



HAL
open science

Caractérisations thermiques des matériaux semi-transparents à hautes températures

Vincent Schick

► **To cite this version:**

Vincent Schick. Caractérisations thermiques des matériaux semi-transparents à hautes températures. Matériaux. Université de lorraine, 2024. tel-04467512

HAL Id: tel-04467512

<https://hal.science/tel-04467512v1>

Submitted on 20 Feb 2024

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.

Mémoire scientifique

Présenté pour obtenir

L'HABILITATION À DIRIGER DES RECHERCHES

Spécialité : Energie et Mécanique

Par Vincent SCHICK

Caractérisations thermiques des matériaux semi-transparents à hautes températures

Université de Lorraine

Soutenue le 15 février 2024 (*sous réserve d'avis favorable des rapporteurs*)
devant le jury composé de

Rapporteurs :	Marie DUQUESNE	La Rochelle Université	Professeur
	Jean-Laurent GARDAREIN	Université Aix Marseille	Professeur
	Nadjib SEMMAR	Université d'Orléans	Professeur
Examineurs :	Jean-Luc BATTAGLIA	Université de Bordeaux	Professeur
	Benjamin REMY	Université de Lorraine	Professeur
	Agnès DELMAS	INSA de Lyon	Maitre de conférence HDR
Invité :	Yves JANNOT	CNRS	Ingénieur de recherche Émérite

Introduction

Ce document synthétise mon apport à l'évolution des techniques de caractérisation thermique des matériaux et systèmes. Ce domaine est vaste, il s'étend de la détermination des propriétés thermophysiques de matériaux à l'identification paramétrique des systèmes thermiques multi-composants. Le principe général de ces méthodes consiste à appliquer une perturbation thermique à un système et à analyser la réponse thermique pour en déduire ses paramètres thermiques. Concrètement, pour ce qui est de la mesure des propriétés thermophysiques d'un matériau, on va soumettre un échantillon à une excitation (ou à un gradient) thermique et identifier la propriété recherchée par méthode inverse [1]. Pour cela, on ajuste un modèle de comportement du système par variations de paramètres grâce à la variation temporelle (ou le profil spatial) de la réponse thermique. L'exemple le plus connu est la méthode Flash [2] qui permet d'identifier la diffusivité thermique d'un matériau, en étudiant le profil temporel de la température d'un échantillon soumis à un Dirac de flux.

Ma contribution à la métrologie thermique a débuté lors de mon stage de DEA en 2007 et s'est poursuivie par mes travaux de thèse, au sein du département TREFLE du laboratoire I2M-Bordeaux de l'Université de Bordeaux. Ces activités de recherche portaient sur la mesure de conductivité thermique de couches minces submicrométriques à hautes températures par radiométrie photothermique (méthode modulée) et méthode pompe sonde résolue en temps. J'ai ensuite poursuivi mes travaux au sein du laboratoire LEMTA (UMR CNRS 7563) en tant que post-doctorant CNRS sur la mesure des propriétés thermiques de liquides et verres silicatés à hautes températures pour Saint Gobain Recherche. Ce travail a été pérennisé par ma nomination en 2012 en tant que maître de conférences de l'Université de Lorraine rattaché au LEMTA et à l'école des Mines de Nancy. En tant qu'enseignant du département énergie de cette composante, je suis affecté à l'enseignement des transferts thermiques et de la thermodynamique. J'ai ainsi pu perfectionner les méthodes de mesures de diffusivités thermiques à très hautes températures de matériaux anisotropes, minces, liquides, semi-transparents ou hétérogènes à hautes températures qui font l'objet d'un développement dans ce document.

En parallèle de ces activités de métrologie, je me suis intéressé à la caractérisation thermique des systèmes via l'utilisation de modèles paramétriques de type ARX ou de modèles convolutifs pour diverses applications telles que la régulation de fours industriels, l'estimation de flux et température de parois dans des procédés de mise en forme et la détection précoce d'encrassement dans des boucles fluides. Cet aspect de ma recherche sera abordé et valorisé dans le cadre du projet que je développe : la mise au point de systèmes de captage de la chaleur fatale rayonnée par des absorbeurs volumiques poreux couplés à des dispositifs de stockage de chaleur à base de lits fluidisés. En effet, la quantification des transferts peut se faire par identification d'impédance ou autre modèle paramétrique. Cet axe sera présenté dans mon projet de recherche développé en fin de document.

Enfin, toutes mes activités de recherche sont réalisées en étroite collaboration avec des partenaires industriels répondant à leurs besoins d'application. Parmi ces nombreux partenaires, qui vont de PME régionales aux grands groupes industriels, on peut notamment citer:

- Saint Gobain, Safran et le CEA pour la détermination des propriétés thermophysiques des matériaux,
- Fives Cryo et Pochet de Courval pour l'utilisation de modèles paramétriques pour le pilotage de procédés hautes températures,
- Arcelor, Vallourec, Ascometal via l'IRT M2P pour l'identification de flux et température de parois.

Toutes les études présentées ont permis de pérenniser ces partenariats et d'aboutir à la création d'un laboratoire commun avec Saint Gobain recherche, le LEMTA et le CEMHTI : le laboratoire commun CANOPEE.

Ce document présente mon curriculum vitae puis une synthèse de mes activités d'enseignement, d'encadrement, de responsabilités collectives et ma production scientifique. Il décrit aussi ma contribution à la mesure de propriétés thermiques de matériaux semi-transparentes à hautes températures. Enfin, les axes de recherche que je projette de développer au cours des prochaines années sont développés dans la dernière partie.

Sommaire

Introduction	3
Sommaire.....	5
Nomenclature.....	8
1. Curriculum Vitae	12
2. Activités d'enseignement	13
2.1 Ingénieur Civil des Mines	13
2.1.1 Activités pédagogiques en cours	13
2.1.2 Anciennes activités pédagogiques	15
2.2 Ingénierie de la conception - génie mécanique	16
2.3 Ingénieur spécialisé génie industriel et matériaux.....	16
2.4 Mastère spécialisé.....	17
2.5 Ecole nationale supérieure d'électricité et de mécanique.....	17
2.6 Responsabilités pédagogiques	17
2.6.1 Responsable pédagogique du parcours industrie.....	17
2.6.2 Chargé de mission recrutement	18
2.7 Bilan et perspectives des activités pédagogiques	18
3. Encadrement et responsabilités collectives	20
3.1 Co-encadrements de Masters.....	20
3.2 Codirections de Thèses.....	22
3.3 Co-encadrements de thèses (sans ACT)	25
3.4 Supervision de chercheurs post-doctoraux	27
3.5 Supervisions de missions d'ingénieurs d'études et de recherche	29
3.6 Supervisions de stage de BTS instrumentation	30
3.7 Participation à des jurys de thèse.....	31
3.8 Porteur de projets.....	32
3.8.1 Projet iDEMO BPI/Région Grand Est JUMBRAS 2023-2027	32
3.8.2 Projet IRT M2P RESEM4 IMOX 2022-2023 (ANR).....	33
3.8.3 Projet FEDER/Région LORRAINE Ephastos 2014-2020	34
3.9 Résumé des projets de recherche.....	36
3.10 Responsabilité collective	37
3.11 Rayonnement scientifique	37

4.	Focus scientifique : mesure des propriétés thermiques de matériaux semi-transparents ..	39
4.1	Préambule : Mesure de propriétés thermiques sur des couches minces opaques.....	40
4.1.1	Dispositifs expérimentaux	40
4.1.2	Modélisation du transport de la chaleur dans les couches minces.....	44
4.1.3	Résultats : Estimation des propriétés thermiques des couches minces	47
4.1.4	Bilan de ces travaux.....	49
4.2	Caractérisation des barrières thermiques à hautes températures	50
4.2.1	Contexte de l'étude	50
4.2.2	Stratégie expérimentale	51
4.2.3	Modélisation des transferts thermiques	54
4.2.4	Résultats : conductivité thermique des barrières thermiques à hautes températures.....	56
4.2.5	Bilan et perspectives	60
4.3	Mesure de conductivités thermiques des liquides thermiques à hautes températures.....	61
4.3.1	Contexte de l'étude	61
4.3.1	Dispositif expérimental.....	62
4.3.2	Modélisation des transferts thermiques	63
4.3.3	Estimations de la conductivité thermique phonique des liquides silicatés	68
4.3.4	Bilan et perspectives	72
4.4	Mesure de conductivité thermique des isolants à hautes températures	73
4.4.1	Méthode CFM.....	73
4.4.2	Méthode 4L.....	75
4.4.3	Méthode fil chaud parallèle	78
4.4.4	Bilan et perspectives	81
4.5	Caractérisation des mousses poreuses à hautes températures	83
4.5.1	Contexte de l'étude	84
4.5.2	Stratégie expérimentale	86
4.5.3	Modélisation du couplage conducto-radiatif	88
4.5.4	Estimations de la conductivité thermique phonique des mousses céramiques.....	92
4.5.5	Bilan et perspectives	95
4.6	Bilan et perspectives : vers de plus hautes températures ?.....	98
5.	Projet de recherche	99
5.1	Plateforme de caractérisations thermique et optique à hautes températures	100
5.2	Axes 1 : Caractérisation thermique des matériaux complexes à très hautes températures	

5.3 Axes 2 : Identification de modèles paramétriques pour l'optimisation énergétique des procédés hautes températures	105
5.4 Axes 3 : Captage/stockage de la chaleur à hautes températures	107
5.5 Laboratoire commun CANOPEE	110
6. Production scientifique	111
6.1 Articles publiés avec comité de lecture	111
6.2 Conférences Internationales	114
6.3 Conférences nationales	115
6.4 Séminaires invités.....	117
Conclusion.....	118
Références bibliographiques.....	119

Nomenclature

Sigles/Abréviations

Notation	Description
1D	Unidimensionnel
2D	Bidimensionnel
3D	Tridimensionnel
ADEME	Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie
ANDRA	Agence Nationale pour la gestion des Déchets RAdioactifs
APS	Atmospheric Plasma Spraying
APY	Acoustic PhYsique
ARX	Auto Regressive model with eXternal inputs
BPI	Banque Publique d'Investissement
BUT	Bachelor Universitaire de Technologie
CANOPEE	enjeu CARbone : matériaux inNOvants pour des Procédés Economes en Energie
CCMP	Concours Commun Mines Pont
CEA	Commissariat à l'Energie Atomique et aux énergies alternatives
CEMHTI	Conditions Extrêmes et Matériaux : Haute Température et Irradiation
CFM	Comparative Flumetric Method
cfc	Cubique face centrée
CERTES	Centre d'Études et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes
CESI	Centre des Etudes Supérieures Industrielles
CIFRE	Conventions Industrielles de Formation par la REcherche
CPGE	Classe Préparatoire aux Grandes Ecoles
CTIF	Centre Technique des Industries de la Fonderie
CUPGE	Cycle Universitaire Préparatoire aux Grandes Ecoles
DEA	Diplôme d'Etude Approfondi
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage
ENSEM	École Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique
EB-PVD	Electron Beam - Physical Vapor Deposition
EFR SIMPLE	European Sodium Fast Reactor – Safety by Innovative Monitoring, Power Level flexibility
EPIC	Etablissement Public de Caractère Industriel et Commercial
ETR	Equation du transfert radiatif
FEDER	Fonds Européen de DEveloppement Régional
GEI	Grandes Ecoles d'Ingénieurs
GHP	Garded Hot Plate (Plaque Chaude Gardée)
hcp	Hexagonal compact
IMASQUE	Méthodes inverses pour l'estimation de flux de refroidissement lors de trempe
IMOX	Trempe, Méthodes Inverses et OXYdation
ICEEL	Institut Carnot Énergie et Environnement en Lorraine
INP	Institut National Polytechnique
IRT M2P	Institut de Recherche Technologique Matériaux Métallurgie et Procédés
I2M-Bordeaux	Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux
IR	Infrarouge
ISO	International Organization for Standardization

