



# Caractérisation et modélisation thermique multi-échelle de matériaux hétérogènes

Denis ROCHAIS

CEA / Le Ripault



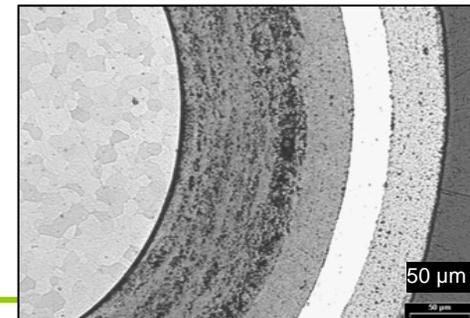
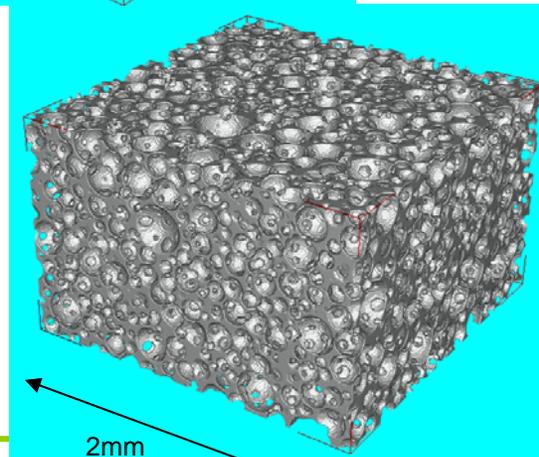
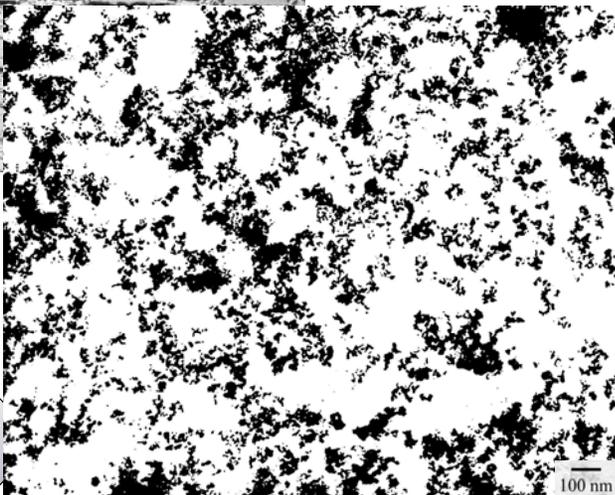
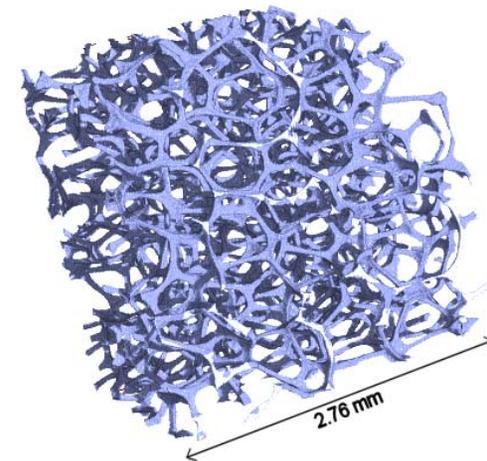
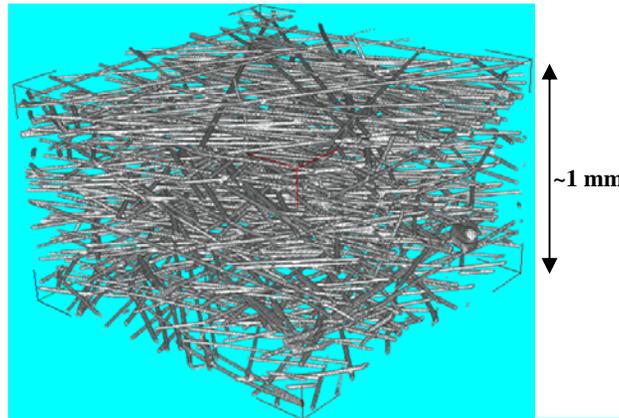
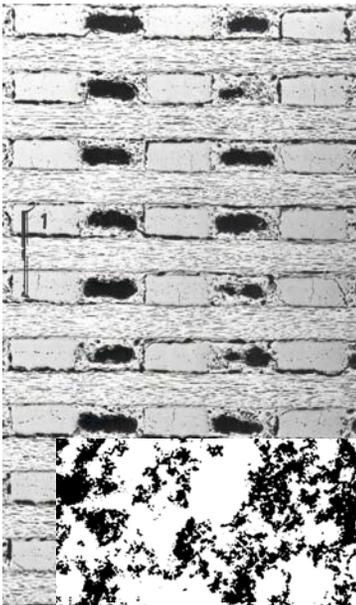
# Caractérisation et modélisation thermique multi-échelle

**Point commun à de nombreuses études:** simulation du comportement thermomécanique d'objets complexes soumis à des environnements variés

⇒ Mise en œuvre de matériaux multi-échelles spécifiques (description de la microstructure de l'échelle des constituants de base à l'échelle du matériau fini i.e. de 10 nm au cm)

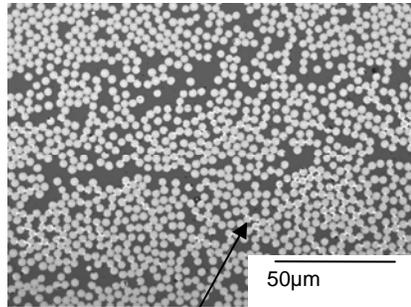
⇒ Fourniture des propriétés thermiques effectives en fonction de la température pouvant être introduites dans les codes de calcul (maille homogénéisée)

⇒ Participation à l'optimisation de ces matériaux en modélisant leur comportement à partir de leur microstructure réelle (aide au choix des constituants et de leur agencement)



# Caractérisation des propriétés thermiques à différentes échelles

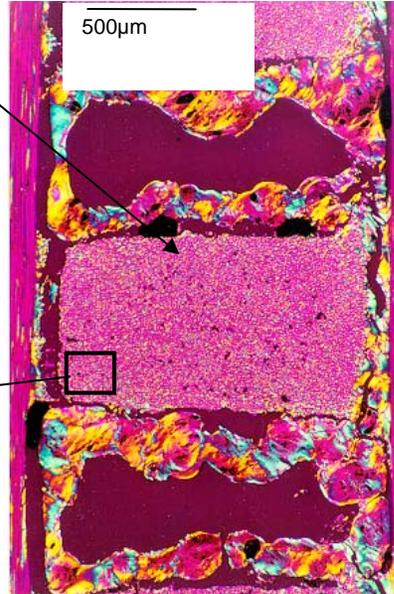
## Matériaux composites à l'origine des développements expérimentaux et numériques à LMC



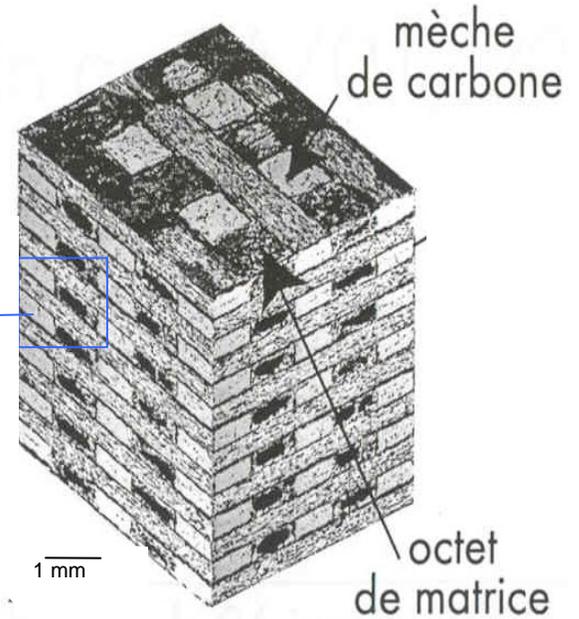
Fibre de carbone

Échelle microscopique

Fil de carbone



Échelle mésoscopique



Échelle macroscopique

*Microscope photorélecteur (MP)  
Mesure de la diffusivité  
thermique jusqu'à 1000°C*

*Microscope infrarouge (MIR)  
Mesure de la diffusivité  
thermique jusqu'à 1000°C*

