



**HAL**  
open science

## Influence des propriétés des grains sur la conductivité thermique d'un lit de poudre d'alumine $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Jordan Letessier, Aimen E. Gheribi, Jean-Mathieu Vanson, Christelle Duguay, Fabrice Rigollet, Jerome Vicente, J.L. Gardarein

► **To cite this version:**

Jordan Letessier, Aimen E. Gheribi, Jean-Mathieu Vanson, Christelle Duguay, Fabrice Rigollet, et al.. Influence des propriétés des grains sur la conductivité thermique d'un lit de poudre d'alumine  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. 30ème congrès annuel de la Société Française de Thermique, May 2022, Valenciennes, France. 10.25855/SFT2022-120 . hal-04044858

**HAL Id: hal-04044858**

**<https://hal.science/hal-04044858>**

Submitted on 24 Mar 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/362181529>

# Influence des propriétés des grains sur la conductivité thermique d'un lit de poudre d'alumine $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Influence of particle properties on the thermal conductivity of an alumina...

Conference Paper · July 2022

DOI: 10.25855/SFT2022-120

CITATIONS

0

READS

113

7 authors, including:



Jordan Letessier

Atomic Energy and Alternative Energies Commission

2 PUBLICATIONS 0 CITATIONS

SEE PROFILE



Aimen E. Gheribi

Polytechnique Montréal

106 PUBLICATIONS 2,509 CITATIONS

SEE PROFILE



Fabrice Rigollet

Aix-Marseille Université

108 PUBLICATIONS 739 CITATIONS

SEE PROFILE



Jerome Vicente

Aix-Marseille Université

88 PUBLICATIONS 1,241 CITATIONS

SEE PROFILE

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Designing a new electrochemical cell for the study of enzymes (CO- dehydrogenase) that reduce carbon dioxide [View project](#)



Fusion Technology [View project](#)

# Influence des propriétés des grains sur la conductivité thermique d'un lit de poudre d'alumine $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## Influence of particle properties on the thermal conductivity of an alumina packed bed $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Jordan LETESSIER<sup>1,2</sup>, Aïmen E. GHERIBI<sup>3</sup>, Jean-Mathieu VANSON<sup>2\*</sup>, Christelle DUGUAY<sup>2</sup>, Fabrice RIGOLLET<sup>1</sup>, Jérôme VICENTE<sup>1</sup>, Jean-Laurent GARDAREIN<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Aix Marseille Univ, CNRS, IUSTI, Marseille, France

<sup>2</sup>CEA, DES, IRESNE, DEC, Cadarache F-13108 Saint-Paul-Lez-Durance, France

<sup>3</sup>Polytechnique Montréal, Montréal, QC, H3C 3A7, Canada

\*(auteurs correspondants : [jean-laurent.gardarein@univ-amu.fr](mailto:jean-laurent.gardarein@univ-amu.fr), [jean-mathieu.vanson@cea.fr](mailto:jean-mathieu.vanson@cea.fr))

**Résumé** - La conductivité thermique effective de lits de poudres dépend d'un nombre important de paramètres. Dans cet article est présentée l'influence apparente de la taille des grains et de leurs géométries sur ce paramètre du milieu, en s'appuyant sur un modèle de conductivité thermique de milieux poreux non-connectés dans l'air à pression atmosphérique, que nous avons développé. Ce modèle se base sur la théorie de la percolation pour décrire le transfert thermique dans ce type de matériaux. Le milieu est décrit par les paramètres microstructuraux suivants: la porosité intra-granulaire et inter-granulaire, ainsi que des paramètres propres au matériau et à l'arrangement des particules. Les deux premiers paramètres sont mesurés pour certains échantillons grâce à une caractérisation de la microstructure du lit par un micro-tomographe à rayons X. Les valeurs de conductivités effectives du lit prédites par ce modèle sont comparées avec des mesures effectuées à l'aide de la méthode du plan chaud instationnaire. Les résultats montrent que la conductivité thermique d'un lit de poudre semble très sensible à la répartition des porosités entre la porosité inter-granulaire et intra-granulaire.