JUMBRAS	JUMeau numérique d'un procédé de BRASage
LAMIH	Laboratoire d'Automatique, de Mécanique et d'Informatique Industrielles et Humaines
LEMTA	Laboratoire Énergies & Mécanique Théorique et Appliquée
LFA	Laser Flash Apparatus
LNE	Laboratoire Nationale de métrologie et d'Essais
LUE	Lorraine University of Excellence
MATICS	MATériaux Innovants pour des CelluleS de batteries
MCMET	Méthodes de Monte Carlo pour la Transition Energétique
METEOR	METamatEriaux céramiques pour l'optimisation des propriétés Optiques et Radiatives à haute température
MEPP	Master Energie Procédé Produit
METTI	MEsures Thermiques et Techniques Inverses
MMC	Méthode Monte Carlo
MVF	Méthode des Volumes Finis
OS	Opération Scientifique
PIA	Plan d'Investissement d'Avenir
PRAM	Phase-change Random Access Memory
PHW	Parralel Hot Wire (Fil Chaud Parallèle)
PPI	Pouce Per Inch
RDFI	Radiative Distribution Function Identification
RESEM4	RESSources EMergentes 4
RTC	Résistance Thermique de Contact
SCEI	Service de Concours Ecoles d'Ingénieurs
SIMPPE	Sciences et Ingénieries des Molécules, des Produits, des Procédés et de l'Energie
SPS	Suspension Plasma Spraying
THERMOUSSE	Etude des échanges THERmiques pour la récupération de la chaleur fatale à l'aide de MOUSSEs métalliques
TPIL	Techniques Physiques pour l'Industrie et le laboratoire
TREFLE	département Transferts Fluides Energétique
TRL	Technology Readiness Level
VER	Volume Élémentaire Représentatif

Lettres latines

Notation	Description	Unité
A	Diffusivité thermique	$(\text{m}^2.\text{s}^{-1})$
C_p	Capacité calorifique massique	$(\text{J}.\text{kg}^{-1}.\text{K}^{-1})$
E	Épaisseur	(m)
F	Fréquence	(s^{-1})
H	Coefficient d'échange	$(\text{W}.\text{m}^{-2}.\text{K}^{-1})$
J_i	Fonction de Bessel d'ordre i	(-)
K	Conductivité thermique	$(\text{W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1})$
K_i	Fonction de Bessel d'ordre i (modifiée deuxième espèce)	(-)
I	Luminance	$\text{W}.\text{m}^{-2}$
L	Longueur	m
M	Masse	kg
N	Indice de réfraction	(-)
P	Variable de Laplace	s^{-1}
q et Q_0	Flux déposé	$\text{W}.\text{m}^{-2}$
q_r	Fux radiatif	$\text{W}.\text{m}^{-2}$
R	Résistance Thermique	$\text{K}.\text{W}^{-1}$
R	Rayon	m
S	Surface	m^2
T	Température	K
Z	Impédance thermique	$\text{K}.\text{W}^{-1}$

Lettres grecques

Notation	Description	Unité
B	Coefficient d'extinction optique	(m^{-1})
ε	Émissivité	(-)
ϵ	Porosité	(-)
λ	Longueur d'onde	(m)
P	Masse volumique	$(\text{kg}.\text{m}^{-3})$
Φ	Flux (espace de Laplace)	(Ws)
Φ	Flux	(W)
κ_a	Coefficient d'absorption	(m^{-1})
κ_d	Coefficient de diffusion	(m^{-1})
Θ	Température (Laplace)	(Ks)
Σ	Constante de Stefan Boltzman	$5.67.10^{-8} \text{W}.\text{m}^{-2}.\text{K}^{-4}$
τ_0	Épaisseur optique	(-)
Ω	Angle solide	st

Indices et exposants

Notation	Description
3d	Tridimensionnel
app	Apparent
b	Corps noir
d	Dépôt
eq	Equivalent
far	Face arrière
fav	Face avant
l	Liquide
p	Paroi
ph	Phonique
r	Radiatif
ref	Référence
s	Substrat
std	Standard
th	Thermique
t	Transducteur
∞	Infini
w	Wire
0	Corps noir

1. Curriculum Vitae



Vincent SCHICK

Maitre de Conférence Université de Lorraine depuis 2012
Mines Nancy : Département énergie
LEMETA : OS Gestion de la chaleur

Mot clé

Caractérisation thermique des matériaux – haute température – matériaux semi-transparents – Couche mince – récupérateur de chaleur – transferts thermiques couplés – transfert thermique dans les procédé haute température – thermographie – pyrométrie – modèle paramétrique – instrumentation – calorimétrie – diffusivimétrie – matériau isolant et réfractaire

CONTACT

☎ 03 72 74 43 03

✉ Vincent.schick@univ-lorraine.fr

Discipline enseignée

- Transfert thermique
- Phénomène de transport
- Thermodynamique
- Machine thermique
- Statistique industrielle
- Métrologie thermique
- Méthode numérique
- Projet industriel

Compétences

- Instrumentation et métrologie thermique
- Logiciel : Matlab, FlexPDE, COMSOL, matematica, pack Office, Labview

Activité de recherche

Responsable plateforme de caractérisation thermique LEMTA (Laboratoire Energie & Mécanique théorique et appliquée) Plug In Labs Lorraine

- Mesure de diffusivité, de conductivité et de capacité thermique à haute température
- Mesures de température avec et sans contact (thermographie et pyrométrie)
- Mesure thermique sur matériaux complexes (anisotropes, hétérogènes, poreux, semi-transparents)
- Modélisations analytiques et numériques des transferts thermiques couplés dans les procédés hautes températures
- Etude pilote sur matériaux récupérateurs de chaleur

Encadrement de doctorants, post-doctorants et stagiaires

Post-doctorants

- Lea Pennazi 2021-2023 : LabCom CANOPEE
Mesure de propriétés thermiques d'isolant réfractaire à haute température
- Waseem Al Haddad 2016/2018 : projet Ephaistos (Région/Fives)
Détection précoce d'encrassement dans les échangeurs par identification de fonctions de transferts.
- Thomas Varé 2021-2025 : IRT M2P RESEM4 2022 IMOX et projet BPI-Région PIA Fives Cryo 2023-2017

Doctorants

- Kamal Enass 2024 : (CIFRE/LabCom CANOPEE) co-dirigé 50%
Mesure de températures et de flux thermiques sur des matériaux semi-transparents à haute température par méthodes multi-spectrales
 - Adrien Barthélémy 2024 (CIFRE/Fives Cryo) co-dirigé 50%
Modélisation des phénomènes thermiques au sein d'un four de brasage
 - Celien Zacharie 2020 : (CIFRE/Fives Cryo co-dirigé 50%
Modélisation des transferts thermiques instationnaires par modèles paramétriques : application à un four industriel de brasage d'échangeur sous vide
 - Morgan Sans 2019 : (Ministère) co-dirigé 50%
Caractérisation des propriétés thermophysiques de mousses céramiques à haute température
 - Raj Konduru 2023: (Région) co-encadré
Échangeur poreux pour la récupération de chaleur à haute température
 - Johann Meulemans 2016-2018 (Saint Gobain) : co-encadré
Caractérisation des propriétés thermiques de liquides semi-transparents à haute température : application aux liquides silicatés
 - Benjamin Bernard 2016 (CEA/SAFRAN) co-encadré
Barrières thermiques par projection plasma de suspensions : développement et caractérisation de microstructures à faible conductivité thermique
- 5 stagiaires de M2 Energie, 2 stagiaires BTS instrumentation

Projet de recherche porté

- Projet BPI-Région PIA Fives Cryo 2023-2017
Mise au point d'un jumeaux numériques et utilisation de modèle autorégressif pour le pilotage d'un procédé de brasage
- Projet IRT M2P RESEM4 2022 IMOX
Développement des méthodes inverses pour l'estimation du flux thermique lors d'une trempe avec prise en compte des effets métallurgiques
- Projet FEDER Région Ephaistos 2014-2019
Instrumentation et détection précoce d'encrassement dans des échangeurs Inox hautes températures par identification de modèles paramétriques

Collaboration industrielle

- Fives Cryo, Safran, CEA, Pochet du Courval, Saint Gobain recherche (laboratoire Commun CANOPEE)

Rayonnement scientifique

Statistique scopus : H=8 32 publications
Membre : Société Française de Thermique, GDR Tamarys, groupe Metti, Eurotherm

Formation

2011 | Université de Bordeaux
Doctorat mécanique-énergétique, I2M Bordeaux
Métrologie thermique laser à haute température et à l'échelle submicrométrique : applications microélectroniques aux mémoires à changement de phase (PRAM)

2007 | Université de Bordeaux
Diplôme d'ingénieur physico-chimiste (ENSCPB)

2007 | Université de Bordeaux
DEA Chimie

2. Activités d'enseignement

Maître de Conférences à l'Université de Lorraine, je suis affecté depuis ma nomination en 2012, à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Nancy et rattaché au département énergie de cette composante. J'y enseigne dans la thématique de la thermodynamique et des transferts thermiques. Mines Nancy dispense 4 formations :

- **Formation Ingénieur Civil des Mines (ICM)** : forme des ingénieurs généralistes en trois ans post-prépa (CPGE, GEI, prépa des INP et CUPGE). Après une première année de tronc commun, les étudiants peuvent effectuer un parcours dans les domaines des mathématiques appliquées, de l'informatique des géosciences/génie civil, des matériaux ou de l'énergie sur les deuxième et troisième années.
- **Formation Ingénieur de spécialité Génie Industriel et Matériaux (GIM)** forme des ingénieurs recrutés après BUT principalement spécialisés dans le domaine des matériaux et des techniques de production industrielle permettant la réalisation de produits manufacturés.
- **Formation Ingénierie de la Conception (IC) – Génie Mécanique** forme des ingénieurs (formation sous statut étudiant ou apprenti) spécialisés dans la conception de nouveaux produits pour les secteurs de la plasturgie et de la mécanique. Les étudiants sont recrutés sur dossier BUT/BTS Génie Mécanique.
- **Mastère spécialisé (gestion des déchets, design global, cybersécurité, reprenariat)** qui permet à des diplômés de master ingénieur de se spécialiser dans une demande de compétence précise.

J'interviens dans chacune de ces formations pour des enseignements en lien avec la thématique de l'énergie en général et des transferts de chaleur en particulier.

2.1 Ingénieur Civil des Mines

2.1.1 Activités pédagogiques en cours

Cours de thermodynamique des machines 21h CM/an depuis 2012 (« conversion énergétique ») *deuxième année au sein du département énergie* :

Sur la base de la thermodynamique des systèmes ouverts et fermés, on explique le fonctionnement des éléments permettant la conversion de l'énergie thermique et leurs applications technologiques (turbines à vapeur et à gaz, moteurs à combustion interne et externe, pompe à chaleur et machine frigorifique...).

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/pages/viewpage.action?pageId=402014606>

Travaux dirigés de couches limites et rayonnements 14h TD/an depuis 2016 *deuxième année au sein du département énergie* :

Travaux dirigés sur la base des transferts convectifs à travers une couche et sur la base du transfert par rayonnement thermique (grandeurs optiques et thermiques totales et spectrales, émissivité, loi de Planck, facteurs de forme, analogie électrique).

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/display/minesnancyfcm/Rayonnement+et+couches+limites>

Travaux dirigés de phénomènes de transport 14hTD/an depuis 2016 *deuxième année au sein du département énergie* :

Travaux dirigés consacrés à l'étude des transferts de chaleur et de masse via l'utilisation de bilans globaux et de bilans différentiels.

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/pages/viewpage.action?pageId=402001642>

Travaux dirigés de Transformation de la matière et de l'énergie 40hTD/an depuis 2012 : *tronc commun scientifique de première année*. Travaux dirigés sur deux thèmes liés à l'énergétique.

- Transformations de l'énergie dans les systèmes non idéaux : introduction aux transferts de chaleur, thermodynamique des systèmes ouverts, rendements (isentropique, énergétique, exergetique), systèmes de conversion industrielle de l'énergie
- Transformation de la matière : aspect énergétique lié à l'évolution et la stabilité de la matière et des interfaces, notions d'équilibre.

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/pages/viewpage.action?pageId=402005212>

Projet d'initiation : Tronc commun, *projet de première année* :

L'objectif des projets de ce module est de mettre les étudiants dans des situations de conduite de projet permettant de structurer une réponse concrète à une problématique complexe et parfois évolutive. Projet reconduit chaque année depuis 2020 sur deux thèmes :

- « Renouvellement et qualité de l'air à Mines Nancy »
- « Efficacité thermique d'un bâtiment : mesure de déphasage »

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/display/minesnancyfcm/Projets+1+A>

Projet industriel : Département énergie, *projet de deuxième année*

Les projets industriels, appelés aussi « parcours industrie » permettent aux étudiants de se confronter au monde technico-économique. Il s'agit d'une activité pédagogique en mode projet visant à répondre à une problématique industrielle scientifique ou technologique. Les étudiants impliqués dans le parcours industrie ont la charge d'une problématique, en groupe (de 2 à 4 étudiants maximum, 1,5j/semaine durant 1 an) avec un périmètre résolument "ingénierie", confié par des entreprises partenaires. J'ai proposé et supervisé 5 projets, 4 d'entre eux sont directement en lien avec mon activité de recherche partenariale industrielle :

- Fives Cryo (3 sujets proposés sur la modélisation des transferts thermiques dans un procédé de brasage sous vide) :
 - 1 en appui de la thèse CIFRE de Célien Zacharie
 - 1 en appui de la thèse CIFRE d'Adrien Barthélémy
 - 1 en appui du projet JUMBRAS
- Saint Gobain Recherche (1 sujet proposé : Etude des transferts hygrothermiques dans une paroi de bâtiment via des algorithmes de réseau de neurones, projet Energie/math), donnée dans le cadre du Labcom CANOPEE
- CEA (1 sujet proposé : Mise au point d'un robot rondier détecteur de fuite utilisant la thermographie IR, projet Energie/Info)

Cette pédagogie par projet permet aux étudiants, en plus de mettre en œuvre leurs compétences scientifiques et techniques, d'apprendre la synthèse, de travailler leur réactivité, d'être confrontés à ce que pourraient être leurs futures missions d'ingénieur, d'échanger régulièrement avec des cadres en activité et de travailler sur un sujet de R&D industriel. Cela me permet aussi de faire rayonner mes activités de recherche auprès d'industriels et d'étudiants, mais aussi l'inverse, c'est-à-dire de faire rayonner notre formation et les compétences de nos étudiants auprès d'entreprises partenaires.