*Banc Flash HT-THT  
Mesure de la diffusivité  
thermique jusqu'à 3000°C*

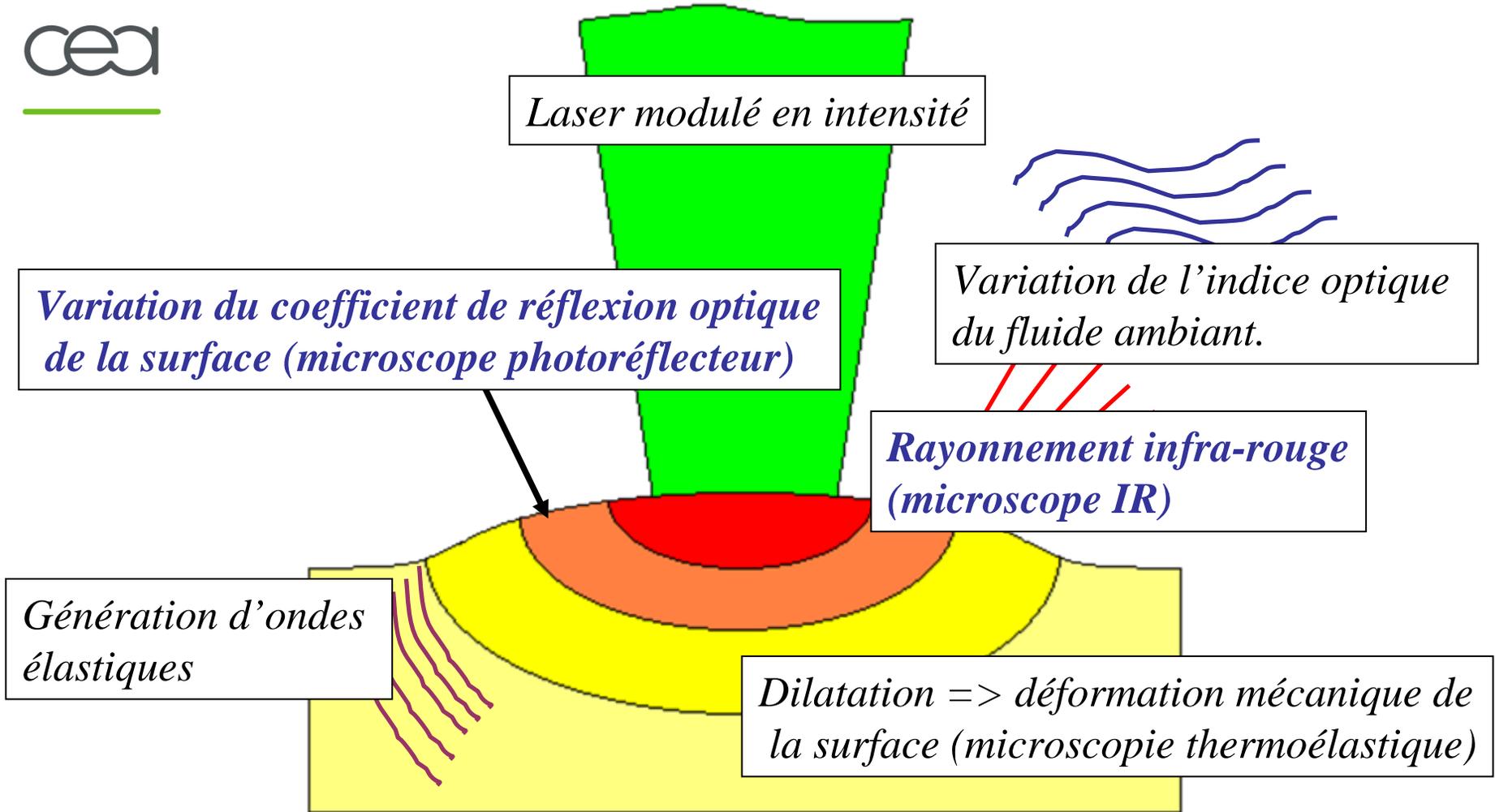
- + mesure du Cp de -100°C à 3000°C
- + mesure du coefficient de dilatation thermique jusqu'à 2700°C
- + ATG HT



**Détermination de la  
conductivité thermique  
en fonction de la température**



# Principe de la microscopie photothermique – Effets photothermiques



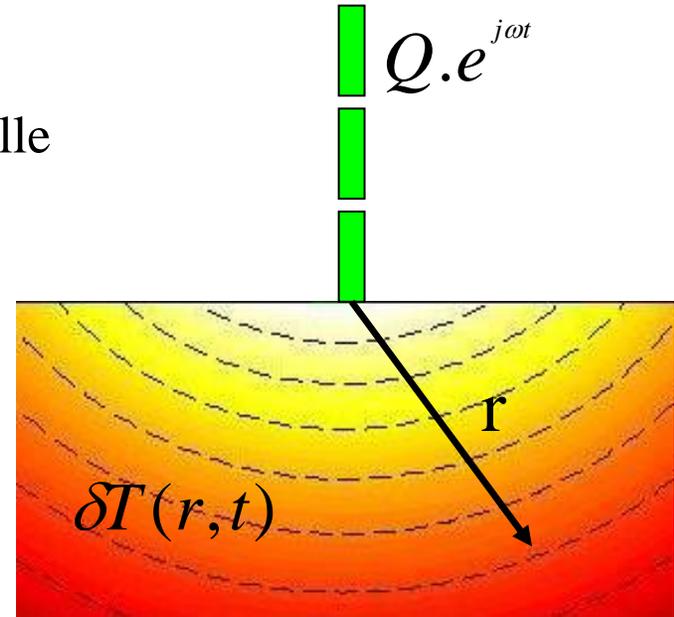
# Principe de la microscopie photothermique – Ondes thermiques



- milieu semi-infini homogène isotrope
- source de chaleur harmonique et ponctuelle
- $k$ : conductivité thermique
- $\alpha$ : 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*

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

$\alpha$  déduit de la mesure de la pente de la phase en fonction de la distance au point de chauffage