### Nomenclature

$b$  effusivité effective, W.K<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.s<sup>1/2</sup>  
 $C_p$  chaleur spécifique, J.K<sup>-1</sup>.kg<sup>-1</sup>  
 $d$  diamètre, m  
 $e$  épaisseur du lit, m  
 $g$  fonction conductivité du grain  
 $f_c$  fonction critique  
 $h$  distance entre la ligne moyenne des sommets et le plan de contact, m  
 $\mathcal{L}^{-1}$  Transformée de Laplace inverse  
 $m$  masse de l'échantillon de bille, kg  
 $p$  porosité  
 $p_{Lp}$  variable de Laplace, s<sup>-1</sup>  
 $T$  température, K  
 $t$  temps, s  
 $t_{diff}$  temps diffusif d'un matériau, s  
 $V$  volume de l'échantillon, m<sup>3</sup>

### Symboles grecs

$\alpha$  diffusivité thermique, m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>  
 $\lambda$  conductivité thermique, W.K<sup>-1</sup>.m<sup>-1</sup>  
 $\theta$  échauffement  
 $\rho$  densité, kg.m<sup>-3</sup>

### Indices et exposants

$a$  intra-granulaire  
 $AD$  Aivazov et Domashnev  
 $cr$  cristal  
 $e$  milieu effectif  
 $air$  air  
 $g$  grain  
 $mes$  mesure  
 $mod$  modèle  
 $PVC$  support en PVC  
 $r$  inter-granulaire  
 $s$  semelle  
 $sim$  simulation  
 $50$  valeur médiane

## 1. Introduction

Lors d'un accident de perte de réfrigérant primaire (APRP) dans les centrales nucléaires à eau pressurisée, le combustible nucléaire peut se fragmenter et se relocaliser dans sa gaine, et les propriétés thermiques de l'ensemble s'en trouvent dégradées. Afin de comprendre les mécanismes de transferts de chaleur dans ces milieux, on a recours à l'utilisation de matériaux modèles, car les mesures en milieu nucléarisé sont très coûteuses. L'alumine fait partie des matériaux modèles couramment utilisés pour simuler le dioxyde d'uranium. D'une manière générale, l'étude des propriétés thermiques des céramiques comme l'alumine est très largement abordée dans la littérature. En effet, leurs propriétés mécaniques et thermiques sont intéressantes, ils sont à la fois résistants à la chaleur, et isolants thermiquement. Leur utilisation est donc très appropriée dans le domaine des matériaux réfractaires, ou dans le stockage d'énergie thermique à haute température. Dans notre contexte, nous nous intéressons particulièrement, à l'étude de la conductivité thermique de lits de poudres d'alumine dans l'air à pression ambiante. Différentes publications traitent de l'étude des propriétés thermiques de l'alumine solide sous différentes formes, solide compact, solide poreux et ultraporeux [1]–[4], mais les études de l'alumine sous forme de poudres sont presque inexistantes ou très peu détaillées [5]–[7]. Notre étude vise à observer l'influence de deux paramètres sur la conductivité thermique effective d'un lit de poudre d'alumine  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . D'une part, nous étudierons l'influence de la taille des grains sur la conductivité thermique effective du milieu, et d'autre part l'influence de la forme des grains, avec des grains de formes sphériques pleins puis des grains de forme sphérique, et creux. Les différences entre ces deux formes de grains sont observées grâce à une mesure au micro-tomographe à rayons X ( $\mu\text{-tomo X}$ ) et au microscope à balayage électronique (MEB). Les mesures de notre étude étant faites à température ambiante, et la taille des pores des poudres utilisées étant suffisamment petite, nous négligerons les transferts thermiques par rayonnement et par convection. Nous considérerons uniquement les transferts thermiques par conduction dans les phases solide et gazeuse. Un modèle de conductivité thermique pour les poudres a été développé, et est présenté. Les résultats sont confrontés aux mesures de conductivités effectives réalisées avec un banc expérimental de type « plan chaud ».