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/pages/viewpage.action?pageId=402011735>

Projet de recherche : Département énergie, *projet de deuxième année et/ou troisième années*

Il s'agit d'une activité pédagogique en mode projet sur les sciences et la recherche. C'est une première expérience de formation à la recherche par la recherche. Cela permet aux élèves de deuxième ou troisième année d'approfondir un champ de connaissances, de mettre en œuvre une démarche scientifique et de découvrir le monde de la recherche. Je propose 1 à 2 projets par an en moyenne depuis 2012, directement en lien avec mes activités de recherche (mesure de propriétés thermiques, thermique du bâtiment, pilotage de procédés industriels hautes températures...). L'évaluation de ce projet se fait sur la base d'un rapport au format d'article scientifique.

2.1.2 Anciennes activités pédagogiques

Travaux dirigés de transfert thermique 28hTD/an de 2012 à 2014 *deuxième année au sein du département énergie* (CM : Yves Jannot) :

Base du transfert thermique : conduction en régimes permanent et variable, rayonnement thermique, convection, calcul de coefficient d'échange, mini-projet de métrologie thermique.

<https://www.thermique55.com/>

Travaux dirigés de Méthode numérique 14hTD en 2012 *deuxième année au sein du département énergie* :

Base des méthodes numériques et du calcul scientifique : Recherche de zéro, différences finies, volumes finis, éléments finis, inversion de matrice.

<https://wikidocs.univ-lorraine.fr/pages/viewpage.action?pageId=402001600>

Travaux dirigés de Décision et Prévision Statistiques 20hTD/an de 2014 à 2016 *première année tronc commun scientifique* :

Base de la statistique industrielle : probabilités, loi normale...

<https://thierryverdel.wixsite.com/home/stat>

Travaux pratiques de transfert thermique 10hTP/an de 2012 à 2016 *deuxième année au sein du département énergie :*

Mise en application du cours de transfert thermique présenté précédemment (initiation à la résolution d'un problème de transfert thermique sous COMSOL, mesure de diffusivité thermique : méthode Flash, application de la thermoélectricité : fluxmétrie, pompe à chaleur, mesure de conductivité thermique).

2.2 Ingénierie de la conception - génie mécanique

Cours de transfert thermique 20hCM/an depuis 2017 *première année apprenti et deuxième année étudiant*

Base du transfert thermique, conduction en régimes permanent et variable, rayonnement thermique, convection et coefficient d'échange, instrumentation et métrologie thermique.

<https://www.insic.fr/formation-ingenieur-conception-mecanique-produit-fabrication-additive/syllabus-1a/>

Cours de thermodynamique 12hCM/an depuis 2017 *première année apprenti et deuxième année étudiant*

Notion de travail et de chaleur, calorimétrie, premier et second principes de la thermodynamique, machine thermique (moteur, machine frigorifique et pompe à chaleur)

<https://www.insic.fr/formation-ingenieur-conception-mecanique-produit-fabrication-additive/syllabus-1a/>

Travaux pratiques de transfert thermique 20h/an depuis 2019 *première année apprenti et étudiant*

Bases de la thermographie IR, instrumentation et métrologie thermique, résolution numérique de l'équation de la chaleur en régime transitoire (utilisation d'Excel). Les dispositifs expérimentaux ont été mis en place par mes soins.

<https://www.insic.fr/formation-ingenieur-conception-mecanique-produit-fabrication-additive/syllabus-1a/>

2.3 Ingénieur spécialisé génie industriel et matériaux

Cours d'hygiène et sécurité en entreprise 9h depuis 2022 *première année*

Sensibilisation des étudiants à l'hygiène et la sécurité, organisation générale du travail, risques professionnels (accidents du travail et maladies professionnelles), risques industriels (incendies, explosion, risques chimiques et toxiques...)

https://mines-nancy.univ-lorraine.fr/wp-content/uploads/2017/03/minesnancy_syllabus_mgp.pdf

2.4 Mastère spécialisé

Cours de Valorisation énergétique des effluents industriels 9h depuis 2016 (mastère Gestion, Traitement et Valorisation des Déchets) et 6h (mastère reprenariat)

Récupération de chaleurs fatales, présentation du gisement et des techniques de récupération, notions de thermodynamique (rendement et indice exergetique), introduction aux fonctionnements d'échangeurs de chaleur.

<https://mines-nancy.univ-lorraine.fr/formation/mastere-specialise-gestion-traitement-valorisation-dechets-gede/>

2.5 Ecole nationale supérieure d'électricité et de mécanique

J'interviens/je suis aussi intervenu occasionnellement de par ma spécialité au sein de l'ENSEM pour différentes activités dans le domaine de l'énergie :

- Travaux dirigés de thermodynamique (10h/an) en première année ingénieur
- Travaux dirigés de transfert thermique (10h/an) en deuxième année ingénieur
- Travaux pratiques de métrologie thermique et thermographie IR (20h/an).

2.6 Responsabilités pédagogiques

En tant qu'enseignant du département énergie, je participe à la vie de cette structure : organisation de séminaires et conférences, accompagnement de visites de sites industriels, suivis de stagiaires, participation à des groupes de travail (innovation pédagogique, évolution de la maquette pédagogique, place de l'intelligence artificielle...). Je siège au sein de différents organes pédagogiques de l'école :

- Membres des commissions d'enseignements et pédagogiques,
- Membres du conseil des formations de Mines au titre du recrutement,
- Membres du conseil de promotion.

En plus de tâches qui incombent à tout enseignant-chercheur en école d'ingénieur, j'exerce d'autres responsabilités.

2.6.1 Responsable pédagogique du parcours industrie

Je suis en charge de la gestion du parcours industrie déjà mentionné. Il s'agit de coordonner des projets (1,5j/semaine durant un an pour des groupes d'élèves sélectionnés). Les projets proposés s'appuient sur des compétences transversales entre les départements scientifiques de l'école (matériaux, énergie, procédés, géosciences, génie civil, génie industriel, mathématiques, informatique, robotique, data sciences) en partenariat avec une entreprise. Ces projets sont encadrés par des équipes pluridisciplinaires d'enseignants-chercheurs qui en assurent un suivi renforcé. Des points d'étapes réguliers entre l'école et l'entreprise jalonnent la collaboration. Parmi les entreprises partenaires, on retrouve des start-ups, des PME, des grands groupes, des multinationales (Saint Gobain, Arcelor...) comme des EPIC (CEA, ANDRA...).

Cette responsabilité consiste à organiser la sélection et la répartition des effectifs d'étudiants sélectionnés sur les différents sujets (en 2023, 75 étudiants ont demandé le parcours, 36 ont été

retenus), à organiser l'évaluation du module, à référencer les sujets et entreprises partenaires, à vérifier la mise en place de convention ad-hoc et à assurer la promotion du parcours. Cela implique aussi un rôle dans la mise en place des conventions de partenariats avec les entreprises porteuses des projets industriels, conventions qui constituent une source non négligeable de financement pour l'école des Mines de Nancy.

J'exerce cette responsabilité depuis la création du parcours en 2016. Cette année-là, il y avait 4 projets proposés pour 8 étudiants. A la rentrée 2023-2024, il y a 13 projets proposés pour 36 étudiants.

2.6.2 Chargé de mission recrutement

Je suis en charge de mettre en œuvre la politique de recrutement pour l'école des Mines de Nancy au sein des formations ingénieurs civiles des Mines (160 élèves par promotion) et des formations de spécialités (60 élèves par promotion). Cela consiste en plusieurs missions :

- Gestion pour les Mines Nancy du Concours Commun Mines Pont :
 - Gestion des capacités d'accueil de l'école (nombre de places offertes, nombre de candidats appelés),
 - Gestion des Appels SCEI du Concours Commun Mines Pont durant l'été, gestion du surbooking, démarchage téléphonique auprès des candidats indécis,
 - Participation au comité de pilotage,
 - Participation au conseil d'administration...
- Présenter la formation aux différents organismes constituant le vivier de recrutement de Mines Nancy (CUPGE, prépa des INP) via des lives et webinaires, des visites de l'école ou les journées portes ouvertes et par participation au forum des CPGE,
- Gestion des admissions CUPGE, GEI et admission sur titre :
 - Examen des dossiers + évaluation écrite du concours
 - Organisation des oraux mathématiques, physique et informatique
 - Faire passer des oraux de motivation
- Mise en place de stage Liesse (Liaisons Interdisciplinaires avec les Ecoles d'enseignement Supérieur pour une Structuration des Echanges), à savoir des actions de formations à destination des enseignants de CPGE,
- Mise en place de double diplôme de type BUT/1A ingénieur,
- Participation aux oraux de motivation des autres formations.
- Mise en place d'enquête sur les profils de recrutement.
- Organisation d'action de promotion et de démarchage de nouvelles formations.

2.7 Bilan et perspectives des activités pédagogiques

Pour conclure, j'aimerais à l'avenir porter de nouveaux cours en lien avec des thématiques qui me tiennent à cœur, comme les transferts thermiques dans l'habitat. J'ai ainsi l'intention d'ouvrir cette thématique en participant à la mise en place d'un module consacré à la rénovation énergétique des bâtiments avec le département de génie civil/géoscience de l'école des Mines de Nancy. En effet, j'utilise les applications dans ce domaine comme cas pratiques pour enseigner les transferts thermiques dans toutes les formations dans lesquelles j'interviens, mais j'aimerais approfondir ces aspects concrets dans un cours de spécialité « bâtiment ».

En somme, il s'agit là de cours en lien direct avec la problématique de transition énergétique et écologique. Cet axe est central dans la stratégie pédagogique de l'école, en effet 10% de nos cours sont labélisés DDRS et le classement Le Figaro étudiant 2022 nous met en première place du classement des écoles d'ingénieurs dans le domaine énergie/environnement.

J'aimerais aussi développer des cours en lien avec mon projet de recherche (section 5), notamment concernant la valorisation des chaleurs fatales à tous les niveaux de températures, en y décrivant la physique, les technologies existantes et en développement de captage et de stockage de l'énergie thermique.

Enfin, si j'en ai l'opportunité, je souhaiterais un jour pouvoir enseigner à des ingénieurs, les grands principes des méthodes de détermination des propriétés thermophysiques des matériaux (dispositifs expérimentaux, modélisation des transferts, méthodes inverses).

Je reste également ouvert à toute proposition de la direction des formations et des relations entreprises pour m'investir dans une autre responsabilité.

3. Encadrement et responsabilités collectives

Suite à ma thèse soutenue en 2011 à l'Université de Bordeaux et réalisée au sein du Département TREFLE de l'I2M-Bordeaux, j'ai débuté un contrat de chercheur post-doctoral au sein de l'Université de Lorraine. C'est à cette occasion que j'ai débuté mes activités d'encadrement en lien avec mes thématiques de recherche.

Mes activités d'encadrement peuvent être résumées ainsi :

- 5 encadrements de stage de master
- 8 encadrements (dont 5 co-directions) de thèse (dont 5 soutenues)
- 4 chercheurs post-doctoraux (dont 1 en cours)
- 3 missions d'ingénieur d'études
- 2 stagiaires de BTS instrumentation
- 4 participations à des jurys de thèse
- 9 encadrements de projets de fin d'études à l'ENSEM
- 19 encadrements de projets de recherche en deuxième et troisième années à l'école des Mines de Nancy.

3.1 Co-encadrements de Masters

José David RIVEROS *stage ingénieur ENSEM* du 01/02 au 31/07/2015 encadré à 50% avec Benjamin REMY

Sujet de stage : Estimation de la diffusivité thermique de matériaux semi-transparents

Missions : Dans le cadre d'un contrat de recherche avec Saint Gobain Aubervillier, José avait pour objectif l'implémentation de modèles semi-analytiques (quadripôles thermiques conducto-radiatif) unidimensionnels pour identifier la diffusivité thermique phonique de matériaux semi-transparents émettant-absorbant (verres, vitrocéramiques...) à partir de thermogrammes expérimentaux à hautes températures. Il a réalisé cette mission avec succès et a fourni à notre partenaire une interface graphique utilisateur sous Matlab permettant d'estimer la conductivité thermique de matériaux semi-transparents à partir des données issues d'un LFA (Laser Flash Apparatus) NETZSCH.