*évanescence*

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

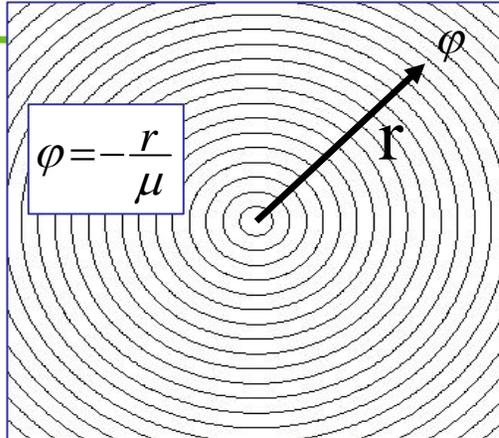


# Principe de la microscopie photothermique – Solutions théoriques

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

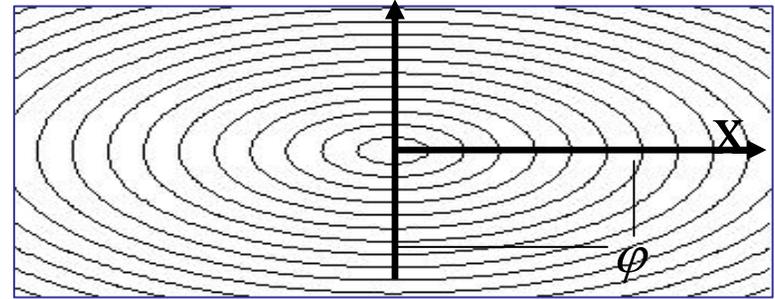


### Cas isotrope



$r$  : rayon en coordonnées polaires

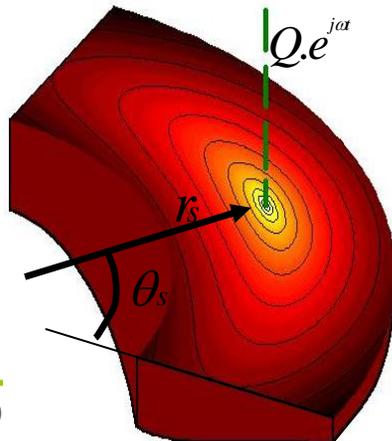
### Cas anisotrope



$x, y$  : position en coordonnées cartésiennes

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

### Cas orthotrope à symétrie cylindrique

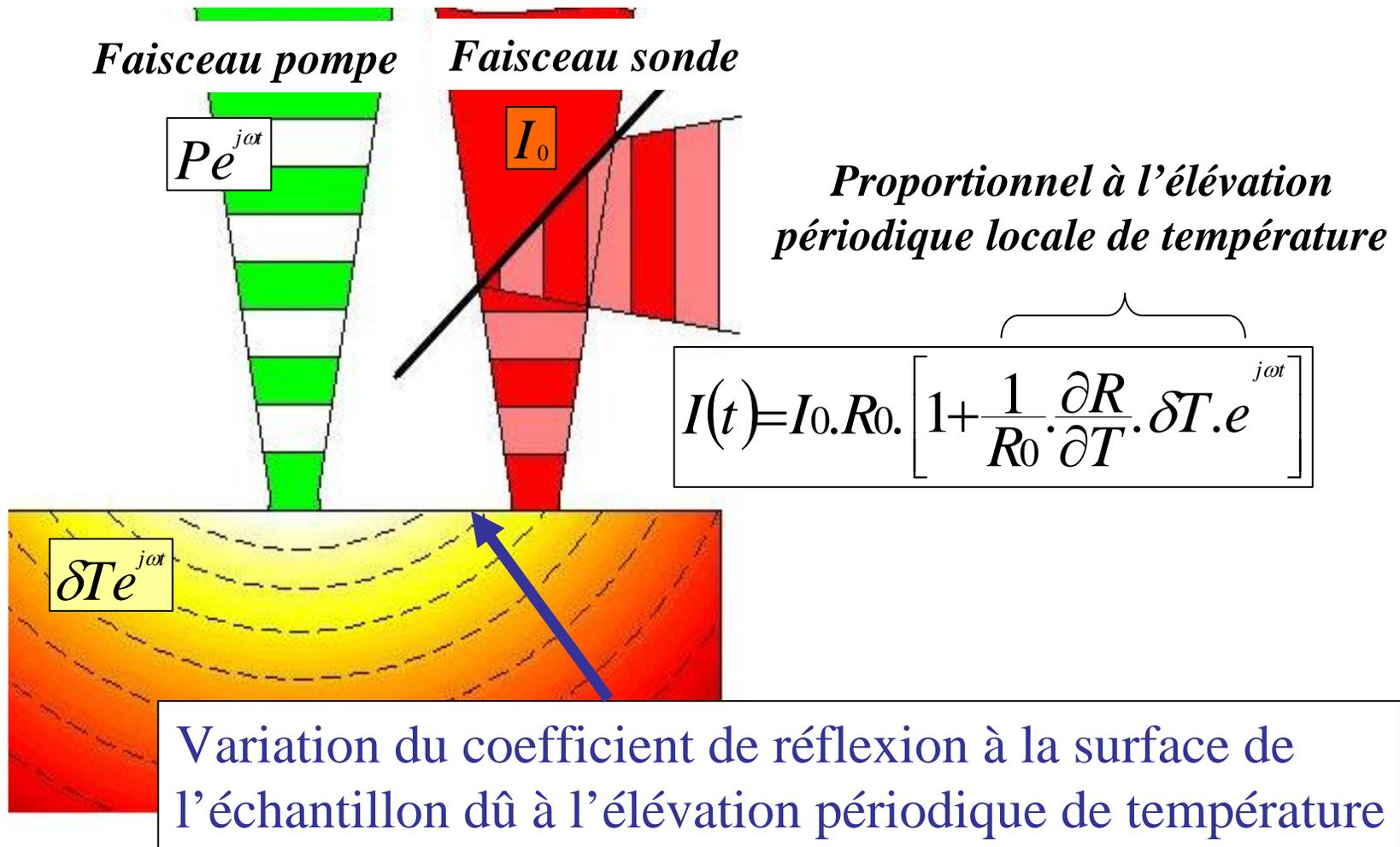


$$\frac{\partial \varphi}{\partial r} = -\frac{1}{\mu_r} = -\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha_r}}$$

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



# Principe de la microscopie photothermique – Photoréflexance

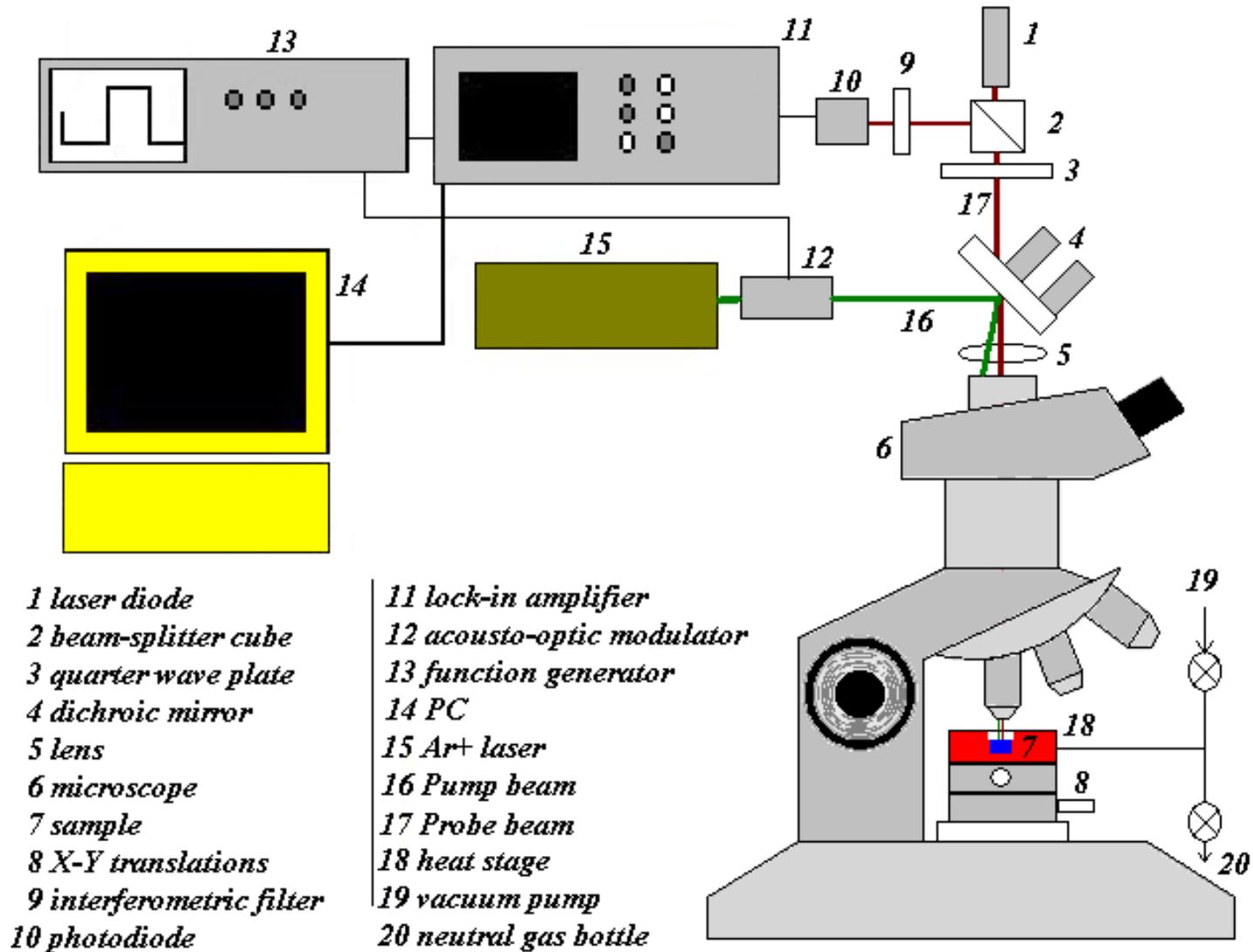


N.B.: focalisation des faisceaux laser jusqu'à la limite de diffraction => résolution spatiale  $\sim 1\mu\text{m}$