## 2. Procédures expérimentales

### 2.1. Estimation de la conductivité thermique effective

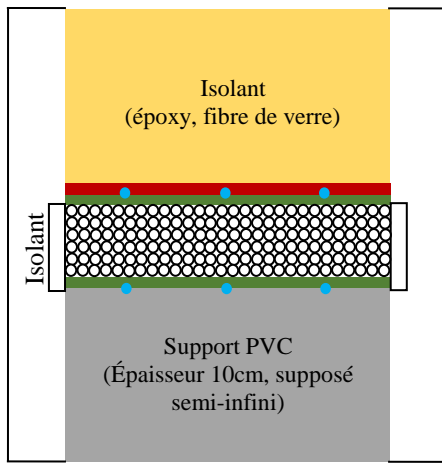
Les mesures des propriétés thermophysiques des échantillons de poudres d'alumine sont réalisées à l'aide d'un dispositif expérimental, développé par le laboratoire IUSTI, qui repose sur la méthode du plan chaud avec mesure de température sur les deux faces de l'échantillon [8] (Figure 1). La méthode est transitoire, un flux de chaleur est imposé en face avant de l'échantillon pendant un certain temps (typiquement 2 min) et les mesures sont enregistrées pendant environ 10 minutes. Le plan chaud est alimenté par un générateur de courant continu, avec une tension d'environ 20 V et un courant d'environ 0,7 A. Afin de s'affranchir de la forme temporelle exacte de ce flux entrant en face avant, nous y mesurons la température au cours du temps, conséquence de ce flux imposé et des échanges conductifs qui ont lieu majoritairement vers l'échantillon. C'est cette évolution de température enregistrée en face avant qui servira d'excitation en entrée du modèle (6). L'utilisation de graisse thermique entre le plan où se trouvent les thermocouples et les semelles, permet de limiter la résistance thermique de contact. Un isolant fibreuse est disposé tout autour du dispositif pour favoriser un transfert 1D entre les deux faces. Les 3 thermogrammes mesurés en face avant et arrière permettent de s'assurer de l'uniformité des températures sur chaque face. Une fois cette vérification établie, c'est le thermogramme mesuré par le thermocouple central qui est injecté dans le modèle. L'écart type du bruit de mesure est environ égal à  $0,01^\circ\text{C}$  pour un échauffement de  $2^\circ\text{C}$ . Nous modélisons

le lit de poudre comme un milieu homogène posé sur un milieu semi-infini en face arrière. En utilisant le formalisme des quadripôles thermiques [8] pour relier, dans l'espace de Laplace, les échauffements et les flux entre la face avant  $(\bar{\theta}(0, p_{Lp}), \bar{\varphi}(0, p_{Lp}))$  et la face arrière  $(\bar{\theta}(e + 2s, p_{Lp}), \bar{\varphi}(e + 2s, p_{Lp}))$ , l'équation du modèle thermique du problème peut s'écrire :

$$\begin{pmatrix} \bar{\theta}(0, p_{Lp}) \\ \bar{\varphi}(0, p_{Lp}) \end{pmatrix} = BCB \begin{pmatrix} \bar{\theta}(e + 2e_s, p_{Lp}) \\ \bar{\varphi}(e + 2e_s, p_{Lp}) \end{pmatrix} \quad (1)$$

$$B = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ x_4 p_{Lp} & 1 \end{pmatrix}, \text{ avec } x_4 = \rho_s C_{p,s} e_s \quad (2)$$

$$C = \begin{pmatrix} \cosh(\sqrt{x_1 p_{Lp}}) & \frac{\sinh(\sqrt{x_1 p_{Lp}})}{x_2 \sqrt{p_{Lp}}} \\ x_2 \sqrt{p_{Lp}} \sinh(\sqrt{x_1 p_{Lp}}) & \cosh(\sqrt{x_1 p_{Lp}}) \end{pmatrix}, \text{ avec } x_1 = \frac{e^2}{\alpha}, x_2 = b \quad (3)$$



■ Plan chaud (180mm x 120 mm)

■ Semelles de cuivre (épaisseur 1 mm)

● Thermocouples type K  
( $\varnothing = 0,25$  mm)

○ Echantillon de poudre d'alumine  
(épaisseur du lit 10 mm)

Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental

La matrice  $B$  représente une semelle de cuivre. Son épaisseur faible et sa conductivité importante, permettent de la modéliser par une couche purement capacitive. La matrice  $C$  quant à elle, représente le lit de poudre comme un matériau homogène équivalent d'épaisseur  $e$ , de diffusivité  $\alpha$  et d'effusivité  $b$ . La condition limite sur le bloc de PVC, supposé semi-infini (temps caractéristique de diffusion  $t_{diff,PVC} \approx 10^4$  s pour un temps de mesure d'environ 800 s), permet de relier le flux et l'échauffement en face arrière par :

$$\bar{\varphi}(e + 2e_s, p_{Lp}) = x_3 \sqrt{p_{Lp}} \bar{\theta}(e + 2e_s, p_{Lp}), \text{ avec } x_3 = b_{PVC} \quad (4)$$

En développant l'équation (1) et en l'appliquant pour un échauffement de Laplace unitaire en face avant  $\bar{\theta}(0, p) = 1$ , l'échauffement de Laplace obtenu en face arrière  $\bar{\theta}(e + 2e_s, p_{Lp})$  correspond à la transmittance du système :

$$\bar{\theta}(e + 2e_s, p_{Lp}) = \left[ \cosh(\sqrt{x_1 p_{Lp}}) + \left( \frac{x_4}{x_2} \sqrt{p_{Lp}} + \frac{x_3}{x_2} \right) \sinh(\sqrt{x_1 p_{Lp}}) \right]^{-1} \quad (5)$$

$$\theta_{mod}(e + 2e_s, t) = \mathcal{L}^{-1} \{ \bar{\theta}(e + 2e_s, p_{Lp}) \} \otimes \theta_{mes}(0, t) \quad (6)$$