Devenir : Ingénieur équipement sous pression depuis 2023 chez **Technip Energies**

Ramzi ABDI *stage M2 MEPP* du 15/02 au 15/07/2016 encadré à 50% avec Yves JANNOT

Sujet de stage : Estimation de la conductivité thermique d'isolant technique à hautes températures

Missions : Dans le cadre d'un contrat de recherche avec Saint Gobain Recherche et Saint Gobain Quartz, Ramzi a mis au point un dispositif de mesure de la conductivité thermique apparente d'isolants utilisés à hautes températures. Il a mené une étude théorique pour dimensionner un dispositif basé sur une méthode fluxmétrique visant à caractériser des échantillons de faibles dimensions ($10 \times 150 \times 150 \text{mm}^3$). A l'issue du stage nous disposons d'un appareillage pouvant mesurer à 5% près la conductivité thermique d'isolants fibreux jusqu'à une température de 80°C.

Devenir : Ingénieur responsable ligne de production chez **Faurecia** depuis 2016

Isabelle BARGAIN Stage ingénieur Polytech Nancy du 27/02 au 15/09/2017 encadré à 50% avec Yves JANNOT

Sujet de Stage : Validation d'une méthode de mesure de la conductivité thermique des isolants à hautes températures.

Missions : Poursuite des missions de Ramzi ABDI, mise en œuvre du dispositif CFM (Comparative Fluxmétric method) de mesure de la conductivité thermique apparente des isolants sur une large plage de températures (de la température ambiante à 600°C) pour des échantillons de dimension 30 × 150 × 150mm³. Isabelle a sélectionné l'échantillon de référence et étalonné le dispositif. A l'issue du stage, le dispositif était opérationnel et transférable chez le partenaire industriel.

Devenir : Enseignante en lycée professionnel

Amir BOULBAIR Stage M2 MEPP du 01/03 au 31/07/2018 encadré à 100%

Sujet de Stage : Etude expérimentale d'un concept d'échangeur de chaleur en mousse céramique solide.

Missions : Dans le cadre de la thèse de Morgan SANS (Caractérisation thermique des mousses céramiques à hautes températures), dont l'objectif était d'étudier le potentiel de mousses céramiques pour la récupération de chaleur fatale industrielle hautes températures, Amir a mis en place un banc d'estimation des propriétés d'échanges de cylindres de mousses céramiques traversées par un flux d'air chaud. En parallèle, un modèle permettant l'estimation des coefficients de dispersion a été mis au point. A la fin de ce stage, Amir a été en mesure d'identifier les coefficients axiaux et radiaux de dispersion de mousse en carbure de silicium à forte porosité.

Devenir : Thèse à La Rochelle Université soutenue en 2022, puis chercheur postdoctoral au CERTES (Créteil) depuis 2022

Quentin MARCOT Stage M2 MEPP du 01/03 au 31/07/2019 encadré à 50% avec Benjamin REMY

Sujet de Stage : Etude de la fracturation de météorites sous l'influence d'un cyclage de température ou vieillissement thermique

Missions : Cette étude s'inscrit dans le contexte du retour de missions spatiales visant à ramener et analyser des échantillons d'astéroïdes non contaminés par l'air. Leur exposition à l'environnement spatial extrême entraîne des modifications de surface considérables (fractures). Ainsi, comprendre l'historique de l'évolution des astéroïdes peut aider à mieux comprendre la formation et l'historique de l'évolution du système solaire. Le LEMTA en partenariat avec l'observatoire de la Côte d'Azur, souhaitait mettre en œuvre une approche de modélisation expérimentale et numérique de l'évolution thermique de la surface des astéroïdes. L'objectif du stage a été de mettre au point une méthode numérique permettant d'estimer, par thermographie infrarouge, une cartographie de diffusivités thermiques transverses de surfaces irradiées par laser. Cet outil devant servir à terme à l'étude des fractures.

Devenir : Doctorant au **laboratoire LAMIH, Université de Lille**

3.2 Codirections de Thèses

Morgan SANS *Ingénieur ENSEM* en thèse au LEMTA du 01/10/2016 au 6/10/2019 encadré à 50% avec Gilles PARENT.

Titre : Caractérisation des propriétés thermophysiques de mousses céramiques à hautes températures

Nature du Financement : Contrat doctoral du ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche

Résumé : Ce travail propose la caractérisation thermique et optique des mousses céramiques solides. Ces matériaux présentent de grands avantages en termes de propriétés thermiques, chimiques, mécaniques ou optiques. Dans le contexte actuel, où l'on vise à une réduction de la consommation d'énergie fossile dans les procédés industriels à hautes températures (métal, verre, ciment) pour diminuer les émissions de gaz à effet de serre, l'utilisation de mousses céramiques comme échangeur volumique poreux à grande surface d'échange est envisagée pour la récupération des chaleurs fatales industrielles. En effet, ces matériaux, déjà utilisés dans l'industrie solaire thermodynamique, semblent tout indiqués pour leur capacité à absorber et à transmettre un flux radiatif important. L'objectif de ce travail est d'étudier les liens entre la structure de ces mousses et les propriétés effectives de celles-ci (thermiques et optiques notamment). Il doit fournir des outils permettant la modélisation et la caractérisation de tous les transferts thermiques couplés (radiatif, conductif et convectif) au sein de milieux céramiques à forte porosité.

Trois axes ont été développés dans ce travail :

- *La détermination par une méthode pulsée des propriétés thermophysiques des mousses.* Un échantillon est placé entre deux plaques absorbantes puis mis au centre d'un four assurant le maintien en température du système. Une excitation photothermique laser vient chauffer la face avant de l'échantillon tandis qu'un imageur thermique mesure la réponse thermique en face arrière. On vient ajuster sur ce signal thermique enregistré un modèle de résolution des transferts couplés conducto-radiatifs (méthode des volumes finis pour la conduction et méthode de Monte Carlo pour le rayonnement) permettant d'estimer la température face arrière. Il est ainsi possible d'obtenir simultanément la conductivité thermique phonique et une épaisseur optique de mousse céramique en carbure de silicium de géométrie structurée ou stochastique jusqu'à une température de 800°C.
- *Le développement d'un algorithme unique basé sur une méthode de Monte Carlo et la prédiction des propriétés des mousses.* Il s'agit ici de réaliser une expérience numérique de type méthode Flash sur un motif de mousse de base que l'on peut répéter périodiquement pour estimer les propriétés thermiques et optiques de n'importe quel type de mousses poreuses.
- *Le développement d'un dispositif expérimental d'estimation des coefficients de dispersion thermique axial et radial.* Un cylindre instrumenté de 1m de long de mousse en carbure de silicium à l'équilibre à température ambiante est soumis à un écoulement d'air chaud. En utilisant un modèle des transferts thermiques advecto-conductifs 2D axisymétrique couplé

à un algorithme d'inversion, il est possible d'identifier les coefficients de dispersions pour différentes vitesses d'écoulement. Ceci nous permet d'avoir une idée du potentiel d'utilisation des mousses dans des échangeurs de chaleur.

Lien : <https://www.theses.fr/2019LORR0192/document>

Devenir : Ingénieur recherche et développement depuis 2021 chez **Arcelor Research**

Célien ZACHARIE *Ingénieur Mines Nancy* en thèse au LEMTA du 10/05/2017 au 14/12/2020 encadré à 50% avec Benjamin REMY.

Titre : Modélisation des transferts thermiques instationnaires par modèles paramétriques : application à un four industriel de brasage d'échangeur sous vide

Nature du Financement : Contrat doctoral CIFRE en collaboration avec Fives Cryo

Résumé : Fives Cryo, une entreprise basée dans les Vosges à Golbey, fabrique des échangeurs à plaques et ondes brasées. Le procédé consiste à placer dans un four sous vide un assemblage d'éléments en aluminium et à porter celui-ci à une température proche de la fusion pour permettre la cohésion de l'ensemble une fois refroidi. Afin d'éviter l'apparition de défauts, la charge en aluminium du four est instrumentée pour réguler indépendamment chaque panneau radiant et assurer la chauffe la plus homogène possible. La société Fives Cryo souhaite à présent, développer un nouvel outil de simulation basé sur des modèles réduits pour perfectionner le pilotage du four.

L'objectif de cette thèse est de montrer que des modèles paramétriques de type ARX autorégressifs peuvent reproduire le comportement du système four/charge. Il est ainsi envisagé de les utiliser pour calculer à partir d'entrées telles que le flux ou la température des panneaux de chauffe, les températures des thermocouples en peau et à cœur de la charge.

Une première étude a d'abord été menée pour vérifier, évaluer et fiabiliser la chaîne d'acquisitions des températures de la charge. Dans un second temps, l'identifiabilité des modèles de comportement paramétriques a été évaluée d'abord en 1D puis en 2D sur le logiciel FlexPDE et enfin en 3D sur le logiciel de simulation du procédé de brasage Simfurnace. Cette étude a permis de valider ce concept d'utilisation de modèles paramétriques et permet d'envisager une exploitation par la suite, ce qui constitue le travail de Thèse d'Adrien BARTHELEMY présenté ultérieurement.

Lien : <https://www.theses.fr/25455668X>

Devenir : Poursuite de la thématique de recherche développée pendant la thèse en tant qu'ingénieur recherche et développement chez **Fives Cryo**

Adrien BARTHELEMY *Ingénieur Mines Nancy*, thèse en cours au LEMTA depuis le 01/10/2021 encadré à 50% avec Benjamin REMY. Supervision industrielle : Célien ZACHARIE

Titre : Modélisation de transferts thermiques instationnaires par modèles paramétriques : application à un jumeau numérique d'un système industriel four/charge

Nature du Financement : Contrat doctoral CIFRE en collaboration avec Fives Cryo

Résumé : Ce travail s'inscrit dans la suite de la thèse de doctorat de Célien ZACHARIE chez Fives Cryo. Il porte sur l'étude du pilotage de la chauffe de la charge par la régulation, utilisant les nombreux thermocouples placés en peau et à cœur de l'échangeur. L'objectif de cette thèse est de développer un outil numérique utilisant des modèles paramétriques autorégressifs de type ARX, qui permettent de substituer les informations envoyées par les thermocouples à la régulation, par des thermogrammes calculés à partir de modèles de comportements obtenus par des informations synthétiques (simulation Simfurnace ou FlexPDE). Ces outils visent à pallier le dysfonctionnement interne du système d'instrumentation, pouvant mener à une mauvaise gestion thermique du brasage et à l'apparition de défauts donc à la mise en rebut des échangeurs fabriqués.

Lien : <https://www.theses.fr/s299103>

Kamal ENNASS *Ingénieur ENSEM*, thèse en cours au LEMTA depuis le 28/04/2021 encadré à 50% avec Benjamin REMY. Supervision industrielle : Johann MEULEMANS

Titre : Mesure de températures et de flux thermiques sur des matériaux semi-transparents à hautes températures par méthodes multi-spectrales

Nature du Financement : Contrat doctoral CIFRE en collaboration avec Saint Gobain Recherche dans le cadre du laboratoire CANOPEE.

Résumé : Ce travail a pour but de mettre au point un outil permettant d'estimer des champs de températures et des flux thermiques pariétaux à hautes températures, sur des matériaux semi-transparents pour les applications verrières et réfractaires chez Saint Gobain. L'approche utilisée est la thermographie infrarouge multi-spectrale. Dans un premier temps, cette approche sera validée sur des matériaux opaques pour l'obtention de champ de température, avant d'être généralisée pour obtenir des informations thermiques dans l'épaisseur d'un matériau. L'objectif ultime est l'obtention d'un outil de caractérisation déployable sur une ligne de production dans des procédés industriels, afin d'en améliorer le pilotage.

Lien : <https://www.theses.fr/s285419>

Georges AYOUB, au LEMTA depuis le 01/11/2022 encadré à 50% avec Benjamin REMY, thèse interrompue à la demande du doctorant pour raisons personnelles le 16/10/2023

Titre : Stockage de la chaleur fatale issue de procédés industriels à hautes températures

Nature du Financement : Contrat doctoral LUE en collaboration avec Saint Gobain Recherche dans le cadre du laboratoire CANOPEE

3.3 Co-encadrements de thèses (sans ACT)

Benjamin BERNARD *M2 Université de Tours*, thèse au LEMTA du 01/10/2013 au 18/10/2016, directeur : Benjamin REMY. Supervision CEA : Luc BIANCHI.