# Principe de la microscopie photothermique – Dispositif de mesure

cea





Hypothèse : faibles élévations de température

**➔ Mesure du flux périodique rayonné**

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

*Utilisation du profil d'amplitude*

**➔ Mesure d'anisotropie**

*Utilisation du profil de phase*

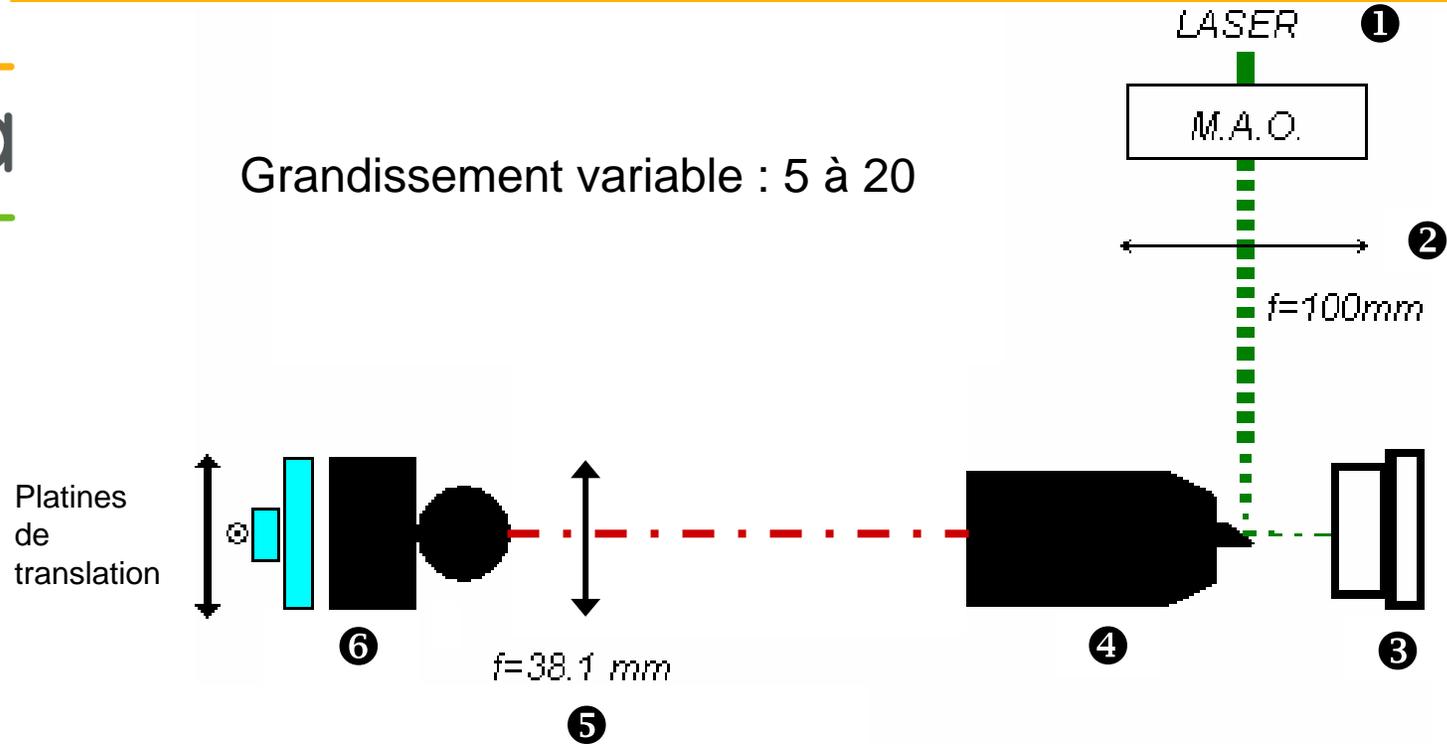
**➔ Mesure de la diffusivité thermique**



# Principe de la microscopie photothermique infra-rouge



Grandissement variable : 5 à 20



- |                            |                       |
|----------------------------|-----------------------|
| ① Faisceau Pompe           | ④ Objectif Cassegrain |
| ② Lentille de focalisation | ⑤ Lentille ZnSe       |
| ③ Echantillon              | ⑥ Caméra Infra-rouge  |

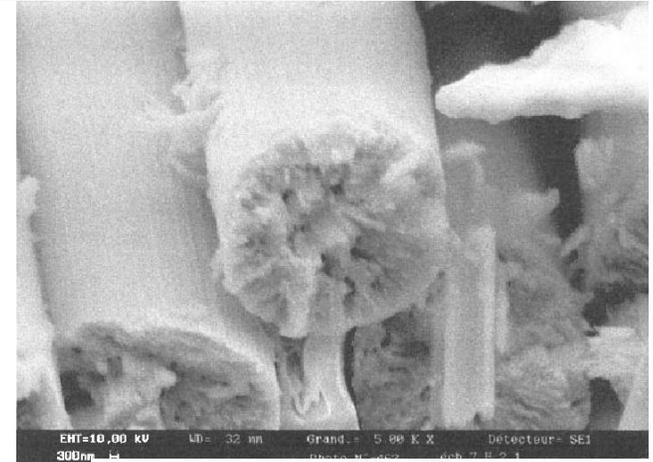
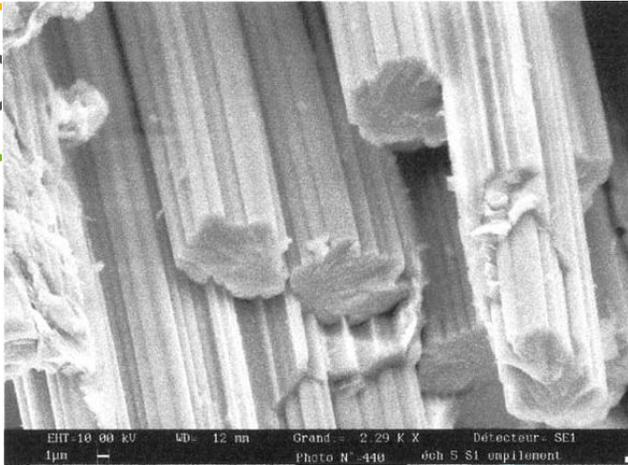