Sa transformée inverse de Laplace (effectuée avec l'algorithme de De Hoog [9]) fournit alors la réponse impulsionnelle modélisée du système en échauffement, en fonction du temps. L'échauffement modélisé en face arrière en fonction du temps  $\theta_{mod}(e + 2e_s, t)$ , est alors

calculé par convolution temporelle (notée  $\otimes$ ) entre cette réponse impulsionnelle et le thermogramme mesuré en face avant. Dans l'équation (5), on peut voir que la transmittance modèle du système ne dépend que de 4 paramètres :  $x_1$  et  $x_2$  sont respectivement le temps diffusif apparent et l'effusivité équivalente du lit de particules,  $x_3$  est l'effusivité du bloc de PVC et  $x_4$  est la capacitance surfacique d'une semelle de cuivre. Voici un ordre de grandeur pour les valeurs de ces paramètres,  $x_1 \approx 500$  s,  $x_2 \approx 400$  Jm<sup>-2</sup>K<sup>-1</sup>s<sup>-1/2</sup>,  $x_3 \approx 518$  Jm<sup>-2</sup>K<sup>-1</sup>s<sup>-1/2</sup>,  $x_4 \approx 3400$  J K<sup>-1</sup>m<sup>-2</sup>. Une étude de sensibilité montre que la capacitance surfacique des semelles  $x_4$  est un paramètre peu sensible du modèle, il sera donc fixé à sa valeur nominale. De plus, l'effusivité du porte-échantillon arrière en PVC a été mesurée par ailleurs, elle sera donc également fixée. Il reste donc seulement les deux paramètres  $x_1$  et  $x_2$  à estimer. La résolution du problème par méthode inverse consiste à minimiser l'écart entre les échauffements mesurés  $\theta_{mes}(e + 2e_s, t)$  et modélisés  $\theta_{mod}(e + 2e_s, t)$  en face arrière, en ajustant  $x_1$  et  $x_2$ . Pour minimiser cet écart, nous utilisons l'algorithme de Gauss-Newton. Les valeurs de  $x_1$  et  $x_2$  obtenues après minimisation, nous donnent  $\alpha$  et  $b$ , nous en déduisons la conductivité équivalente du lit  $\lambda = x_2 \sqrt{\frac{e^2}{x_1}} = b\sqrt{\alpha}$ .

Pour chaque paramètre estimé, une incertitude est calculée, elle correspond à l'addition de l'erreur due au bruit de mesure et à l'erreur due à la propagation des incertitudes des paramètres fixes supposés connus, qui est estimée à 10%. On constate que l'incertitude globale pour un paramètre correspond essentiellement à la propagation des incertitudes des paramètres fixes.

## 2.2. Mesure par micro tomographie à rayons X

Des mesures au micro tomographe à rayons X (Figure 2) ont été effectuées dans le but d'observer les différences géométriques et structurales, entre deux échantillons. Les deux échantillons sont positionnés l'un sur l'autre dans un tube de 3,3 cm de diamètre et sont séparés par une feuille de papier. L'image 3D après traitement est recadrée pour chaque échantillon sur une volume élémentaire représentatif égale à 500 × 500 × 500 voxels, pour une largeur de voxel égale à 1,5 μm. La Figure 3 est un exemple d'une image tomographique obtenue dans une coupe de l'échantillon  $r_1$ .

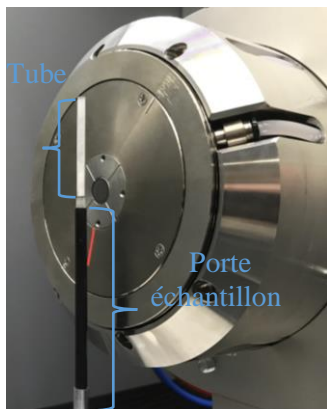


Figure 2 : Photo du canon du tomographe, du tube contenant l'alumine, du porte échantillon

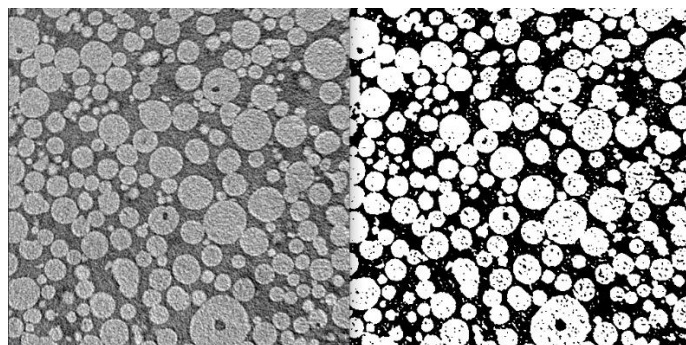


Figure 3 : Image tomographique d'une coupe de l'échantillon  $r_1$  (0,75mm de côté), avant (à gauche) et après (à droite) le traitement de séparation de la phase solide et de la phase fluide.