Titre : Barrières thermiques par projection plasma de suspensions : développement et caractérisation de microstructures à faible conductivité thermique

Nature du Financement : Contrat doctoral CEA

Résumé : Afin d'améliorer l'efficacité des turboréacteurs, l'industrie aéronautique cherche à augmenter leur température de fonctionnement, notamment au niveau des étages de détonations dans la turbine. Pour cela, de nouvelles technologies de barrières thermiques revêtant les aubages sont développées afin d'isoler thermiquement ceux-ci. Dans le cadre de cette thèse, le CEA, Safran et le LEMTA s'intéressent au développement de barrières obtenues par un procédé de projection plasma de suspensions dit SPS, qui doit succéder au procédé d'évaporation sous faisceau d'électrons dit EB-PVD. Le procédé SPS permet ainsi de générer des barrières thermiques de quelques centaines de microns d'épaisseur déposées sur substrat présentant des structures colonnaires qui permettent l'accommodation des contraintes thermomécaniques. Une étude de la morphologie de ces structures a permis de mettre en évidence les paramètres permettant d'optimiser ces structures. Deux compositions (une de structure colonnaire classique et une de structure compacte) utilisant de la zircone yttrée ont été caractérisées thermiquement, structurellement et chimiquement. La caractérisation des propriétés thermophysiques a été réalisée par DSC et méthode Flash. Elle a permis de montrer que les barrières thermiques SPS ont une conductivité thermique inférieure à $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, sur une plage de températures allant de l'ambiante à $1100 \text{ }^\circ\text{C}$, ce qui est bien plus isolant que les dépôts obtenus par EB-PVD ($1,3 - 1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) sur la même gamme de températures. De plus, une étude de vieillissement de ces dépôts SPS a montré que leur durée de vie est équivalente à celle des dépôts obtenus par EB-PVD (2000 cycles). Enfin, une architecture anti-CMAS ($\text{CaO-MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) par ajout d'une couche chapeau de $\text{Gd}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ a été étudiée et montre de très bons résultats jusqu'à 1300°C .

Lien : <https://www.theses.fr/2016LORR0212>

Devenir : Responsable du département revêtements par projection au **CEA Le Ripault depuis 2017**

Johann MEULEMANS *Ingénieur en poste chez Saint Gobain Recherche*, thèse au LEMTA du 05/05/2016 au 20/07/2018, directeur : Benjamin REMY.

Titre : Caractérisation des propriétés thermiques de liquides semi-transparents à hautes températures : application aux liquides silicatés

Nature du Financement : Financement propre Saint Gobain

Résumé : L'objectif de ces travaux de thèse est de déterminer la conductivité thermique de liquides semi-transparents à hautes températures. On s'intéresse ici tout particulièrement aux liquides silicatés utilisés dans l'industrie verrière. Pour cela, on utilise une méthode pulsée dérivée de la méthode Flash. L'échantillon est placé dans un four permettant de le maintenir à la température de mesure souhaitée (de l'ambiante à 1450°C). Une cellule de mesure en Pt/Rh dont le design a été optimisé pour l'expérience, qui contient le liquide, est soumise à une excitation photo-thermique

laser sur sa face avant. La réponse thermique sur la face arrière est mesurée à l'aide d'une caméra thermique infrarouge. La conductivité thermique du liquide est estimée par méthode inverse et nécessite le développement d'un modèle des transferts couplés, permettant de calculer une température face arrière. Ce point est important car il faut séparer les contributions des phénomènes radiatifs, conductifs et convectifs des transferts thermiques. Ce modèle numérique est 3D et résout les transferts couplés conducto-radiatifs via l'équation de la chaleur et l'équation du transfert radiatif, par la méthode des harmoniques sphériques (méthode P1), en considérant le milieu gris, non diffusant, émettant et absorbant. Il a ainsi été possible d'estimer des conductivités thermiques phoniques et des propriétés optiques approchées pour deux types de liquides d'épaisseur optique de 0,5 à 5 et des températures allant de 1000°C à 1500°C.

Lien : <https://www.theses.fr/2018LORR0134>

Devenir : Responsable du département thermique des procédés et systèmes chez **Saint Gobain Recherche depuis 2020**

Raj Narayan KONDURU M2 Université de Nantes thèse au LEMTA du 11/11/2020 au 29/11/2023, directeur : Gilles PARENT

Titre : Transfert de chaleur couplé conduction-convection-radiation utilisant des méthodes sans maillage : application à un échangeur de chaleur poreux

Nature du Financement : Ministère de la recherche/Région Grand Est

Résumé : Ce travail fait suite à la thèse de doctorat de Morgan SANS sur la caractérisation des mousses céramiques poreuses à hautes températures en vue de leur utilisation dans des systèmes de captage et de stockage de la chaleur fatale émise par rayonnement infrarouge issue de procédés hautes températures (métallurgie, sidérurgie, cimenteries, industrie verrière). On s'intéresse ici toujours aux mousses à forte porosité (< 20 ppi) pour l'absorption du rayonnement via la grande surface d'échange disponible et le peu de perte de charge sur le fluide caloporteur permis par la grande porosité de ces matériaux. Cependant, contrairement à l'étude précédente, ce sont des mousses métalliques à structure en cellule de Kelvins qui font l'objet de ces travaux de thèse.

La finalité de ce travail est d'étudier le potentiel des mousses dans un dispositif d'échange de chaleur par rayonnement à hautes températures via deux développements principaux :

- *Une modélisation du transfert thermique couplé de la mousse chauffée parcourue par un flux d'air frais en régime transitoire* grâce à une méthode déterministe pour le calcul du champ de vitesse et une méthode stochastique pour le transfert couplé conducto-radiatif.
- *Un dispositif expérimental permettant de valider le modèle développé.* Un tube de mousse métallique instrumenté est placé dans un four pouvant atteindre une température de 800°C. Les profils de température temporels et spatiaux ainsi que les pertes de charges de ce type d'échangeurs sont évalués puis confrontés aux sorties du modèle.

Ce travail fournit un outil capable de simuler le comportement d'un système de captage et d'optimiser des dispositifs échangeurs de chaleur permettant l'échange radiatif à hautes températures.

Lien : <https://www.theses.fr/s287878>

3.4 Supervision de chercheurs post-doctoraux

Waseem AL-HADDAD (Thèse LEMTA/Université de Lorraine)

Date de la mission : 01/10/2016- 30/09/2018

Financement : Feder/Région partenariat industriel Fives Cryo

Sujet : Détection précoce d'encrassement dans les échangeurs par identification de fonctions de transferts

Résumé : Dans le cadre du projet FEDER/Région EPHAISTOS, la société Fives Cryo, en partenariat avec 4 laboratoires de l'Université de Lorraine, développe une nouvelle gamme d'échangeurs à plaques en acier inoxydable et ondes pour des applications hautes températures et hautes pressions. Contrairement à la gamme aluminium brasée chez Fives Cryo, destinée aux applications cryogéniques à fluide propre, ces échangeurs sont parcourus par des fluides sales susceptibles d'encrasser les canaux millimétriques du système. Fives Cryo souhaite développer des outils innovants permettant de suivre les performances thermiques de l'échangeur en termes de rendement et de détecter une baisse de performance due à un encrassement de façon précoce. La méthode envisagée consiste à utiliser les variations temporelles en différents points des températures du fluide dans l'échangeur en fonctionnement. En imposant en entrée d'échangeur une perturbation thermique sous forme d'un créneau de flux, on identifie une fonction de transferts sur les thermogrammes en différents points de l'échangeur. Cette fonction de transfert est invariante si l'on modifie les paramètres de l'écoulement mais se révèle différente en cas de modification ou d'altération de l'échangeur. Ce concept a été validé sur un dispositif expérimental constitué d'une boucle fluide sur une maquette d'échangeur à deux passes liquides (eau chaude/eau froide). Il a ainsi été possible de détecter un début d'encrassement non visible sur des données de l'écoulement (perte de charges, débit).

Devenir : Ingénieur génie thermique depuis 2019 chez **Kelvion** à Nantes

Arthur OLIVEIRA (Thèse LEMTA/Université de Lorraine)

Date de la mission : 10/05/2021- 10/05/2022

Financement : projet RESEM IRT-M2P (ANR)

Sujet : Estimation du flux thermique dissipé lors d'une trempe métallurgique

Résumé : Ce contrat de chercheur post-doctoral s'inscrit dans le cadre du projet RESEM IMASQUE financé par l'IRT M2P. L'objectif de ce projet est de développer des méthodes inverses pour l'obtention du flux dissipé lors d'une trempe par aspersion d'eau à partir de mesures de températures (thermocouples implantés dans une pièce à refroidir). Cette méthode doit prendre en compte la thermodépendance des propriétés physiques du matériau (conductivité thermique, capacité thermique et masse volumique) et les termes sources liés à des transformations de phase intervenant notamment au cours du refroidissement des alliages ferreux. Ceci a donc nécessité le développement de techniques non-traditionnelles pour la résolution de l'équation de chaleur. Un outil a été développé pour des géométries simplifiées de plaques ou de cylindres creux (produits semi-finis). Il permet de calculer l'évolution temporelle et spatiale du flux de chaleur dissipé, les champs de température et les propriétés structurales finales du matériau (profil de phase et de

dureté). L'outil développé a par la suite été utilisé pour valider les méthodes d'estimation du flux utilisé sur le pilote de trempe nommé TREMLIN de l'IRT M2P.

Devenir : Enseignant chercheur depuis 2021 à l'**Université de Sao Paulo**

Lea PENAZZI (Thèse RAPSODEE/Ecole des Mines Albi)

Date de la mission : 01/02/2021- 31/08/2023

Financement : Saint Gobain recherche/CANOPEE

Sujet : Mesure de propriétés thermiques d'isolants réfractaires à hautes températures

Résumé : Dans le cadre de notre collaboration avec Saint Gobain sur la mesure des propriétés thermiques des isolants à hautes températures, nous avons mis au point les dispositifs CFM et 4L qui permettent de déterminer les conductivités thermiques phoniques d'échantillons de faible conductivité thermique ($>0,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) jusqu'à 1000°C . Ce fut aisé car les matériaux étudiés pouvaient être considérés comme des milieux optiquement épais et le transfert radiatif au cours de la mesure peut être pris en compte en utilisant un modèle de type Rosseland ou Deissler. Pour réaliser des mesures de conductivité thermique phonique de 1000 à 1500°C , nous avons eu recours à la technique du fil chaud parallèle. Dans ces conditions opératoires, les hypothèses de transfert 1D et d'un milieu optiquement épais ne sont plus adaptées. C'est pourquoi, nous avons fait appel à Léa PENAZZI pour mettre en œuvre le dispositif fil chaud sur des échantillons de réfractaires à base de silice et développer un modèle 2D utilisant une méthode de Monte Carlo pour prendre en compte le transfert couplé conducto-radiatif dans l'estimation de la conductivité thermique.

Devenir : Chercheuse post-doctorale depuis 2022 à l'**Université d'Aix Marseille**

Thomas VARE (Thèse LEMTA/Université de Lorraine)

Date de la première mission : 01/04/2022 - 31/03/2023

Financement : projet RESEM IRT-M2P (ANR)

Sujet : Estimation du flux thermique dissipé lors d'une trempe métallurgique : influence de l'oxydation

Résumé : Ce travail fait suite au projet IMASQUE financé par l'IRT M2P et au post-doctorat d'Arthur OLIVEIRA. L'objectif du projet est d'adapter le modèle IMASQUE en y ajoutant un second milieu correspondant à la formation et à la croissance d'une couche d'oxyde pendant le maintien à hautes températures (austénitisation dans le cas des aciers) et à ses évolutions pendant le refroidissement de la pièce. Thomas VARE a amélioré l'outil numérique développé dans IMASQUE en prenant en compte les paramètres thermophysiques liés à l'ajout d'un milieu supplémentaire et la résistance thermique induite par l'interface métal-oxyde.

Date de la deuxième mission : 01/10/2023 - en cours

Financement : PIA régionalisé Idemo BPI France/Région Grand Est

Sujet : Mise au point d'un jumeau numérique pour le four de brasage de la société Fives Cryo

Résumé : Fives Cryo souhaite développer un système de contrôle-commande prédictif pour le pilotage de fours de brasage. Pour cela, il est envisagé d'avoir recours à l'implémentation de modèles paramétriques dans la régulation du four, identifiés à partir des données de sorties d'un

jumeau numérique du procédé. La société Fives Cryo dispose déjà d'un outil de simulation du procédé de brasage mais souhaite le fiabiliser pour pouvoir le qualifier de jumeau numérique et a confié ce travail à un post-doctorant (mission en cours, Thomas Varé). Parmi les points à approfondir on peut citer l'homogénéisation du Volume Élémentaire Représentatif (VER), la prise en compte précise et fiable des transferts radiatifs à l'intérieur du système, l'affinement de certains maillages et l'implémentation des éléments du système four-échangeur qui n'ont pas été considérés jusqu'à présent. Ce post-doctorat s'inscrit dans la suite thématique de la thèse d'Adrien BARTHELEMY.