# Caractérisation à l'échelle microscopique : fibre de carbone

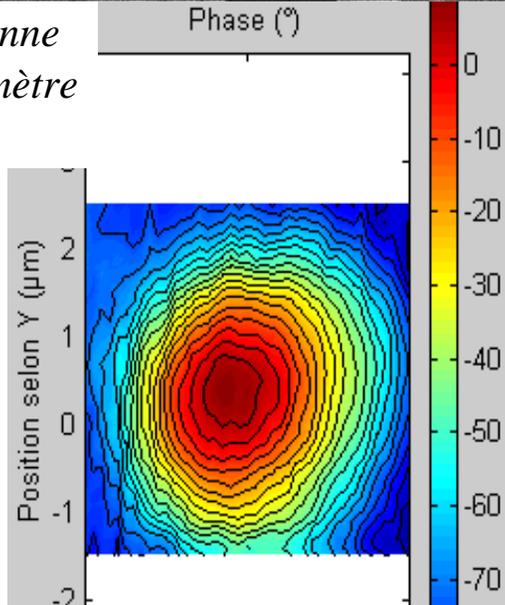
## Influence de la microstructure

## Coupes transversales

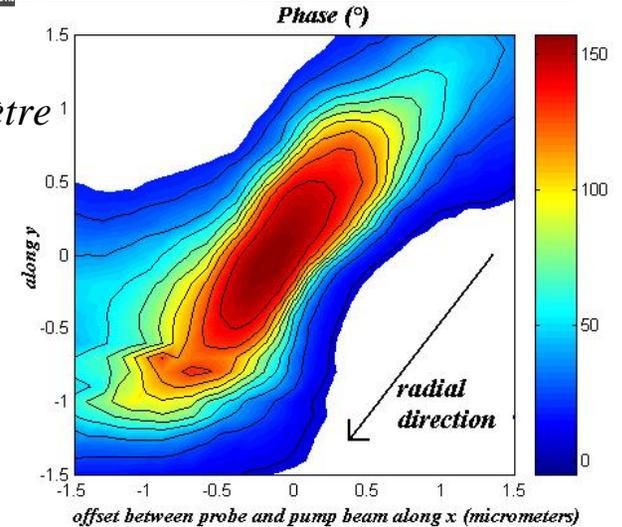
cea



*fibre ex-rayonne*  
*~8µm de diamètre*  
*f = 1 MHz*



*fibre ex-Brai*  
*~10µm de diamètre*  
*f = 1 MHz*



*Isothermes circulaires*  
*⇒ comportement isotrope*

*Texture de la fibre de carbone*  
*⇒ diffusion radiale de la chaleur*



# Caractérisation microscopique : fibre de carbone en température

## Influence de la microstructure

### Coupe longitudinale

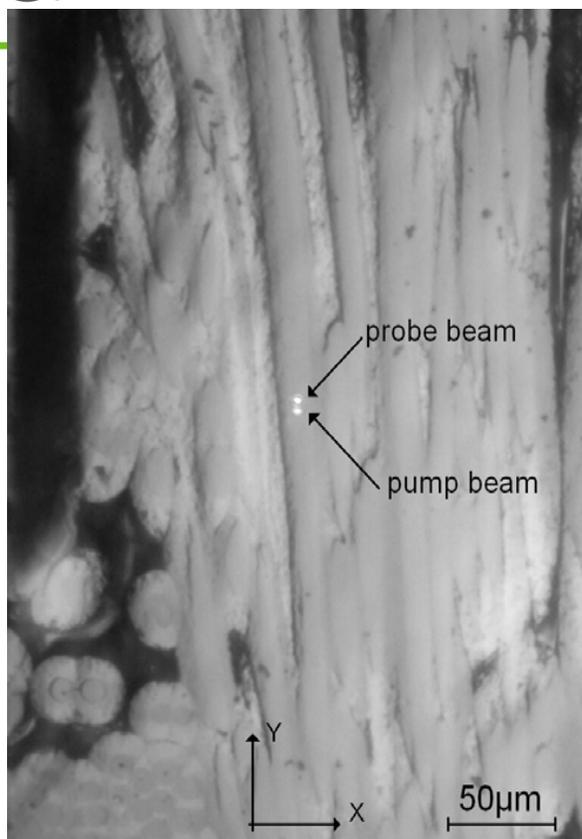
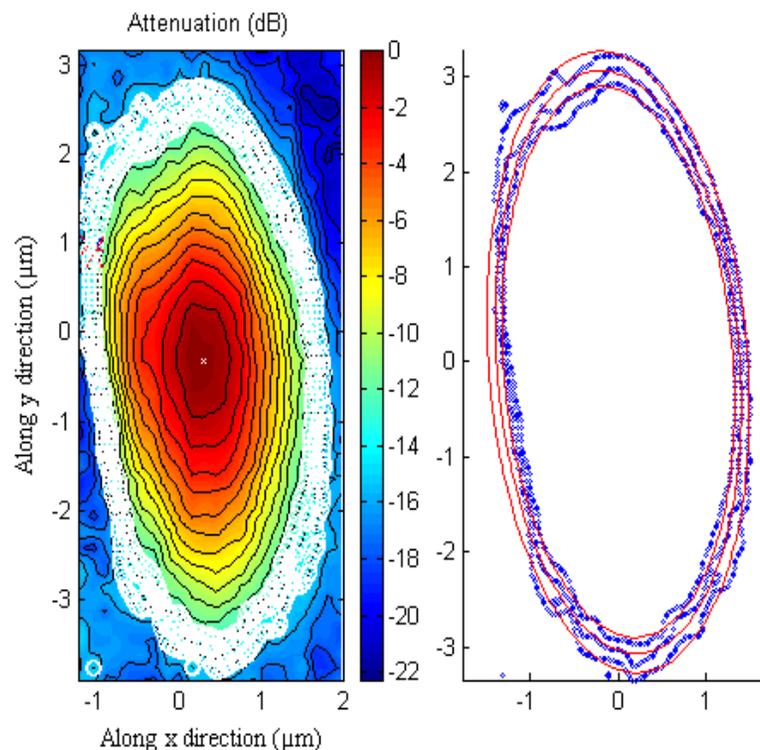


Photo de l'échantillon à 1000°C

*fibre ex-PAN à 1000°C  
~10µm de diamètre*



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

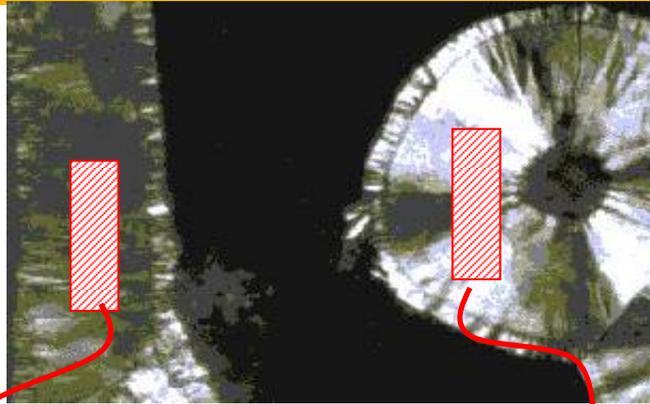
$$\Rightarrow \alpha_L = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\alpha_T = 2,6 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

D. Rochais et al. , *Journal of Physics D : Applied Physics* **38**, 1498-1503 (2005)

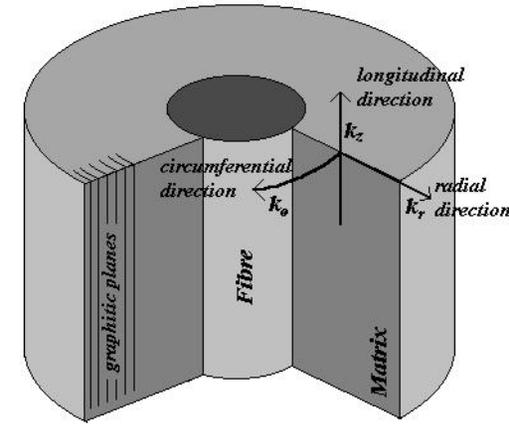
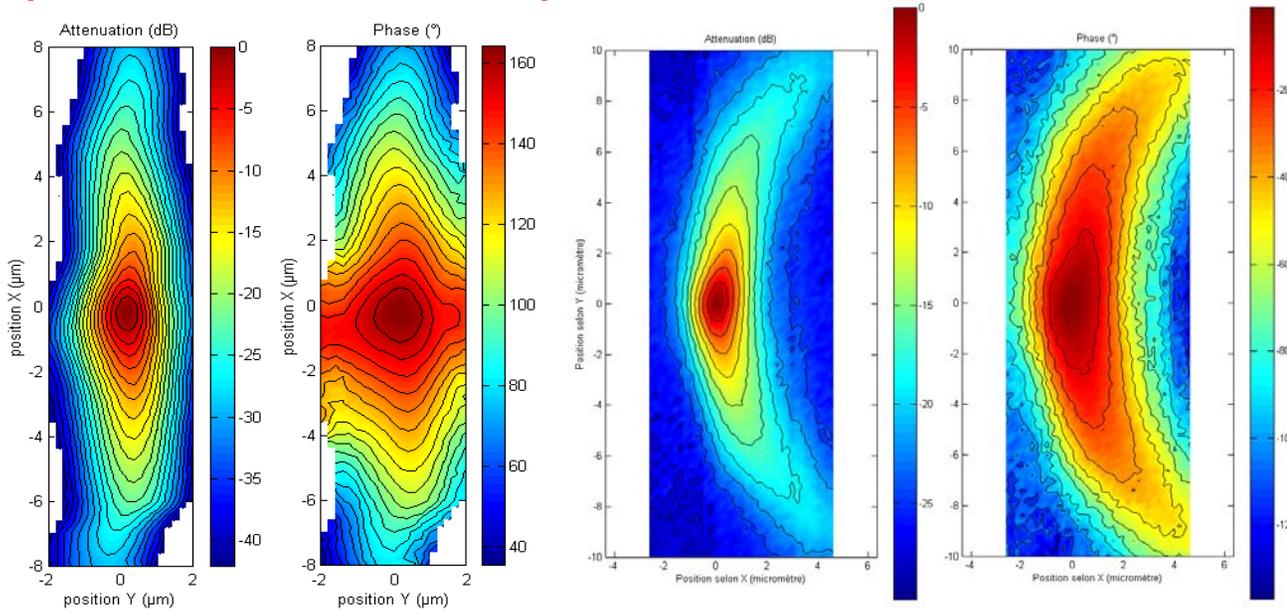


# Caractérisation microscopique : milieu orthotrope à symétrie cylindrique



Matrice de pyrocarbone  
Coupes longitudinale et transversale

$f \approx 1\text{MHz}$



$$\alpha_{\text{longitudinale}} \approx 8.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\alpha_{\text{radiale}} \approx 3.10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\alpha_{\text{circumférentielle}} \approx 7,8.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$$