### 3. Modèle de conduction

L'écart de conductivité thermique, à porosités égales entre un milieu poreux connecté comme une mousse et non connecté comme un lit de poudre, peut varier d'un ou plusieurs ordres de grandeur. Les caractéristiques microstructurales, sont donc des éléments importants à prendre en compte. Par exemple, le ratio entre la conductivité thermique d'une mousse d'alumine [2] et nos mesures sur une poudre, est d'au moins 25. Afin d'expliquer cet écart, nous avons développé un modèle qui prend en compte les propriétés de la poudre à une échelle microscopique (la conductivité thermique du monocristal), mésoscopique (par la porosité intra-granulaire) et macroscopique (porosité inter-granulaire). Contrairement aux modèles habituels de conductivités thermiques dans les milieux poreux, qui sont souvent déduits de la description des transferts thermiques sur une géométrie très simplifiée de la microstructure, ou qui se basent sur la théorie des milieux effectifs donnant des résultats parfois à plusieurs ordres de grandeur de la mesure, notre modèle repose sur la théorie de la percolation [10], [11]. L'expression de la conductivité effective écrite avec notre modèle est la suivante :

$$\lambda_{e,mod} = \frac{\lambda_{cr} \times g(d_{cr}) \times (1 - p_a) \times (1 - p_r) \times f_c(p_c, p_r) + p \times \lambda_{air}}{\lambda_g} \quad (7)$$

$\lambda_{e,mod}$ ,  $\lambda_{cr}$ ,  $\lambda_g$ ,  $\lambda_{air}$ , représentent respectivement la conductivité thermique effective du lit de poudre, du monocristal, du grain et de l'air.  $d_{cr}$  correspond à la taille caractéristique d'un monocristal composant le grain.  $p$ ,  $p_a$ ,  $p_r$ ,  $p_c$ , sont respectivement la porosité effective, intra-granulaire, inter-granulaire et critique. La porosité critique est la porosité à partir de laquelle la connectivité des grains s'effondre, il s'agit du seuil de percolation thermique. Dans le cas de nos échantillons et de leur microstructure nous avons choisi de bloquer ce paramètre à  $p_c = 0,16$ . Cette valeur correspond au seuil de percolation pour un arrangement de sphères en cubique centrée, avec la prise en compte des premiers et seconds voisins [12]. Les facteurs  $(1 - p_a)$  et  $(1 - p_r)$  correspondent à la pondération du transfert thermique passant par la phase solide. La relation qui relie la porosité effective  $p$  à  $p_a$  et  $p_r$  est la suivante :

$$(1 - p) = (1 - p_a)(1 - p_r) \quad (8)$$

La fonction  $f_c$ , nous donne le facteur de réduction de la conductivité thermique dans la phase solide et provient directement de la théorie de la percolation. La conductivité du cristal pure d' $\alpha$ -alumine est considérée comme étant égale à  $\lambda_{cr} = 36,6$  W/(mK) à 293 K. Cette valeur est purement théorique [13]. Pour avoir la conductivité d'un grain de poudre, il faut connaître la taille des monocristaux qui composent les grains. En effet, plus la taille de ces cristaux est petite, plus il y a des joints entre ces cristaux, cela augmente la résistance thermique et diminue la conductivité globale d'un grain de poudre. La fonction  $g$  nous permet de calculer la réduction de la conductivité pour la phase solide d'un grain en fonction de la taille des monocristaux [14]. Dans le cas de l' $\alpha$ -alumine cette fonction s'écrit :

$$g(d_{cr}) = 1 - c \tan^{-1}(1/c) \text{ , avec } c = \sqrt{8,05 \times 10^{-9}/d_{cr}} \quad (9)$$

L'équation du modèle (7) peut-être raffinée selon l'échantillon étudié en modifiant les paramètres microstructuraux, pour prendre en compte par exemple la distribution de taille des pores, ou des grains. De plus, notre modèle est écrit pour l'étude d'une poudre pure, dans le cas d'une poudre hétérogène, il conviendrait de rajouter un terme pour la composition des phases de type EMT, par exemple.

