pour tenter d'expliquer deux comportements thermiques différents, à des échelles de temps différentes. Les résultats expérimentaux sont présentés pour deux zones de mesure.

## Nomenclature

$A, B, C, D$  : Composants des matrices quadripôles

$C_p$  : Capacité calorifique ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ )

$K$  : conversion échauffement/signal ( $V.K^{-1}$ )

$Q$  : Energie de l'impulsion ( $J.m^{-2}$ )

$R_c$  : Résistance de contact ( $m^2.K.W^{-1}$ )

$a_i$  : Diffusivité thermique du matériau  $i$  ( $m^2.s^{-1}$ )

$b_i$  : Effusivité thermique du matériau  $i$  ( $W.s^{1/2}.m^{-2}.K^{-1}$ )

$e_i$  : épaisseur de matériau (m)

$k_i$  : Conductivité thermique du matériau  $i$  ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )

$p$  : variable de Laplace ( $s^{-1}$ )

$z$  : Profondeur dans le matériau (m)

*Symboles grecs*

$\beta_i$  : Paramètre  $i$

$\Delta T$  : échauffement (K)

$\eta(t)$  : Signal modélisé (V)

$\phi(z, p)$  : transf. de Laplace du flux ( $J.m^{-2}$ )

$\theta(z, p)$  : transf. de Laplace de l'échauffement (K.s)

*Indices*

$d$  : dépôt

$s$  : substrat

## 1. Introduction

Dans le tokamak français Tore Supra, les composants face au plasma sont majoritairement en carbone. Ces composants ont une limite en flux (appelé flux critique) à partir duquel le risque d'endommagement irréversible devient non négligeable, cette limite correspond à  $10MW.m^{-2}$ . Pour assurer la sécurité des composants, on mesure leur température de surface avec des caméras infrarouges. Le calcul de flux à partir de ces températures impose la connaissance parfaite des propriétés thermiques et des dimensions des matériaux observés, ce qui est le cas en général. Cependant, l'interaction entre le plasma et les parois carbonées conduit à l'érosion de ce carbone dans certaines zones et à sa re-déposition dans d'autres zones « à l'ombre » des forts flux de chaleur. Les températures mesurées par thermographie infrarouge sur ces zones sont alors les températures des dépôts de carbone et non de la surface sous-jacente des tuiles de carbone. Les expériences en conditions plasma montrent que la température des revêtements est bien plus élevée que celle des tuiles nues. Une mauvaise adhérence du dépôt sur la tuile est responsable de cette surchauffe. De ce fait, le calcul de flux à partir de ces températures impose la connaissance des propriétés thermiques de ces couches ainsi que de la résistance thermique de contact de celles-ci avec le substrat. Nous présentons une expérience de caractérisation des propriétés thermiques de ces couches de carbone par

méthode photothermique impulsionnelle face avant que nous avons mise au point en laboratoire. Nous décrivons plus particulièrement les modèles thermiques qui nous ont permis à l'aide de techniques inverses, d'estimer les paramètres thermophysiques et leurs incertitudes associées. Les résultats obtenus sur des composants sortis de Tore Supra après plusieurs heures de plasma sont présentés.

## 2. Protocole expérimental et méthode d'estimation

### 2.1 Protocole expérimental

Le principe d'une expérience de caractérisation de propriétés thermiques consiste à éclairer avec une source excitatrice (dans notre cas un laser avec une durée d'impulsion de 10ns) l'échantillon à caractériser (*Figure 1*) et d'analyser sa décroissance en température après une brève impulsion. Dans notre cas, le rayonnement émis par la surface sollicitée est mesuré avec un détecteur Hg-Cd-Te sensible dans la bande 2-16  $\mu\text{m}$  avec un maximum de détectivité autour de 10 $\mu\text{m}$ . Le détecteur est complété par un pré-ampli conçu au laboratoire, le temps de réponse de la chaîne de détection est de 20 $\mu\text{s}$ . L'acquisition des données est ensuite réalisée avec un oscilloscope numérique (modèle TDS 714L Tektronix). Dans l'hypothèse de petits échauffements, le signal mesuré est directement proportionnel à l'élévation de température, on a donc  $\eta(t)=K.\Delta T(t)$ . Cette élévation de température dépend des propriétés thermiques de l'échantillon. L'échantillon que nous étudions est un composant face au plasma du tokamak français Tore Supra, plus particulièrement la dernière tuile en composite carbone de l'aiguille N1 du neutraliseur (*Figure 1*). Sur cette même tuile, les dépôts de carbone sont très différents, c'est la raison pour laquelle nous étudierons les signaux (*Figure 2a*) provenant de deux zones de mesures (représentées sur la *Figure 1b*).