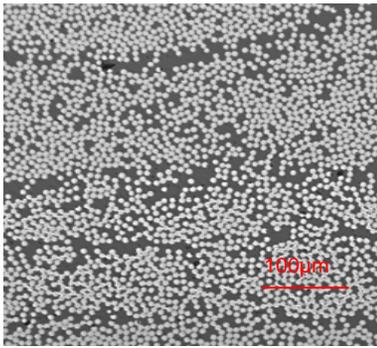
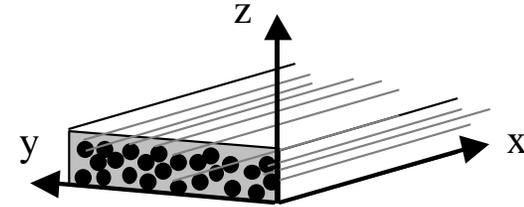
Influence de l'anisotropie thermique et de la microstructure



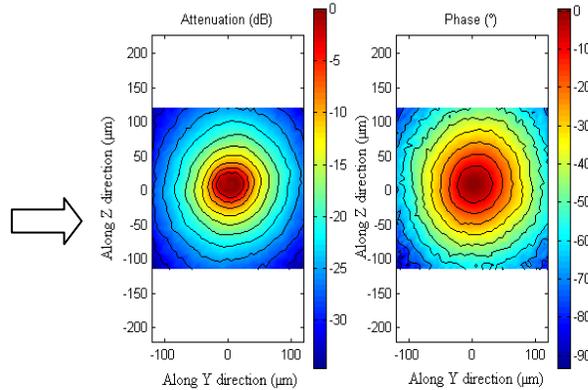
# Caractérisation à l'échelle mésoscopique : mèche de carbone



Composite carbone-résine UD AIRBUS  
(Journée SFT Benchmark 2005)  
 $f = 14 \text{ Hz}$



Coupe transversale



Caractère isotrope de la diffusion thermique

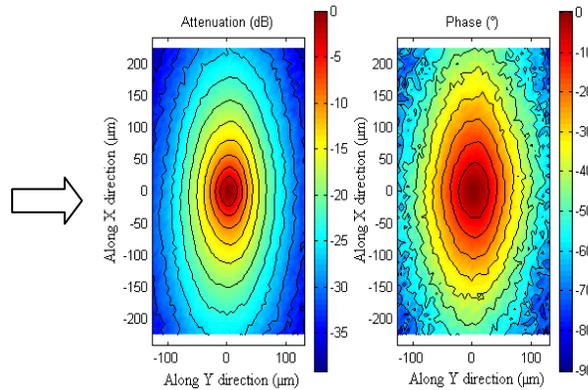
Degré d'anisotropie thermique estimé ~ 1

Diffusivité thermique estimée

$$\alpha_y = \alpha_z = 4,55 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$



Coupe longitudinale



Caractère anisotrope de la diffusion thermique

Degré d'anisotropie thermique estimé ~ 6

Diffusivités thermiques estimées

$$\alpha_x = 2,84 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\alpha_y = 4,69 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$



# Modèle de conduction et diffusion thermique par différences finies (1/3)

**Modélisation du transfert par conduction thermique au sein de matériaux hétérogènes**

Matériaux concernés : nanoporeux, multicouches, composites, microporeux, alvéolaires



**Objectif**

**Déterminer le tenseur des diffusivités thermiques et conductivités thermiques  
de structures 3D numériques ou issues de tomographies X**



**Comment ?**

**Développement d'un code de calcul s'inspirant des méthodes expérimentales :  
Méthode flash et plaques chaudes gardées**



**Validation**

**Dispositifs expérimentaux de LMC**

Microscope IR (diffusivité thermique à l'échelle de 100 $\mu$ m)

Méthode Flash (diffusivité thermique à l'échelle du mm) +  $\rho C_p \Rightarrow$  conductivité

Microscope photorélecteur (propriétés des constituants élémentaires pour « alimenter » le code)



# Modèle de conduction et diffusion thermique par différences finies (2/3)



## Objectif

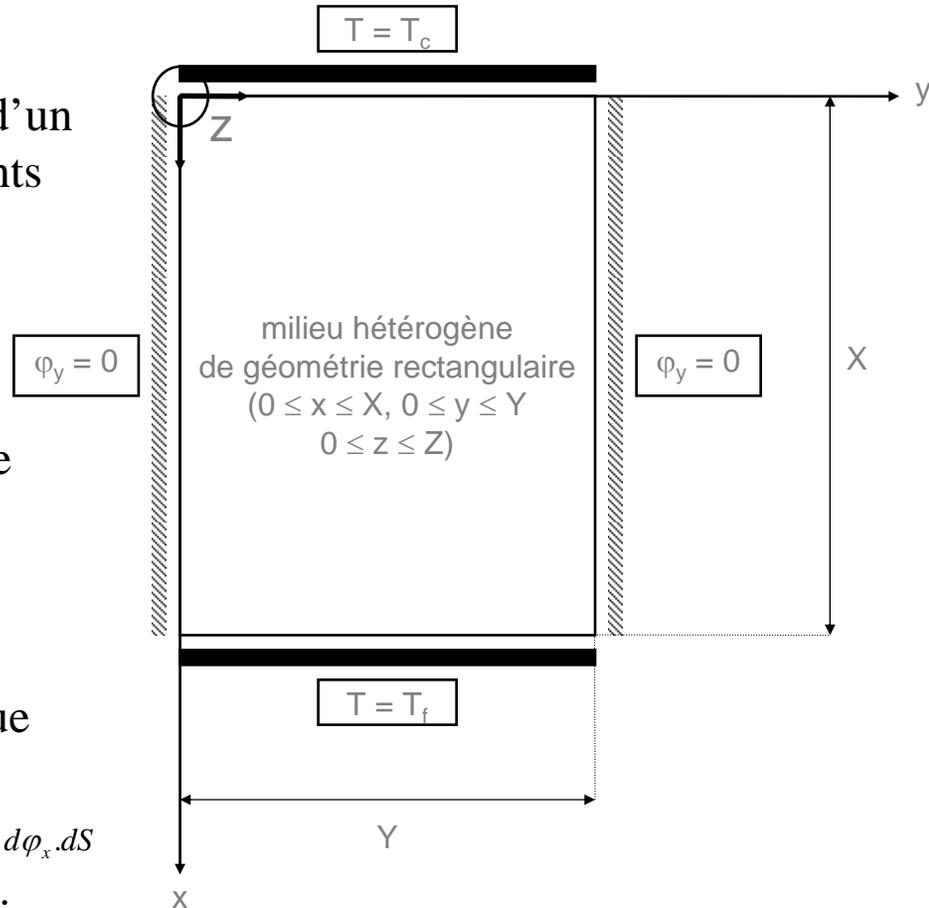
Détermination du tenseur des conductivités thermiques effectives d'un matériau hétérogène dont les différents constituants sont thermiquement isotropes

## Démarche

- résolution du champ de température stationnaire s'établissant au sein de l'échantillon par **une technique de plaque chaude gardée numérique**

- évaluation de la puissance thermique traversant l'échantillon de la plaque chaude vers la plaque froide  $\Phi = \iint_S d\varphi_x . dS$

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



$$\Phi = \frac{\Lambda . S}{X} (T_c - T_f) \quad \text{pour milieu homogène équivalent}$$