En se servant d'un modèle classique comme celui de Aivazov et Domashnev, on arrive à prédire environ 93% de la dégradation de la conductivité thermique de notre échantillon comparée à la valeur de conductivité du cristal pur  $\lambda_{cr}$  [15], [16]. Avec notre modèle nous arrivons à prévoir 99,7% de la dégradation, ce qui est nettement meilleur.

	Aivazov et Domashnev	Notre modèle
Expression des modèles	$\lambda_{AD} = \frac{1-p}{1-8p^2} \lambda_{cr}$	$\lambda_{e,mod} (7)$
Prédiction de la dégradation de la conductivité thermique $(\lambda_{cr} - \lambda_{mod})/(\lambda_{cr} - \lambda_{mes})$	~93%	~99,7%

Tableau 1 : Comparaison des capacités prédictives de la dégradation de la conductivité thermique entre notre modèle et celui de Aivazov et Domashnev

## 4. Résultats

### 4.1. Influence de la taille des grains

Afin d'observer l'influence de la taille des grains, nous avons étudié 5 échantillons de poudres (Tableau 2), dont la taille médiane varie entre 1,35  $\mu\text{m}$  et 65,8  $\mu\text{m}$ . Ces échantillons proviennent du même fournisseur et sont issus du même procédé de fabrication. La porosité effective est un paramètre qui influe significativement sur la conductivité thermique effective d'un lit de poudre. Pour les échantillons  $c_2, c_3, c_4, c_5$ , elle est fixe et environ égale à 66%. Nous considérons aussi le diamètre des cristaux qui composent les grains, fixe et égal à 0,1  $\mu\text{m}$  (estimation faite au MEB). Les mesures des diamètres médians  $d_{50}$ , sont réalisées avec un granulomètre laser en voie humide. Le paramètre  $d_{50}$  correspond à la valeur médiane de la distribution des tailles de grains pondérées en volume. La masse  $m$  est mesurée avec une balance avant d'insérer l'échantillon dans l'enceinte. La porosité effective du lit  $p$ , est calculée comme suit :

$$p = 1 - \frac{\rho}{\rho_{cr}} \text{ avec } \rho = m/V \text{ la densité effective de l'échantillon} \quad (10)$$

	n°	Diamètre médian des grains de poudre : $d_{50}$	Diamètre des cristaux : $d_{cr}$	Porosité effective $p$	Porosité inter-granulaire	Epaisseur du lit : $e$
		$\mu\text{m}$	$\mu\text{m}$	%	%	mm
Grain sphérique creux	$c_1$	1,35		83,4	<i>non mesurée</i>	10,0 $\pm$ 0,5
	$c_2$	4,93		64,5	<i>non mesurée</i>	
	$c_3$	23,3	0,1	66,1	<i>non mesurée</i>	
	$c_4$	44,8	0,1	66	<i>non mesurée</i>	
	$c_5$	65,8	0,1	66,6	40,5%	
Grain sphérique plein	$r_1$	56,4	0,1	70	37%	10,0 $\pm$ 0,5

Tableau 2 : Propriétés des lits de poudres

Les mesures de conductivité thermique nous montrent (Figure 4) que pour une diminution de taille de grains médian de 65,8 à 4,93  $\mu\text{m}$ , la conductivité thermique est divisée par 2,5. Il semblerait donc que la conductivité thermique d'un même type de poudre décroisse avec la taille médiane des grains. En réalité, c'est l'incertitude sur la valeur de la porosité inter-granulaire qui explique cette différence. La Figure 4, compare les mesures aux valeurs prédites par notre modèle. La porosité inter-granulaire est une donnée que nous avons mesurée au microtomographe pour les deux échantillons  $c_5$  et  $r_1$  de la Figure 4. Les losanges bleus et magentas correspondent aux valeur prédites par notre modèle en connaissant la porosité  $p_r$ . En connaissant cette donnée microstructurale, nous expliquons l'écart entre  $r_1$  et  $c_5$  mais aussi pour tous les autres points. Dans le cas de  $r_1$  et  $c_5$ , le modèle donne des valeurs très proches de la barre d'erreur de la mesure. La Figure 4 montre la grande sensibilité de notre modèle, et de la conductivité thermique d'une poudre, à la porosité inter-granulaire. Nous pouvons ajouter que



le choix des paramètres fixés dans l'élaboration du modèle (par exemple  $p_c$ ) est discutable et ajustable en fonction de la configuration du cas étudié.