### 2.2 Méthode d'estimation

L'analyse du bruit de mesure enregistré avant l'impulsion laser montre que l'hypothèse d'un bruit à distribution gaussienne est valable. De plus, on souhaite vérifier que les mesures sont indépendantes entre deux pas de temps successifs. Pour cela on analyse la fonction d'autocorrélation appliquée au bruit de mesure. Celle-ci mesure la corrélation entre le bruit de mesure et lui-même décalé d'un nombre de pas de temps donné (*Figure 2b*). Il faut attendre une vingtaine de  $\mu\text{s}$  pour être sûr que la nouvelle mesure soit indépendante de la précédente. Cette valeur n'est pas étonnante car elle correspond au temps de réponse de la chaîne de détection mesuré par ailleurs avec un oscilloscope et une diode infrarouge émettrice pilotée en fréquence. Ces hypothèses vérifiées permettent de choisir une estimation aux moindres carrés ordinaires. Restent à mettre en place les modèles thermiques pour l'estimation de paramètres.

## 3. Modèles thermiques

La tuile étudiée est constituée d'un composite en fibre de carbone orthotrope (3D). L'homogénéité de la tâche laser et l'analyse de signaux théoriques construits avec un modèle 2D nous ont permis de simplifier considérablement nos modèles. Dans les plages temporelles pendant lesquelles nous étudions les signaux expérimentaux, le substrat peut être modélisé par un mur semi-infini et le système complet en 1D. Le dépôt sera lui modélisé par deux modèles différents. En effet, l'analyse visuelle des signaux expérimentaux sur les deux zones de mesure (*Figure 2a*), nous montre des comportements aux temps courts bien différents. Sur la zone 2, le signal a le comportement d'un mur semi-infini aux temps courts. En revanche, sur la zone 1, le refroidissement de surface nous laisse penser que le dépôt observé peut-être

modélisé par une couche purement capacitive.

### 3.1 Modélisation du dépôt par un mur

Dans ce premier modèle, notre échantillon est modélisé par un mur représentant le dépôt, un milieu semi-infini représentant le substrat en carbone composite (CFC) dont les propriétés thermiques sont connues, et une résistance de contact entre les deux couches (*Figure 4a*). Nous avons choisi de modéliser notre échantillon avec les quadripôles thermiques [1], l'écriture quadripolaire de notre échantillon dans l'espace de Laplace s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \theta(0, p) \\ \phi(0, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_d & B_d \\ C_d & D_d \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & R_c \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1/(k_s \sqrt{p/a_s}) \\ 1 \end{bmatrix} \phi_{out}(e_d, p) \quad (1)$$

Dans notre cas, le flux appliqué en  $z = 0$  est une impulsion de Dirac d'énergie  $Q$ . Nous pouvons réécrire l'équation (1) avec un nouveau jeu de paramètres et finalement le signal

$$\bar{\eta}(p) = K.\theta(0, p) = \frac{\beta_4 (\beta_2 \cosh(\sigma_d) + \beta_3 \sigma_d \sinh(\sigma_d) + \sinh(\sigma_d))}{\sqrt{p} (\beta_2 \sinh(\sigma_d) + \beta_3 \sigma_d \cosh(\sigma_d) + \cosh(\sigma_d))} \quad (2)$$

avec  $\beta_1 = \frac{e_d^2}{a_d}$  le temps diffusif du dépôt (en s),  $\beta_2 = \frac{b_d}{b_s}$  le rapport des effusivités,