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



# Modèle de conduction et diffusion thermique par différences finies (3/3)



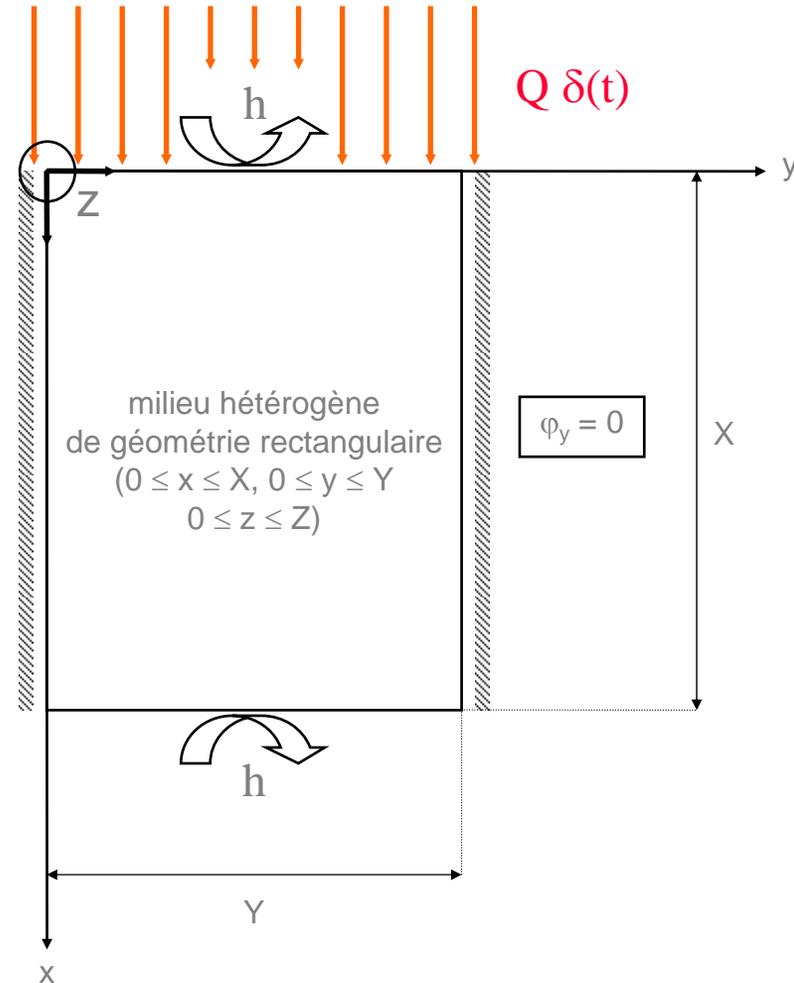
## Objectif

Simulation de la méthode flash pour déterminer la diffusivité thermique et la chaleur volumique effectives du milieu hétérogène

## Démarche

- résolution du champ de température instationnaire au sein de l'échantillon
- obtention de l'évolution de la température en face arrière
- identification de  $a$  et  $C$  par une technique de moindres carrés à l'aide d'un modèle 1D de matériau homogène équivalent.

$$\varphi_y = 0$$



# Matériau composite Carbone/Résine UD AIRBUS

Simulations à partir de photographies de la structure du composite



Expérience de plaque chaude gardée numérique pour déterminer la conductivité thermique effective du milieu

À chaque pixel de l'image, on attribue les propriétés thermiques du constituant correspondant (diffusivité mesurée par MP +  $\rho C$  connu)

**Coupe transversale**

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

**Flux calculés**

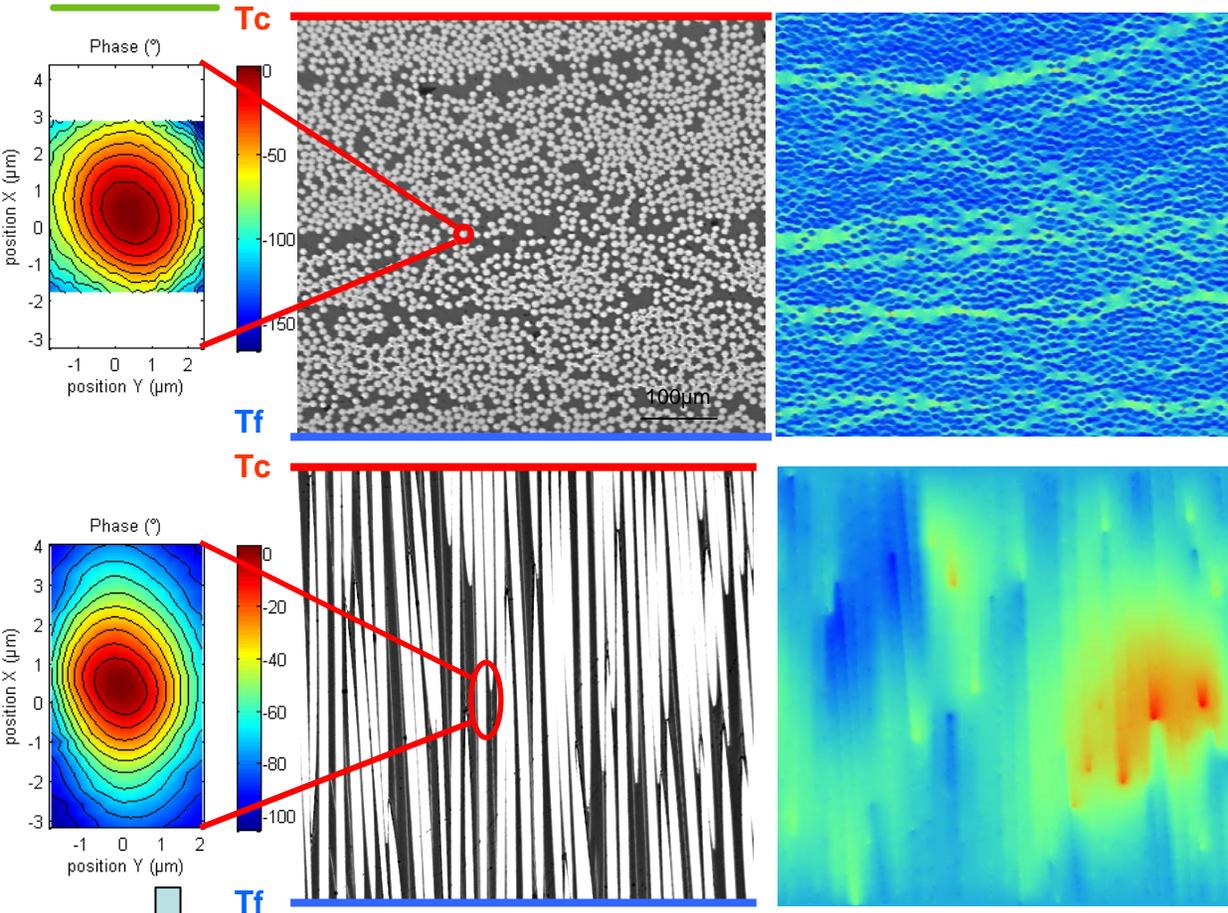
**Coupe longitudinale**

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

**Mesures expérimentales (MIR et flash+ $\rho C_p$ )**

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

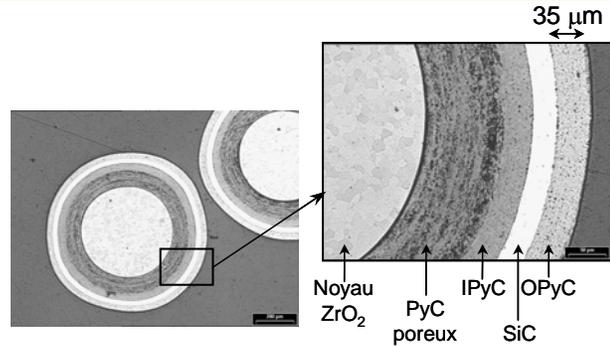
$$\lambda_L = 4,20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$



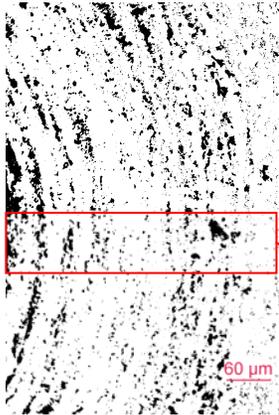
**NB: Prise en compte dans le calcul de l'orientation et de l'anisotropie des fibres (mesures MP)**



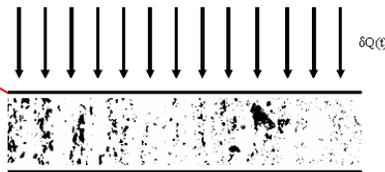
# Couche poreuse de Pyrocarbone des billes HTR



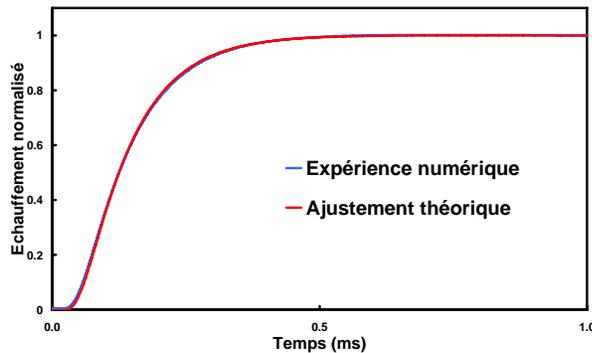
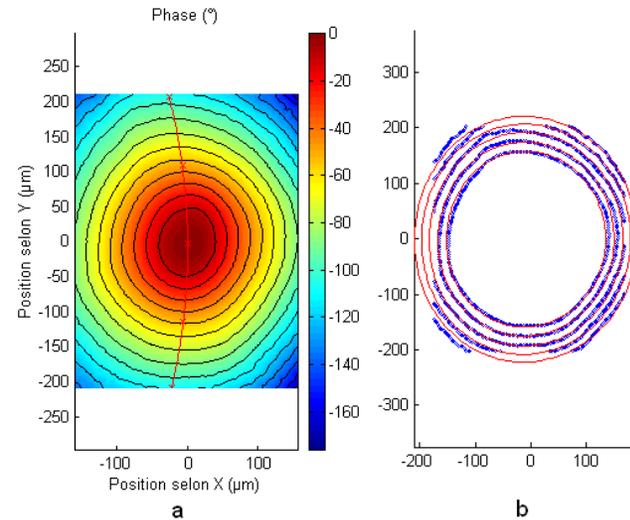
NB: Mesure de  $\alpha$  du squelette solide du buffer par MP