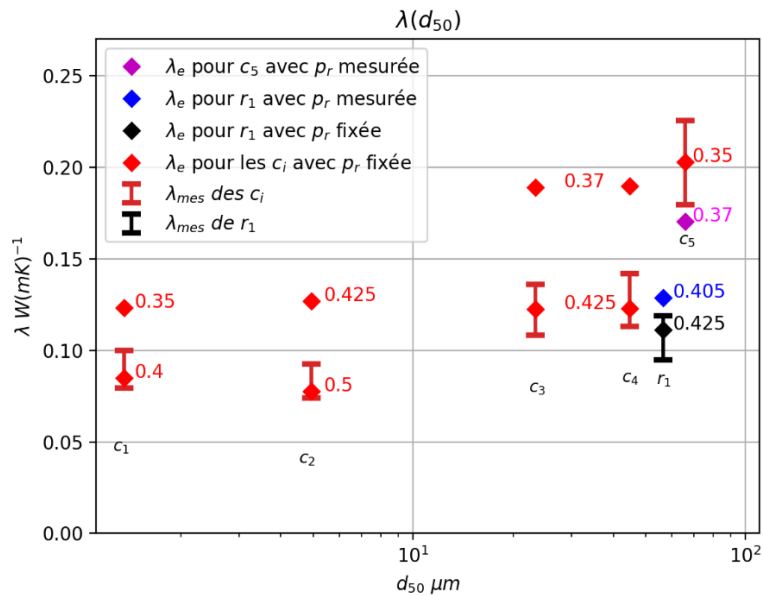


Figure 1 : Conductivités thermiques mesurées et prédites par notre modèle en fonction de la taille moyenne des grains, les valeurs à côté des losanges correspondent aux valeurs de porosités inter-granulaires utilisées pour le calcul du modèle

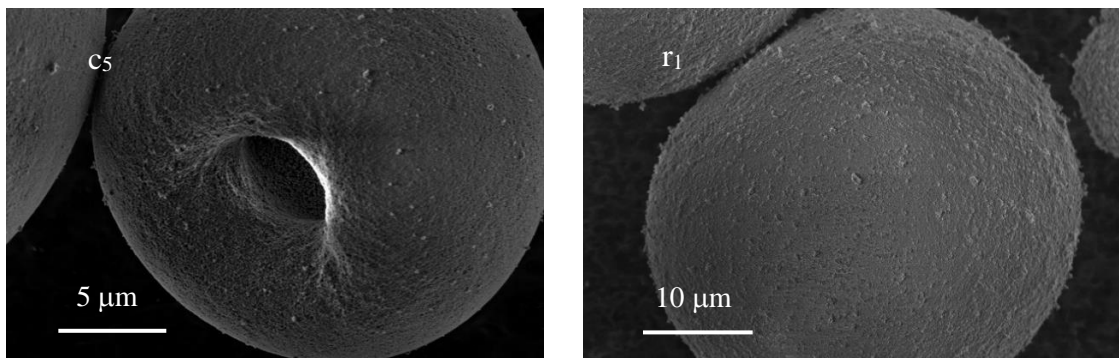


Figure 5 : Images MEB de deux grains appartenant aux deux types de poudres étudiées, pour les correspondances des indices  $c_5$ ,  $r_1$  voir tableau 2

## 5. Conclusion

L'étude de la conductivité thermique de poudres d'alumine nous a permis de relever des paramètres microscopiques, mésoscopiques et macroscopiques importants pour le transfert de chaleur dans les milieux poreux non connectés. La conductivité d'un grain d'une poudre ne peut pas être approximée par celle du cristal pur. Les cristaux qui composent les grains ont des joints entre eux qui ajoutent de la résistance thermique, la conductivité globale du grain diminue alors lorsque leur nombre augmente. La porosité intra-granulaire est un paramètre mésoscopique qui réduit la conduction effective d'un grain. Les paramètres les plus impactant sont l'arrangement des grains entre eux et la porosité inter-granulaire. Ce sont ces paramètres, qui selon la théorie de la percolation, réduisent la conductivité thermique totale du milieu. En effet, si la porosité inter-granulaire dépasse le seuil de percolation, on a un effondrement de la conductivité thermique effective du milieu. Avec la connaissance de la porosité inter-granulaire de deux échantillons de poudres d'alumine, nous avons réussi à prédire 99,7% de la dégradation de la conductivité thermique comparée au cristal pur.