$\beta_3 = R_c \frac{k_d}{e_d}$  le rapport entre la résistance de contact et la résistance thermique du dépôt,

$\beta_4 = K \frac{Q}{b_d}$  l'énergie de l'impulsion divisée par l'effusivité du dépôt (appelé aussi le

coefficient du régime semi-infini du dépôt, en  $V.s^{1/2}$ ) et  $\sigma_d = \sqrt{p\beta_1}$ . La transformée inverse de Laplace  $\eta(t) = L^{-1}[\bar{\eta}(p)]$  est réalisé à l'aide de l'algorithme de Stehfest [1].

### 3.2 Modélisation du dépôt par une couche capacitive

Nous étudions la possibilité de modéliser le dépôt non plus par un mur mais par une couche capacitive dont la température est homogène sur tout le matériau (schéma sur la *Figure 4b*). L'écriture correspondante est :

$$\begin{bmatrix} \theta(0, p) \\ \phi(0, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ p(\rho C_p)_d e_d & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & R_c \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1/(k_s \sqrt{p/a_s}) \\ 1 \end{bmatrix} \phi_{out}(e_d, p) \quad (3)$$

Comme dans le cas précédent, le substrat est semi-infini et le flux imposé à la surface du matériau est une impulsion de Dirac d'énergie  $Q$ , l'expression devient donc :

$$\bar{\eta}(p) = K.\theta(0, p) = \beta_3 \frac{1 + \beta_2 \sqrt{p}}{p + \beta_2 p \sqrt{p} + \beta_1 \sqrt{p}} \quad (4)$$

avec :  $\beta_1 = \frac{b_s}{(\rho C_p)_d e_d}$  en  $s^{-1/2}$ ,  $\beta_2 = R_c b_s$  en  $s^{1/2}$ ,  $\beta_3 = K \frac{Q}{(\rho C_p)_d e_d}$  en V. La transformée inverse de Laplace  $\eta(t) = L^{-1}[\bar{\eta}(p)]$  est réalisé à l'aide de l'algorithme de Stehfest [1].

## 4. Estimations

### 4.1 Estimation avec le modèle Mur-Rc-CFC

L'analyse des coefficients de sensibilités réduits (non présentée ici) pour des valeurs nominales, montre qu'il est très délicat d'identifier simultanément les quatre paramètres du modèle, l'estimation sera donc menée en bloquant un paramètre. Nous choisirons de bloquer le moins sensible des quatre, c'est-à-dire  $\beta_2$ , à une valeur qui minimise l'écart type des résidus obtenus à la fin de l'estimation des trois autres paramètres. L'amplification du biais (supposé de 10%) sur cette valeur fixée pendant l'estimation des trois autres paramètres a été étudiée et fait partie de l'incertitude totale présentée avec les résultats. Un exemple d'estimation est présenté sur la *Figure 5a*. La qualité de l'estimation est jugée par l'analyse des résidus, ils ne présentent pas de dérive systématique et ont une allure comparable au bruit de mesure. Celui-ci a une distribution gaussienne de moyenne nulle et d'écart type  $5.167.10^{-4}V$  ; l'écart type des résidus a une valeur très voisine égale à  $5.173.10^{-4}V$ .

A partir des paramètres estimés ( $\beta_1 \beta_3 \beta_4$ ), nous souhaitons remonter à des valeurs de paramètres thermophysiques comme la diffusivité thermique, la conductivité thermique et la résistance thermique de contact. Pour y parvenir, nous sommes amenés à faire une hypothèse sur l'épaisseur du dépôt. Une indication sur cette épaisseur nous est donnée par la vitesse de croissance des couches en fonction du nombre de secondes de plasma ( $30nm.s^{-1}$ ) [2]. Pour notre échantillon, ceci correspond à une épaisseur d'environ  $800\mu m$  à laquelle nous associerons une incertitude de plus ou moins  $100\mu m$  pour la zone 1. Pour la zone 2, cette valeur doit être supérieure. Pour la calculer, nous supposons que les diffusivités thermiques de la zone 1 et de la zone 2 sont semblables, ainsi le rapport des deux temps diffusifs nous donne l'épaisseur de la couche de la zone 2 en fonction de celle de la zone 1. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant.