Flash numérique



## Validation par MIR



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

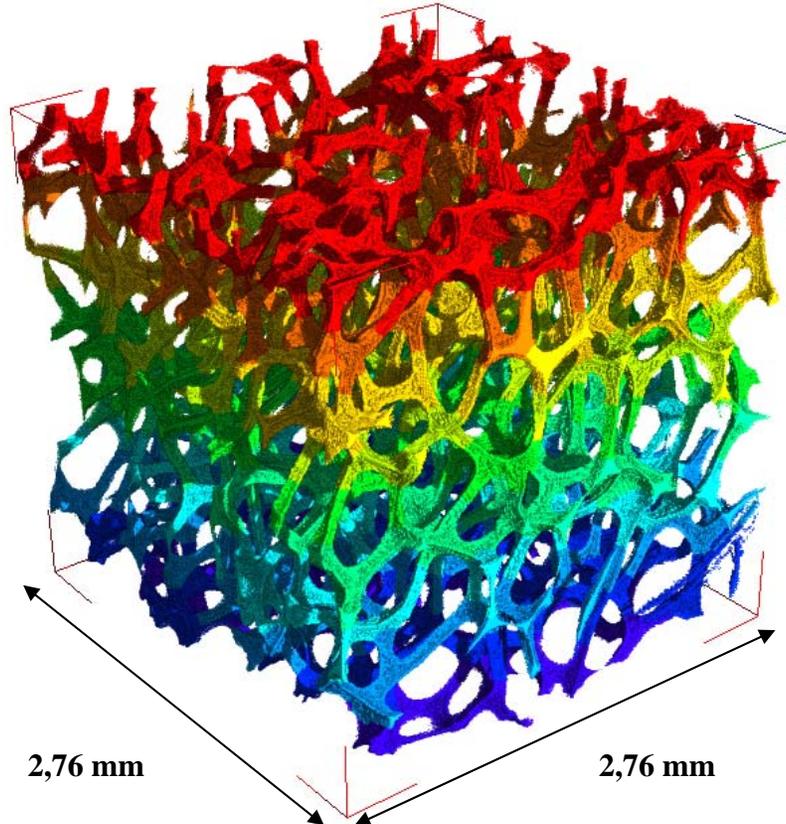


# Matériau alvéolaire : mousse de carbone

## Tomographies X d'une mousse de carbone



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



Conductivité thermique

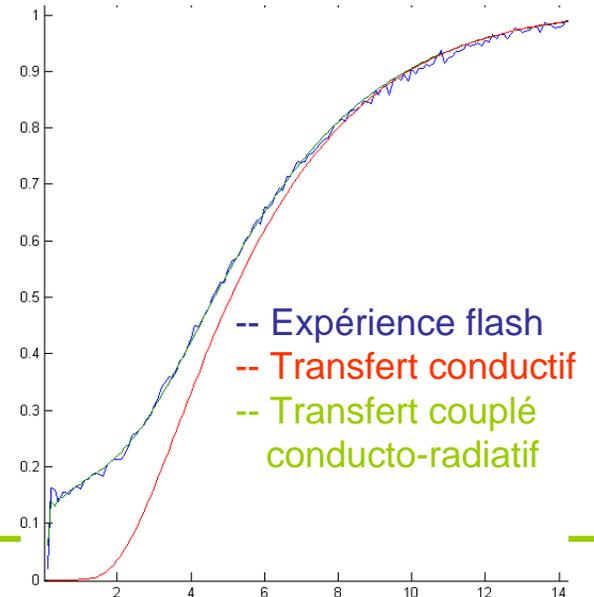
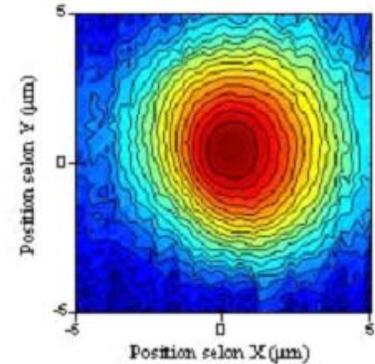
$$\lambda_{\text{calc}} = 0,063 \pm 0,005 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

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

Mesure des propriétés thermiques

1- locales (squelette) par photothermie

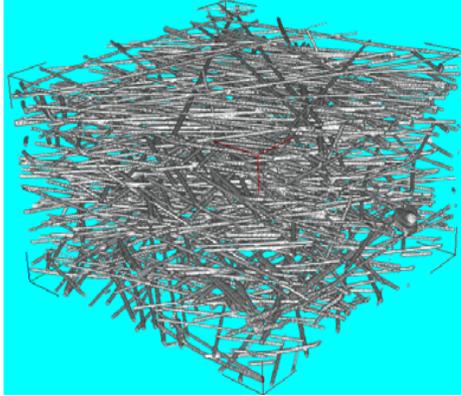
2- effectives (matériau constitué) par flash



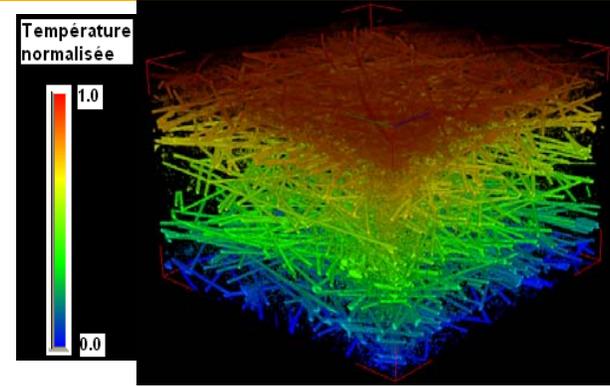
# Feutres de SiC : importance du Volume Élémentaire Représentatif (VER)



Feutre vierge

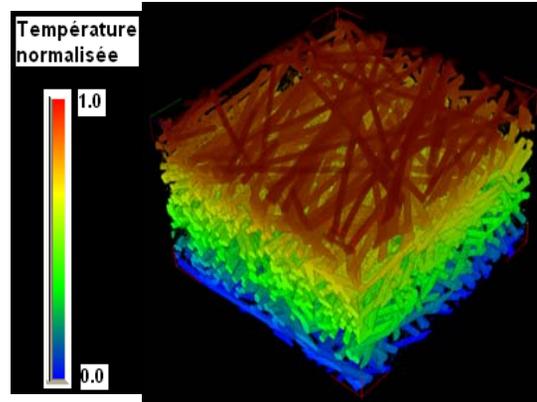
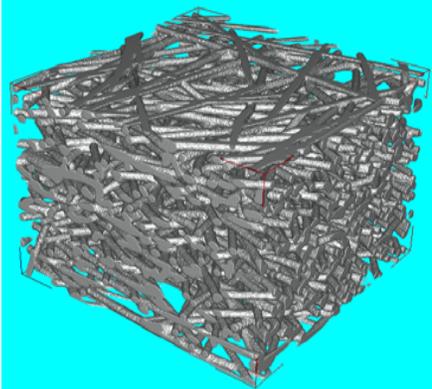


Tomographie X  
(1,7x1,7x1,1mm<sup>3</sup>)



Conductivité dans l'épaisseur par PCGN  
=  $\alpha \cdot \rho \cdot C_p$  (propriétés mesurées expérimentalement)

Feutre densifié partiellement



Conductivité dans l'épaisseur par PCGN  
 $\neq \alpha \cdot \rho \cdot C_p$  expérimental (écart de 30%)

Cause: hétérogénéité de densification  
 $\Rightarrow$  importance du choix du VER  
 $\Rightarrow$  statistique sur  $\neq$  prélèvements de tomo

Tomographie X  
(1,7x1,7x1,1mm<sup>3</sup>)

NB: propriétés des fibres et de la matrice mesurées par MP