## Références

- [1] J. Francl et W. D. Kingery, « Thermal conductivity: IX, experimental investigation of effect of porosity on thermal conductivity », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 37, n° 2, p. 99-107, 1954, doi: <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.1954.tb20108.x>.
- [2] V. Sciamanna, B. Nait-Ali, et M. Gonon, « Mechanical properties and thermal conductivity of porous alumina ceramics obtained from particle stabilized foams », *Ceram. Int.*, vol. 41, n° 2, p. 2599-2606, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.10.011>.
- [3] T. Shimizu, K. Matsuura, H. Furue, et K. Matsuzak, « Thermal conductivity of high porosity alumina refractory bricks made by a slurry gelation and foaming method », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 33, n° 15-16, p. 3429-3435, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.07.001>.
- [4] D. S. Smith *et al.*, « Thermal conductivity of porous materials », *J. Mater. Res.*, vol. 28, n° 17, p. 2260-2272, 2013, doi: <https://doi.org/10.1557/jmr.2013.179>.
- [5] M. J. Laubitz, « Thermal conductivity of powders », *Can. J. Phys.*, vol. 37, n° 7, p. 798-808, 1959, doi: <https://doi.org/10.1139/p59-086>.
- [6] A. J. Slavin, V. Arcas, C. A. Greenhalgh, E. R. Irvine, et D. B. Marshall, « Theoretical model for the thermal conductivity of a packed bed of solid spheroids in the presence of a static gas, with no adjustable parameters except at low pressure and temperature », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 45, n° 20, p. 4151-4161, sept. 2002, doi: [10.1016/S0017-9310\(02\)00117-5](https://doi.org/10.1016/S0017-9310(02)00117-5).
- [7] S. A. Van Norman, J. W. Tringe, J. D. Sain, R. Yang, J. L. Falconer, et A. W. Weimer, « Using atomic layer deposited tungsten to increase thermal conductivity of a packed bed », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 106, n° 15, p. 153102, avr. 2015, doi: [10.1063/1.4917309](https://doi.org/10.1063/1.4917309).
- [8] D. Maillet, Y. Jannot, et A. Degiovanni, « Analysis of the estimation error in a parsimonious temperature-temperature characterization technique », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 62, p. 230-241, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2013.02.055>.
- [9] F. R. De Hoog, J. H. Knight, et A. N. Stokes, « An improved method for numerical inversion of Laplace transforms », *SIAM J. Sci. Stat. Comput.*, vol. 3, n° 3, p. 357-366, 1982, doi: <https://doi.org/10.1137/0903022>.
- [10] A. E. Gheribi, J.-L. Gardarein, F. Rigollet, et P. Chartrand, « Evidence of second order transition induced by the porosity in the thermal conductivity of sintered metals », *APL Mater.*, vol. 2, n° 7, p. 076105, 2014, doi: <https://doi.org/10.1063/1.4886221>.
- [11] A. E. Gheribi, J.-L. Gardarein, E. Autissier, F. Rigollet, M. Richou, et P. Chartrand, « Experimental study of the thermal conductivity of sintered tungsten: Evidence of a critical behaviour with porosity », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 107, n° 9, p. 094102, 2015, doi: <https://doi.org/10.1063/1.4929717>.
- [12] G. R. Jerauld, L. E. Scriven, et H. T. Davis, « Percolation and conduction on the 3D Voronoi and regular networks: a second case study in topological disorder », *J. Phys. C Solid State Phys.*, vol. 17, n° 19, p. 3429-3439, juill. 1984, doi: [10.1088/0022-3719/17/19/017](https://doi.org/10.1088/0022-3719/17/19/017).
- [13] A. E. Gheribi et P. Chartrand, « Application of the CALPHAD method to predict the thermal conductivity in dielectric and semiconductor crystals », *Calphad*, vol. 39, p. 70-79, déc. 2012, doi: [10.1016/j.calphad.2012.06.002](https://doi.org/10.1016/j.calphad.2012.06.002).
- [14] A. E. Gheribi et P. Chartrand, « Effect of Grain Boundaries on the Lattice Thermal Transport Properties of Insulating Materials: A Predictive Model », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 98, n° 3, p. 888-897, 2015, doi: <https://doi.org/10.1111/jace.13338>.
- [15] M. I. Aivazov et I. A. Domashnev, « Influence of porosity on the conductivity of hot-pressed titanium-nitride specimens », *Sov. Powder Metall. Met. Ceram.*, vol. 7, n° 9, p. 708-710, sept. 1968, doi: [10.1007/BF00773737](https://doi.org/10.1007/BF00773737).
- [16] S. K. Rhee, « Porosity—Thermal conductivity correlations for ceramic materials », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 20, p. 89-93, 1975, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(75\)90134-2](https://doi.org/10.1016/0025-5416(75)90134-2).