3.5 Supervisions de missions d'ingénieurs d'études et de recherche

Benoit PFOERTNER *M2 MEPP Université de Lorraine*

Date de la mission : 01/10/2018 - 31/11/2020

Financement : FEDER/Région

Sujet : Détection précoce d'encrassement dans les échangeurs par identification de fonctions de transferts et de modèles paramétriques ARX

Résumé : Ce travail fait suite au post-doctorat de Waseem AL-HADDAD présenté précédemment. Lors de cette étude, nous avons montré qu'il était possible de réaliser une détection d'encrassement d'un échangeur en calculant une fonction de transfert à partir des variations temporelles des mesures de température des fluides en circulation dans un échangeur. Cependant, la robustesse de cette méthode doit être améliorée pour étudier des systèmes présentant de forts gradients de température (thermodépendance des paramètres thermophysiques du fluide). C'est pourquoi, nous avons utilisé une approche qui consiste à identifier des modèles paramétriques ARX plutôt que des fonctions de transfert. Cette méthode a été validée sur la même boucle fluide que précédemment et a fourni des résultats satisfaisants.

Devenir : Ingénieur frigoriste depuis 2022 chez **MCI (Nancy)**

Badre SAHNOUN *Ingénieur ENSEM*

Date de la mission : 10/10/2017 - 31/12/2019

Financement : Contrat de recherche avec Pochet de Courval

Mission : Modélisation et simulation du transfert thermique verre-moule dans un procédé de soufflage verrier

Résumé : Ces travaux portent sur la simulation des transferts thermiques dans les moules verriers utilisés. Des modèles convolutifs ou paramétriques de type ARX, identifiés à partir de données issues de l'instrumentation de moules sur des lignes de production, ont été utilisés pour estimer les flux échangés et la température de paroi au niveau du contact moule-verre. A l'issue de cette étude, il a été possible de faire ces calculs pour des géométries 3D.

Devenir : Ingénieur depuis 2021 chez **Elogen (île de France)**

Samia HAOUARI HARRAK (Thèse LEMTA/Université de Lorraine)

Date de la mission : 01/05/2019 - 01/05/2020

Financement : Carnot ICEEL/contrat industriel Mannesmann

Missions : Mise au point d'un banc de mesure des performances d'échanges thermiques de tubes nervurés

Résumé : Conception d'une boucle fluide permettant de calculer les performances de différents types de tubes nervurés en acier bas carbone. Deux performances sont évaluées :

- Les pertes de charge pour les performances hydrauliques,
- L'efficacité de l'échange par la paroi du tube pour les performances thermiques de refroidissement.

La boucle fluide mise au point permet de mesurer les performances thermiques et hydrauliques pour des débits allant jusqu'à 25L/min pour un flux thermique échangé de 4kW.

Devenir : Ingénieur feu depuis 2020 chez **Effectis (Ile de France)**

3.6 Supervisions de stage de BTS instrumentation

Océane CHARTON (BTS TPIL/Lycée Arthur Varoqueaux)

Date de la mission : 20/05/2019 - 13/09/2019

Sujet : Mise de point d'un banc de mesure des performances d'échanges thermiques et hydrauliques de tubes nervurés

Résumé : Instrumentation et assemblage du banc de mesure.

Devenir : Technicienne de laboratoire – **HERONNIERE**

Anas ZAHRAOUI (BTS TPIL/Lycée Arthur Varoqueaux)

Date de la mission : 31/08/2020 - 08/11/2020

Sujet : Mise de point d'un banc de mesure des performances d'échanges thermiques et hydrauliques de tubes nervurés

Résumé : Exploitation du banc de mesure, évaluation des performances thermiques et hydrauliques de 4 types de tubes

Devenir : élève ingénieur **CESI**

3.7 Participation à des jurys de thèse

Benjamin BERNARD

Thèse soutenue le 18/10/2016 à l'Université de Lorraine (Invité)

Titre : Barrières thermiques par projection plasma de suspensions : développement et caractérisation de microstructures à faible conductivité thermique

Johann MEULEMANS

Thèse soutenue le 20/07/2018 à l'Université de Lorraine (Examineur)

Titre : Caractérisation des propriétés thermiques de liquides semi-transparents à haute température : application aux liquides silicatés

Clément MAILHE

Thèse soutenue le 02/07/2020 à l'Université de Bordeaux (Examineur)

Titre : Etablissement du diagramme de phases de systèmes de matériaux par thermographie infrarouge

Raj Narayan KONDURU

Thèse soutenue le 29/11/2023 à l'Université de Lorraine (Invité)

Titre : Transfert de chaleur couplé conduction-convection-radiation utilisant des méthodes sans maillage : application à un échangeur de chaleur poreux

3.8 Porteur de projets

3.8.1 Projet iDEMO BPI/Région Grand Est JUMBRAS 2023-2027

*JUMBRAS : JUM*eau numérique d'un procédé de *BRAS*age

Développement d'un système de contrôle-commande prédictif pour le pilotage de fours sous vide de grande taille.

Contexte : La société Fives Cryo souhaite monter en gamme sur la fabrication d'échangeurs à plaques et ondes brasés en aluminium et diminuer les taux de rebut en fiabilisant son procédé de brasage en rénovant et en agrandissant les moyens de production.

Objectif : Développement d'un système de contrôle-commande intelligent, capable de supplanter en autonomie les informations fournies par des capteurs physiques. À terme, le déploiement de ce système vise à minimiser les rebuts et permettre à Fives Cryo d'envisager avec sérénité le passage à des équipements de plus grande taille.

Partenaire : En plus de Fives Cryo, ce projet fait intervenir 3 partenaires :

- Le **CRAN** : Centre de Recherche en Automatique de Nancy en charge du développement théorique de nouvelles régulations sans identification préalable.
- La société **Process Ingénierie** en charge de l'installation du nouveau système de régulation du four.
- Le **LEMETA** en charge de l'amélioration de la fiabilité de l'outil numérique de simulation du procédé de brasage pour pouvoir le qualifier de jumeau numérique. Une fois au point, il faudra utiliser ce jumeau numérique pour identifier des modèles ARX à partir des thermogrammes simulés pour ensuite les exploiter dans la régulation en substitution de la charge.

Réalisation : le LEMETA dispose d'un financement de 150 k€ qui permet de financer 24 mois de post-doctorat pour Thomas VARE. Il est attendu du LEMETA de :

- Améliorer la compréhension de la phénoménologie des transferts radiatifs dans le procédé, notamment les échanges radiatifs four-charge : corrections géométriques sur le four et l'outillage, propriétés optiques des cavités et surfaces...
- Améliorer la modélisation des transferts conducto-radiatifs de la charge : tenseur des conductivités thermiques, résistances thermiques de contact dans la hauteur, contribution des ondes ou non dans les résistances thermiques...
- Préciser les propriétés thermophysiques du modèle (calcul d'un VER et homogénéisation).

L'objectif du post-doctorat est d'augmenter la précision du modèle numérique Simfurnace pour qu'il représente mieux la réalité pour tout design d'échangeur. Ainsi, on pourra qualifier cet outil de jumeau numérique du procédé de brasage. Ce projet vient en complément de la thèse d'Adrien BARTHELEMY sur l'utilisation de modèles paramétriques ARX pour construire des capteurs virtuels de température.

Le pilotage intelligent proposé par Fives Cryo repose sur la construction et l'exploitation de ces capteurs virtuels de température. En effet, la régulation actuelle des fours étant tributaire de

données issues de capteurs de température, un dysfonctionnement de l'un d'eux peut entraîner des conséquences non désirables sur l'appareil, dues à l'apparition de surchauffes ou souschauffes locales. Pour pouvoir détecter et s'affranchir de ce type d'anomalies, nous proposons de développer puis d'intégrer des capteurs virtuels prédictifs au système de régulation. Basés sur les techniques d'observation et de diagnostic des procédés, ces capteurs virtuels (type estimateur ARX, filtre de Kalman) permettront de surveiller et diagnostiquer in situ et in operando une dérive des capteurs de température implantés sur la charge, avec la possibilité de basculer d'un pilotage via des données physiques, vers un pilotage mixte incluant des données synthétiques issues du jumeau numérique

3.8.2 Projet IRT M2P RESEM4 IMOX 2022-2023 (ANR)

IMOX : Trempe, Méthodes Inverses et OXydation

Développement de méthodes inverses pour l'estimation du flux thermique lors d'une trempe avec prise en compte des effets métallurgiques

Contexte : Le refroidissement de pièces de métallurgie par trempe nécessite d'envoyer, par aspersion, une forte quantité d'eau à la surface d'une pièce, souvent après une phase de maintien à hautes températures (mise en solution) dans un four. L'impact du jet et l'ébullition de l'eau en surface de la pièce permet d'intensifier le transfert de chaleur en surface et d'augmenter les vitesses de refroidissement de la pièce. La maîtrise des transferts thermiques en surface et au sein de la pièce lors du procédé, permet de gérer les gradients thermiques dans l'épaisseur donc les transformations de phases au sein de la pièce. Les microstructures et les propriétés mécaniques souhaitées peuvent ainsi être obtenues en fin de refroidissement. Cependant, le maintien dans un four et l'aspersion d'eau sous air génèrent en surface sur certaines pièces métalliques (plus particulièrement sur les aciers), une couche d'oxyde dont la morphologie et les propriétés thermophysiques influent sur le refroidissement. Il est donc nécessaire d'inclure, dans les modélisations des transferts thermiques, l'effet d'une couche d'oxyde.

Objectif : Le projet IMOX est la suite du projet RESEM IMASQUE qui a permis le développement d'une méthode inverse pour estimer les conditions aux limites à l'interface jet d'eau/surface impactée (flux de chaleur à la surface) à partir d'une évolution de température mesurée expérimentalement. La finalité du projet IMOX est d'inclure à l'outil numérique (éléments finis) développé dans le cadre du projet IMASQUE, un milieu représentant une couche d'oxyde en prenant soin de ne pas négliger les propriétés thermiques du contact oxyde/métal pour des géométries simples de plaques ou de cylindres creux.

Partenaire : ce projet fait intervenir 3 partenaires

- L'**IRT M2P** : Institut de Recherche Technologique Matériaux, Métallurgie, Procédés à l'origine du pilote de trempe TREMLIN sur lequel sont faites les expériences d'aspersion d'eau sur des pièces métalliques instrumentées (thermocouples).
- L'**IJL** : Institut Jean Lamour en charge de la préparation d'échantillons de métal oxydé et de la détermination des propriétés structurales de la couche oxydée.
- Le **LEMETA** en charge de la caractérisation thermique de la couche d'oxyde et de l'ajout de celle-ci dans le modèle issu du projet IMASQUE.

Réalisation : le projet est doté d'un budget financé par l'ANR de 80 k€ permettant le financement de :

- Un stage de M2 pour la réalisation des échantillons de métaux oxydés dédiés à la caractérisation thermique.
- Un contrat post-doctoral (12 mois, Thomas VARE) pour intégrer une interface et une couche d'oxyde à l'outil numérique IMASQUE.

Les éléments des outils numériques précédents seront utilisés :

- Géométrie de plaque ou de cylindre creux,
- Prise en compte des transformations de phase,
- Prise en compte de la thermodépendance des propriétés thermophysiques du métal et de la couche d'oxyde,
- Prise en compte de l'interface entre le métal et la couche d'oxyde sous la forme d'une résistance thermique de contact.

Les métaux choisis pour l'étude sont :

- Le nickel car il ne présente pas de transition de phase sur la plage de température qui nous intéresse. De plus, l'oxyde de nickel est homogène, dense et très adhérent (résistance de contact négligeable),
- L'acier CrMO4 représentatif des aciers soumis à trempe, qui présente des couches d'oxydes importantes.

Parmi les résultats notables observés, on remarque que les couches d'oxydes formées sur les échantillons d'acier se décollent fortement, ce qui génère des résistances thermiques à l'interface non négligeables. Aussi, l'étude numérique montre que la résistance thermique de contact a une influence très forte sur la valeur du flux dissipé en cours de trempe mais que la couche d'oxyde joue peu car assez conductrice ($\approx 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Ainsi l'oxydation de la surface métallique au cours de la trempe joue un rôle d'isolant ce qui peut affecter les propriétés métallurgiques (% phase et dureté) du produit final.

3.8.3 Projet FEDER/Région LORRAINE Ephaistos 2014-2020

EPHAISTOS : Echangeur à Performances Hautes pour Accroître l'Intensification des Systèmes Thermiques et Optimiser les reSources.