	<b>Zone 1</b> Valeur Estimée	<b>Zone 1</b> Incertitude totale	<b>Zone 2</b> Valeur estimée	<b>Zone 2</b> Incertitude totale
$e_d$	800 $\mu m$ (arbitraire)	12.5% (arbitraire)	885 $\mu m$	27%
$a_d (m^2.s^{-1})$	$4.8.10^{-5}$	44%	$4.8.10^{-5}$	44%
$b_d (W.s^{1/2}.m^{-2}K^{-1})$	5950	20%	9380	20%
$k_d (Wm^{-1}K^{-1})$	41	42%	65	42%
$(\rho C_p)_d (Jm^{-3}K^{-1})$	$0.86.10^6$	42%	$1.35.10^6$	42%
$Rc (m^2KW^{-1})$	$1.2.10^{-5}$	73%	$1.4.10^{-5}$	76%

Tableau 1 : Résumé des estimations des paramètres thermophysiques et des incertitudes associées avec le modèle Mur-RDC-CFC pour les deux zones de mesure.

### 4.2 Estimation avec le modèle de couche capacitive

Les résultats obtenus sur la plage temporelle [2 40] ms sont cohérents et présentent des résidus du même ordre de grandeur que le bruit de mesure. Cependant, on peut se demander pourquoi dans le cas de la zone 1, le signal semble d'abord passer par un refroidissement très

lent (*Figure 2a*) avant de rejoindre le régime semi-infini. Ce plateau peut être la signature d'une couche dont le comportement est purement capacitif, ce qui signifie que celle-ci est uniforme en température. Cette uniformité pourrait être due à une absorption en volume de l'énergie du laser avant une diffusion vers la profondeur [3]. Dans ce paragraphe, nous avons donc tenté d'analyser ce signal jusqu'à  $1.75ms$  avec le modèle de couche capacitive. Les résultats de l'estimation sont présentés sur la *Figure 5b*. Sur cette figure, on peut constater que les résidus sont comme dans le cas précédent, du même ordre de grandeur que le bruit. Pour mener à bien les estimations, la résistance de contact a été fixée à une valeur permettant de minimiser l'écart type des résidus. Il se trouve que cette valeur est nulle. Les valeurs des paramètres obtenues avec ce modèle sont :  $\beta_1 = 50.9 \pm 5\%$ ,  $\beta_2 = 0$  et  $\beta_3 = 0.039 \pm 4\%$ . Ces paramètres permettent de retrouver une valeur de  $(\rho Cp)_d = 0.44.10^6 \pm 28\% \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$  deux fois plus faible que celle trouvée avec le modèle Mur-RDC-CFC. La valeur de la résistance de contact (nulle) est étonnante. Cette valeur est pourtant nécessaire pour obtenir la meilleure correspondance entre les mesures et le modèle dans la première milliseconde. Elle n'est en effet pas cohérente avec la valeur de  $1.10^{-5} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$  retenue dans le cas du modèle mur semi infini. Ceci peut être un argument de remise en cause du modèle de dépôt capacitif aux temps courts. Si l'argument d'absorption de l'énergie laser en profondeur dans le dépôt reste intéressante, ce phénomène pourrait être modélisé plus finement. Il faudrait alors prendre en compte la semi transparence du dépôt dans l'UV (donnée inconnue à ce jour) pour mieux calculer le champ de température dans la couche après l'impulsion, au lieu de le supposer uniforme avec le modèle de couche purement capacitive [4].