Contexte : Ce projet est à l'initiative de la société Fives Cryo en partenariat avec l'Université de Lorraine. Il vise à aider l'industriel à lancer une nouvelle gamme d'échangeurs à plaques et ondes brasées en acier inoxydable pour des applications dans le domaine des hautes températures et hautes pressions. Fort de son expérience dans le domaine du brasage d'échangeurs en aluminium pour des applications dans le domaine de la cryogénie, Fives Cryo, une ETI de Golbey qui a passé le TRL 6 avec un démonstrateur en acier inoxydable, souhaite passer à l'étape d'industrialisation de l'appareillage. Pour cela, il faut finaliser certains développements technologiques. Ainsi, un consortium de 4 laboratoires **partenaires** s'est réuni pour lever certains verrous scientifiques et technologiques afin de permettre une mise en production :

- L'**IJL** (Institut Jean Lamour), pour l'étude du déroulement de la mise en place des structures de solidification avec les conditions de brasage mises en œuvre, mais aussi pour l'élaboration et à la mise en œuvre des revêtements anticorrosion pour un dépôt réalisé après assemblage.

- La halle des matériaux de L'**EEIGM** (Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux), pour la réalisation de prototypes de taille industrielle, mais aussi à leur caractérisation.
- Le **LEM3** (Laboratoire d'Études des Microstructures et de Mécanique des Matériaux) : pour l'étude des liaisons soudées sur une matrice brasée qui constituent des zones d'hétérogénéité tant mécanique que microstructurale.
- Le **LEMTA** (Laboratoire d'Énergétique & de Mécanique Théorique et Appliquée), avec pour **objectif** l'intégration de capteurs thermiques permettant le pilotage de l'échangeur et la mise au point d'un outillage de compression de l'ensemble à braser.

Réalisation : Un budget de 240 k€ environ était alloué au LEMTA, budget qui a notamment permis à l'embauche d'un chercheur post-doctoral pour 24 mois. Ce dernier est en charge de développer le concept des capteurs visant à aider au pilotage de l'échangeur. Cette mission est suivie d'un contrat de 28 mois pour un ingénieur d'étude qui a la tâche de mettre en œuvre ce concept mais aussi de travailler à développer l'outillage de compression pour la charge Inox au cours du brasage. La mission du chercheur post-doctoral (Waseem AL HADDAD) a permis le développement d'un concept de capteur virtuel permettant la détection précoce de l'encrassement des échangeurs. En effet, les échangeurs en acier inoxydable sont parcourus de fluide « sale » contrairement aux technologies aluminium commercialisées par Fives Cryo pour la liquéfaction de l'air (fluides propres). Pour cela, à partir des variations temporelles des données de température relevées en entrée fluide, en sortie fluide ou en paroi de l'échangeur, on peut identifier une fonction de transfert intrinsèque à la structure de ce système. Si le système est altéré, cette fonction de transfert est modifiée. Ce concept a été validé expérimentalement sur une boucle fluide à eau liquide utilisant une maquette à deux passes. L'encrassement a été détecté alors qu'il n'était pas visible sur les paramètres de circulation du fluide.

La mission de l'ingénieur d'étude (Benoit PFORTNER) est de mettre en œuvre le concept de capteur virtuel développé sur des systèmes plus représentatifs de l'échangeur inox commercialisé. Cependant, il s'est avéré que l'approche par fonction de transfert était mise en échec par de trop forts gradients de température au sein de l'échangeur. C'est pourquoi, nous avons modifié l'approche en identifiant un modèle paramétrique de type ARX plutôt qu'une fonction de transfert, moins sensible à la thermodépendance des propriétés physiques du fluide ; approche qui s'est montrée efficace sur un système à deux passes liquides, plus proche de la réalité.

En parallèle, l'ingénieur d'étude a mené le travail sur l'outillage de compression entourant la charge à braser dans le four. Sur les brasages d'aluminium à 600°C, cet outillage est en alliage à base nickel présentant un différentiel de dilatation important à hautes températures avec la charge en aluminium qui permet de maintenir les plaques et ondes sous pression. Cependant, lors du brasage de l'inox à 1200°C, il n'y a plus cette différence de dilatation. Ainsi, il faut trouver un moyen de maintenir la pression appliquée par des tirants de compression. À l'aide d'une modélisation sur les outils numériques FlexPDE et COMSOL Multiphysics, l'ingénieur d'étude a proposé des solutions technologiques pour retarder la chauffe de l'outillage de compression afin de conserver le différentiel de dilatation par rapport à la charge du four de brasage.

3.9 Résumé des projets de recherche

JUMBRAS	BPI-iDEMO GRAND EST	2023-2027	Porteur
METEOR	ANR/CANOPEE	2023-2027	Participation
MCMET	ANR	2023-2027	Participation
MATICS	BPI/PIA4	2023-2027	Participation
ESFR SIMPLE	Europe	2022-2026	Participation
IMOX	IRT/ANR	2022-2023	Porteur/coordonateur
IMASQUE	IRT/ANR	2021-2022	Participation
THERMOUSSE	CARNOT ICEEL	2020-2023	Participation
STOCK'NRJ	FEDER	2019-2023	Participation
LOVV	ANR LabCom	2016-2019	Participation
EPHAISTOS	FEDER/REGION LORRAINE	2014-2020	Porteur
3Ω	CARNOT ICEEL	2012-2015	Participation

3.10 Responsabilité collective

- **Membre du conseil de laboratoire du département TREFLE de l'I2M-Bordeaux de 2007 à 2010**
- **Participation à des comités de sélection :**
 - 2015 : Poste maitre de conférences Université de Bordeaux/I2M TREFLE
 - 2018 : Poste maitre de conférences Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Bordeaux/I2M TREFLE
 - 2020 : Poste de maitre de conférences Université de Nantes/LTeN

3.11 Rayonnement scientifique

- **Reviewing d'article scientifique**
 - **Journaux à comité de lecture**
 - International Journal of Thermal Science (IJTS)
 - International Journal of Heat and Mass Transfer (IJHMT)
 - **Congrès international**
 - International Heat Transfer Conference (IHTC)
 - **Congrès national**
 - Société française de thermique (SFT)
- **Membre de la Société Française de Thermique**
 - Membre depuis 2011
 - Co-président du comité d'organisation de la SFT 2026 qui se tiendra à Nancy
 - 19 contributions dans les actes
- **Membre du GDR Tamarys (Transferts rAdiatifs, MATériaux, pRocédés et Systèmes aSsociés)**
 - Responsable de l'organisation des 5^{èmes} journées annuelles à Nancy
 - Animateur de l'axe transverse « Récupération de la chaleur hautes températures en industrie intensive »
- **Membre du groupe METTI (MEsures Thermiques et Techniques Inverses)**
 - Membre depuis 2015
 - Responsable de l'organisation de l'école thématique METTI 2027
- **Membre du laboratoire Commun Saint Gobain/CNRS/CEMHTI CANOPEE**
 - Membre fondateur
 - Membre du comité de pilotage
- **Participation au GDR Verre et à RéVeLOR (Réseau des Verriers Lorrain)**

- **Fête de la science**

Mise en place et tenue de 5 stands consacrés à la thermographie infrarouge et à la thermique du bâtiment de 2014 à 2019 à Nancy et Mise en place de 2 stands à Cap Sciences à Bordeaux en 2007 et 2008.

- **Responsabilité de la plateforme labélisée Star-LUE(***) de caractérisation thermique à hautes températures du LEMTA** comprenant :

- 2 diffusivimètres hautes températures
 - Dispositif commercial LFA LINSEIS (20-1600°C)
 - Diffusivimètre 3D LEMTA (20-1500°C)
- 3 calorimètres Dispositifs existants
 - Calorimètre SETARAM μ SDSC3 (-20 à 80°C)
 - Calorimètre NETZCH Phoenix (20 à 700°C)
 - Calorimètre SETARAM MHTC (-20 à 80°C)
- Conductivimètres
 - CFM et 4L pour isolant hautes températures de 20 à 1000°C
 - Fil chaud parallèle de 20 à 1500°C
 - Mesure de conductivité thermique de liquide à l'ambiante
 - Enceinte climatique (-10 à 80°C)
 - Mesure sous pression 10^{-6} mbar à 10 bar
 - NETZSCH HFM 436
- 6 caméras infrarouges et 1 pyromètre
 - 3 InSb Broad-band (1,5 μ m-5,5 μ m) dont 2 multi-spectrales
 - 1 EM-CCD (0,3 μ m-1,1 μ m)
 - 1 InGas (0,8 μ m-2,5 μ m)
 - 1 HgCdTe (8 μ m-9,5 μ m)
- 4 corps noirs :
 - Etendu de -10°C à 100°C 10x10cm
 - Etendu de 20°C à 600°C 10x10cm
 - Étendu de 20°C à 550°C 30x30cm
 - À cavité de 20°C à 1600°C
 - À cavité de 600°C à 1600°C
- Spectrométrie :
 - 2 vari-spectres dans le visible et le proche infrarouge
 - 2 mini-spectromètres couvrant la plage de longueur d'onde des vari-spectres

4. Focus scientifique : mesure des propriétés thermiques de matériaux semi-transparents

Mes activités de recherche visaient à développer des méthodes d'estimation de paramètres thermiques d'un matériau ou d'un système. Cette thématique de recherche peut être décomposée en trois axes :

- La caractérisation thermique des matériaux : métrologie thermique,
- L'efficacité des systèmes thermiques industriels,
- Le captage/stockage de la chaleur fatale industrielle.

L'estimation des propriétés thermophysiques des matériaux est l'axe sur lequel je travaille depuis le début de mes activités de recherche (stage de master en 2006). C'est donc logiquement l'axe le plus abouti avec, entre autres, l'encadrement de quatre stagiaires, d'une mission d'ingénieur d'études, de trois doctorants, d'un post-doctorant et d'une mission d'ingénieur d'études, la coordination et la participation à de nombreux projets locaux, nationaux et internationaux... J'ai d'abord développé cet axe au sein de l'équipe THOMAS (Thermique et Optique des Matériaux et Système), puis au sein de l'Opération Scientifique (OS) Gestion de la Chaleur (GC) du LEMTA. L'expertise acquise au fur et à mesure des dix-sept dernières années a conforté mon souhait de continuer et de renforcer ces activités de recherche, de coordination de projet et d'encadrement grâce à une habilitation à diriger des recherches.

Depuis les années 2000, les méthodes d'estimation des propriétés thermiques des matériaux dont les éprouvettes sont denses, homogènes, solides, opaques et isotropes à des échelles méso et macroscopique ont été largement étudiées et posent de moins en moins de challenges d'un point de vue théorique et techniques. En effet, de nombreux travaux ont permis l'avènement de méthodes exploitables commercialement via les calorimètres de types Tian Calvet [3] pour la mesure de la capacité calorifique et les LFA (Laser Flash Apparatus) pour la mesure de la diffusivité thermique [4], à tel point que des standards et normes de mesures ont pu voir le jour pour ce type de matériaux.

Néanmoins il reste de nombreux défis scientifiques et technologiques concernant les matériaux minces, anisotropes, siège de transfert couplé (liquides, semi-transparents), hétérogènes et mis en œuvre dans des conditions extrêmes (hautes températures, atmosphères spécifiques) entre autres. L'étude de transferts couplés aux très petites échelles de temps et d'espace et dans les différentes dimensions de l'espace est complexe et constitue pourtant un enjeu majeur dans le domaine d'intérêt. C'est pour répondre à ces problématiques que j'ai œuvré ces 10 dernières années au développement de la plateforme de caractérisation thermique à haute température du LEMTA permettant de mesurer les propriétés thermiques de matériaux hétérogènes, poreux, anisotropes, solides, liquides, semi-transparent de l'ambiante à 1500°C et d'une échelle micrométrique à décimétrique.

Cette section présente ma contribution sur la détermination des propriétés thermiques de matériaux complexe dans des conditions spécifiques.

4.1 Préambule : Mesure de propriétés thermiques sur des couches minces opaques.

Mon appétence pour l'estimation thermique des matériaux a débuté par mon travail de thèse et de DEA [5] au Département TREFLE de l'I2M-Bordeaux sur la caractérisation thermique de matériaux servant pour les mémoires à changement de phase dites PRAM [6][7], une technologie envisagée il y a une dizaine d'années pour améliorer la densité de stockage de mémoire non volatile. Dans ces mémoires, le bit (0 ou 1) est obtenu par un changement de propriétés électriques par le passage d'un état amorphe isolant à un état cristallin conducteur. Il s'agit de mettre au point des méthodes de mesures permettant d'estimer les conductivités thermiques et résistances aux interfaces de couches minces constitutives des PRAM sur la plage de fonctionnement de ces mémoires à l'état solide (0-500°C). Les matériaux que l'on souhaite étudier sont déposés sur des substrats en silicium sous forme de dépôts minces (de 100 à 1000 nm environ). On soumet ces dépôts à une brève perturbation thermique, puis l'ajustement d'un modèle théorique par variations de paramètres sur la réponse thermique nous permet de déterminer les propriétés souhaitées.