## 5. Conclusion

Dans cette communication, nous avons décrit l'expérience de caractérisation de type flash face avant que nous avons mise en place ainsi que les outils permettant l'interprétation des mesures. Cette expérience a consisté à mesurer le refroidissement de la surface de l'échantillon après une excitation impulsionnelle laser de quelques nanomètres sur cette même surface. La chaîne de détection constituée d'un détecteur *Hg-Cd-Te* sensible dans la bande spectrale 2-16 $\mu\text{m}$ , d'un pré-ampli conçu au laboratoire et d'une lentille IR a un temps de réponse de 20 $\mu\text{s}$ . Grâce à ce montage, nous avons pu solliciter les dépôts de carbone dans des temps ou leurs paramètres thermophysiques sont sensibles. Différents modèles thermiques constitués d'une couche (mur ou couche capacitive) représentant le dépôt, d'une résistance de contact et d'un mur supposé semi infini (hypothèse vérifiée pour les temps auxquelles les signaux sont exploités) ont été mis en place. Les mesures ont conduit à l'obtention des paramètres thermophysiques sur deux zones de mesure de la tuile du bout de l'aiguille N1 du neutraliseur de Tore Supra, ainsi que leurs incertitudes associées.

## Références

- [1] D. Maillet, S. André, J-C Batsale, A. Degiovanni, C. Moyne, Thermal quadrupoles, Wiley & Sons, New-York, 2000.
- [2] E. Delchambre and al., "Scanning Electron microscopy characterisation of carbon deposited layers in Tore Supra", 30th EPS Conf. on Contr. Fusion and Plasma Physics 2003.
- [3] T. Loarer, Mesure de température de surface par effet photothermique modulé ou impulsionnel, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 1989.
- [4] J-C. Krapez, Radiométrie photothermique impulsionnelle : application à la mesure du profil d'énergie absorbée dans un matériau semi-transparent et optimisation de la mesure de diffusivité/effusivité d'un revêtement, Journée SFT : Derniers développements en inversion de mesures thermiques, 6 Mars 2002.

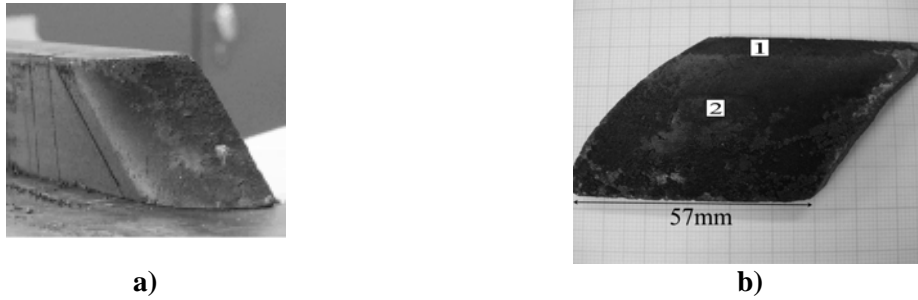


Figure 1 : Dernière tuile en carbone du neutraliseur de Tore Supra  
 a. Tuile complète b. Echantillon de la tuile avec dépôts

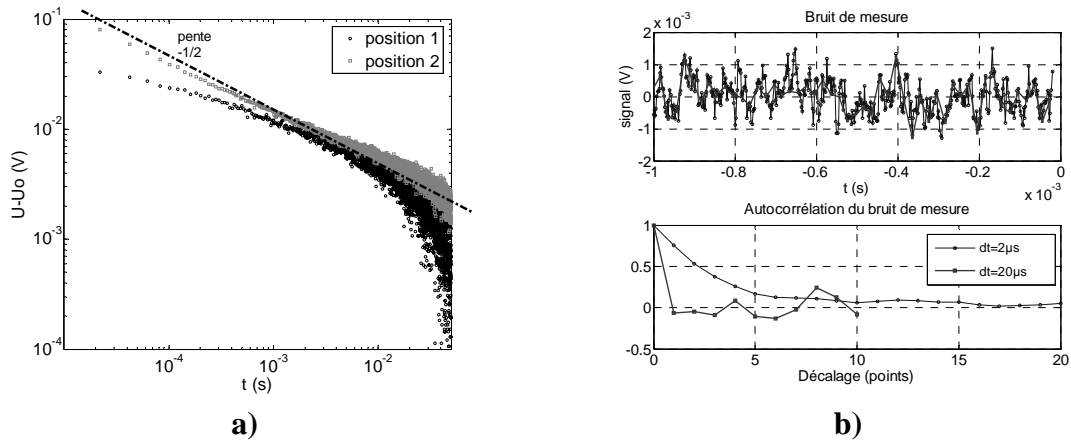


Figure 2a : Signaux expérimentaux  
 Figure 3b : Fonction d'autocorrélation du bruit de mesure

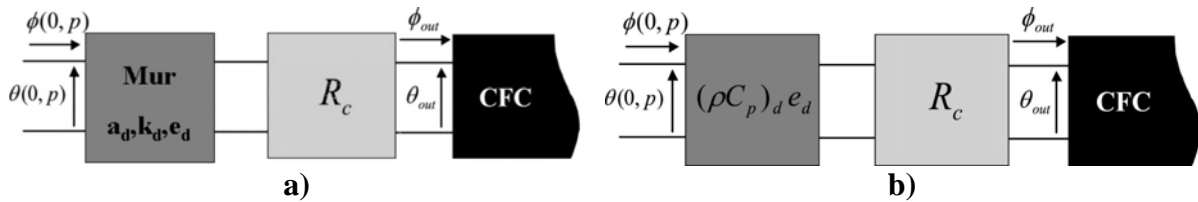


Figure 4 : Modélisation du dépôt et de la résistance de contact  
 a. Modélisation du dépôt par un mur  
 b. Modélisation du dépôt par une couche capacitive

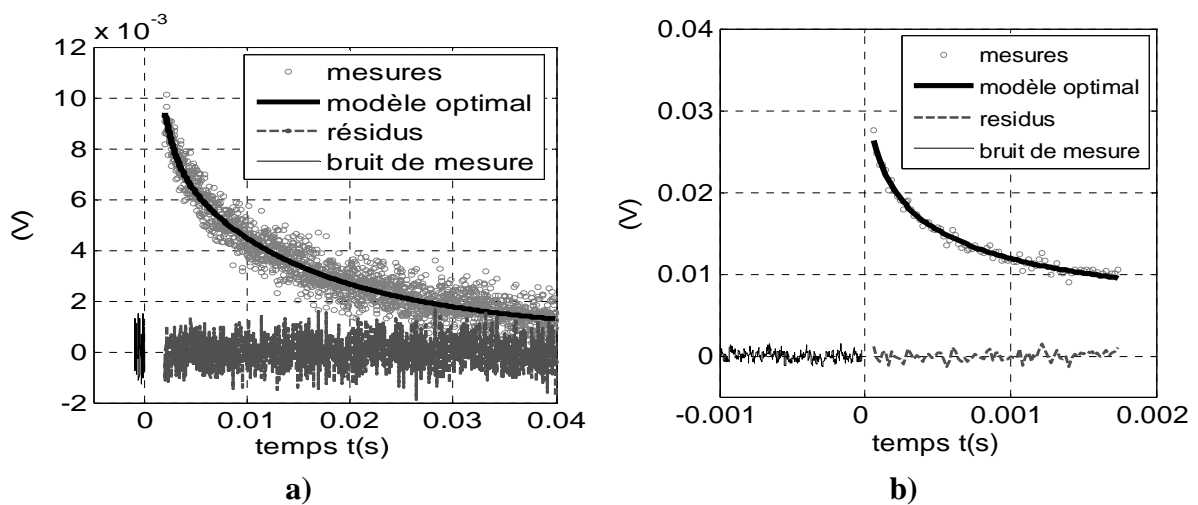


Figure 5 : Exemples d'estimation avec les deux modèles  
 a. Estimation avec les modèle mur  
 b. Estimation avec le modèle couche capacitive