4.1.1 Dispositifs expérimentaux

Les échantillons sont déposés sous forme de film mince sur des substrats en silicium dont l'épaisseur est bien plus grande que celle des dépôts. Afin de faciliter l'absorption d'une excitation photothermique, le dépôt est surmonté d'une couche métallique transductrice (Figure 1). On suppose que le matériau étudié est sur une plage de diffusivité thermique variant de 10^{-6} à 10^{-4} $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$. Deux dispositifs expérimentaux sont utilisés :

- La radiométrie photothermique pour une expérience brève (de la milli à la micro seconde), pour étudier des dépôts minces (~ 100 nm d'épaisseur).
- La thermorélectométrie pompe sonde résolue en temps sur des durées ultra-brèves (de l'ordre de la pico à la nanoseconde) pour étudier des phénomènes sur des échelles nanométriques (résistance liée aux interfaces)

Dans les deux cas, on réalise une excitation photothermique en face avant et une mesure de la réponse thermique sur cette même face.

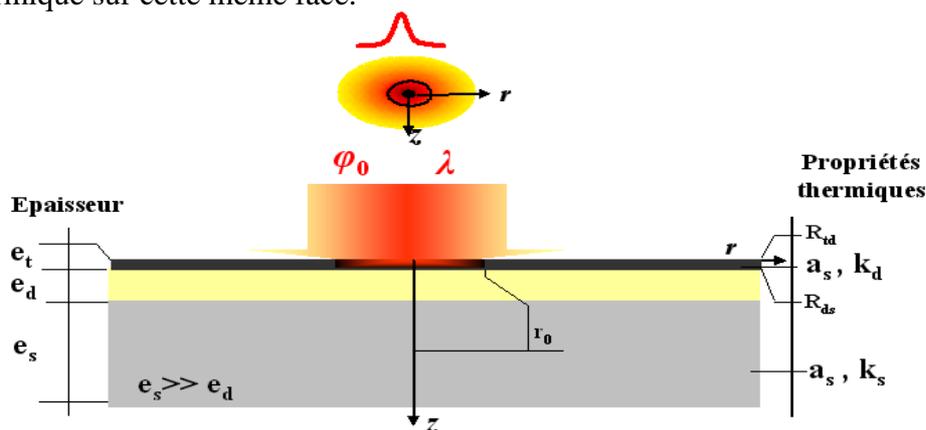


Figure 1 : Configuration d'un échantillon analysée par thermorélectométrie pompe sonde résolue en temps et par radiométrie photothermique

4.1.1.1 Radiométrie photothermique

La radiométrie photothermique est une méthode de métrologie thermique sans contact reposant sur la mesure du rayonnement infrarouge émis par une surface, en réponse à une excitation photothermique transitoire. La radiométrie photothermique est une technique dont le fondement a

été posé pour la première fois par Cowan [8] et pleinement développée par Nordal en 1979 [9]. Son principe repose sur l'utilisation d'une source lumineuse qui produit une excitation thermique. Celle-ci peut être impulsionnelle [10][11][12], périodique modulée [9], ou aléatoire [13] et sa distribution spatiale peut être uniforme ou d'un profil plus complexe (gaussien par exemple). Le rayonnement d'excitation est absorbé par un matériau et il en résulte une élévation de température très faible (1K). Le flux de chaleur ainsi émis est mesuré via un détecteur du rayonnement thermique et converti en signaux électriques. Dans notre cas, on réalise une excitation périodique. L'analyse des données se fait ainsi plutôt dans le domaine fréquentiel que dans le domaine temporel (Figure 2).

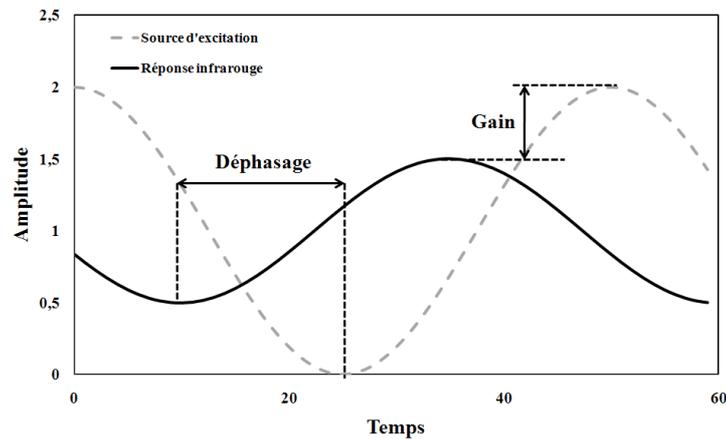


Figure 2 : Amplitude et phase des signaux d'excitation et de réponse infrarouge modulée

Le signal étant généralement très bruité, un amplificateur à détection synchrone mesure l'amplitude et la phase entre le signal photothermique d'excitation et la réponse en rayonnement infrarouge de l'échantillon. En balayant une large plage de fréquence d'excitation de 1kHz à 100kHz, il est possible par une approche inverse à partir des données expérimentales et d'un modèle mathématique, de déterminer la résistance thermique de dépôts. En faisant cela sur des couches de différentes épaisseurs, on peut en déduire une conductivité thermique et des résistances thermiques aux interfaces. Les résultats obtenus en amplitude et en phase sont ajustés sur ceux issus du modèle via un algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt implémenté sous Matlab [14]. Le dispositif permettant de réaliser cela a été développé au cours de ma thèse et est présenté en Figure 3.

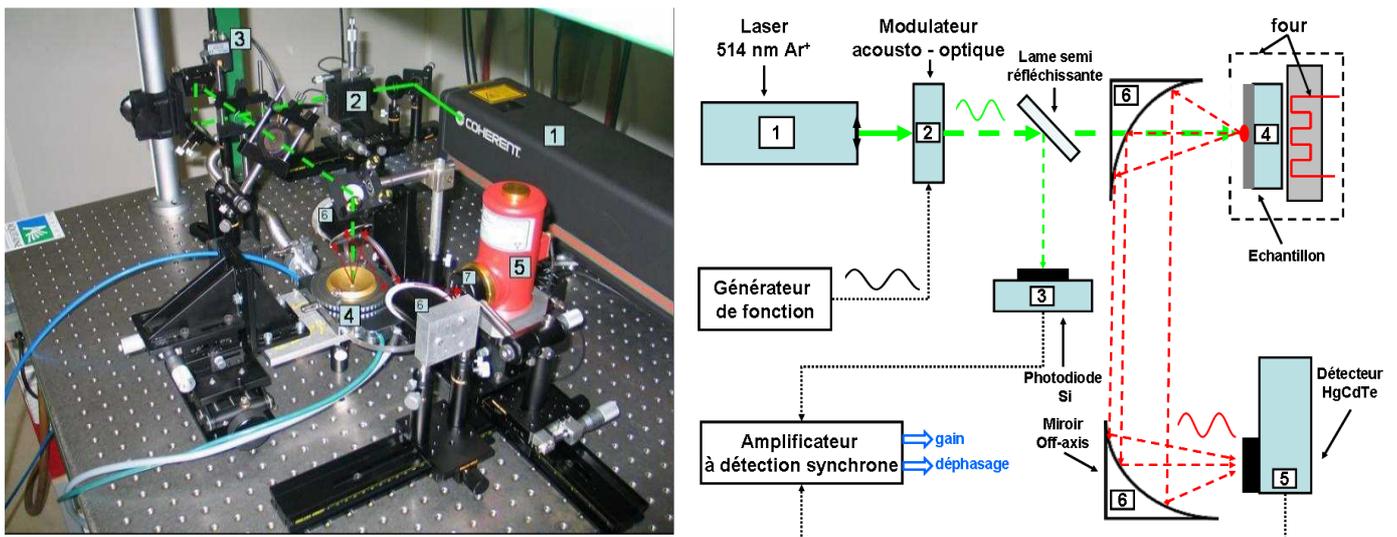


Figure 3 : présentation d'un montage de radiométrie photothermique modulée

Il est réalisé à partir des travaux de Mandelis et al. [15] sur les matériaux semi-conducteurs ainsi qu'à partir des travaux de Battaglia et Kusiak [16] sur les dépôts minces isolants et des travaux de Martinsons [17] sur les dépôts minces métalliques. La source d'excitation utilisée ici est un laser ¹ de distribution spatiale pseudo-gaussienne et pouvant être collimaté facilement. Ce faisceau est modulé périodiquement en intensité par un modulateur acousto-optique ² permettant de faire varier périodiquement le signal optique du Hz au MHz sans détériorer le profil géométrique de la tâche laser. Une photodiode rapide ³ (temps de montée de l'ordre de la nanoseconde) mesure le signal laser en sortie de modulateur afin de fournir une référence pour la mesure de l'amplitude et de la phase. L'utilisation de ce capteur placé à cet endroit est liée au fait que le modulateur acousto-optique peut retarder le signal et donc ajouter un déphasage supplémentaire variant avec la fréquence. Le signal photothermique d'excitation chauffe l'échantillon (couche mince) maintenu à une température isotherme d'estimation par une platine chauffante fermée par un hublot en BaF₂ ⁴ placée sous atmosphère contrôlée ou sous vide pour éviter toute détérioration de la couche mince par évaporation ou oxydation. Le signal de réponse émis par l'échantillon sous forme de rayonnement infrarouge est collecté et focalisé par un système de miroirs sur un mono-détecteur infrarouge ⁵.

4.1.1.2 Thermoréflectance pompe sonde

Cette technique repose sur le principe de mesure de la variation de réflectivité d'un échantillon consécutive à une excitation photothermique ultra-brève (quelques fs ou ps). Elle est décrite en Figure 4 : Principe de la technique pompe-sonde en thermoréflectométrie. Les perturbations ainsi engendrées par l'absorption d'une source optique ultra-brève "pompe" entraînent des phénomènes de dilatation thermique du réseau atomique liés à la propagation d'un flux de chaleur. Ces phénomènes se traduisent par une modification locale des propriétés optiques n_r et κ_r respectivement indice de réfraction et coefficient d'extinction optique du matériau (partie réelle et imaginaire de l'indice optique complexe). Ces variations locales de propriétés optiques sont mesurées par une autre source optique dite "sonde" non perturbatrice. Celle-ci est réfléchi par l'échantillon perturbé et ses variations d'intensité lors de la relaxation thermique du matériau permettent d'établir la réponse thermique à une excitation photothermique.

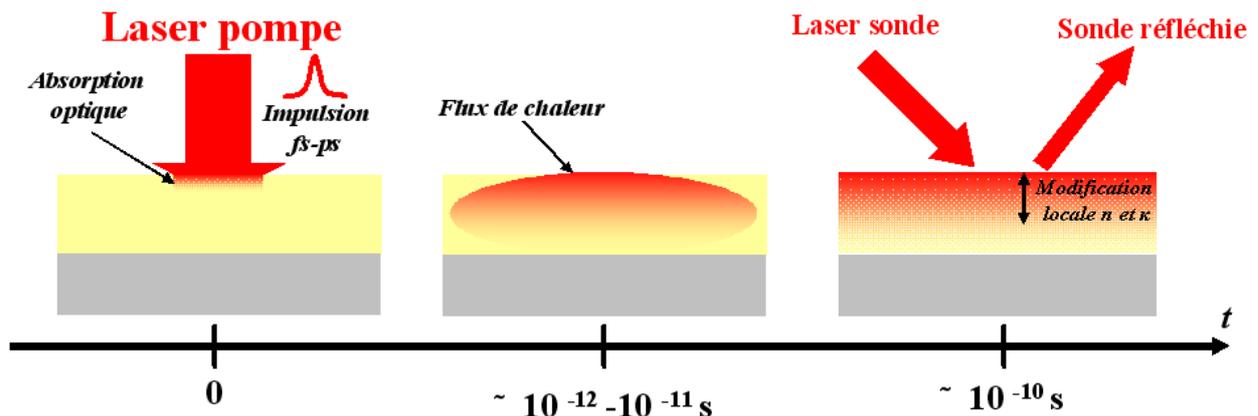


Figure 4 : Principe de la technique pompe-sonde en thermoréflectométrie

Ainsi, la mesure de variation relative de l'intensité du faisceau de sonde réfléchi permet d'obtenir le profil en température de la relaxation thermique en réponse à l'excitation pompe [18]. Il s'agit en résumé d'une méthode Flash avec mesure et excitation face avant à très grande vitesse (thermogramme type en Figure 5).

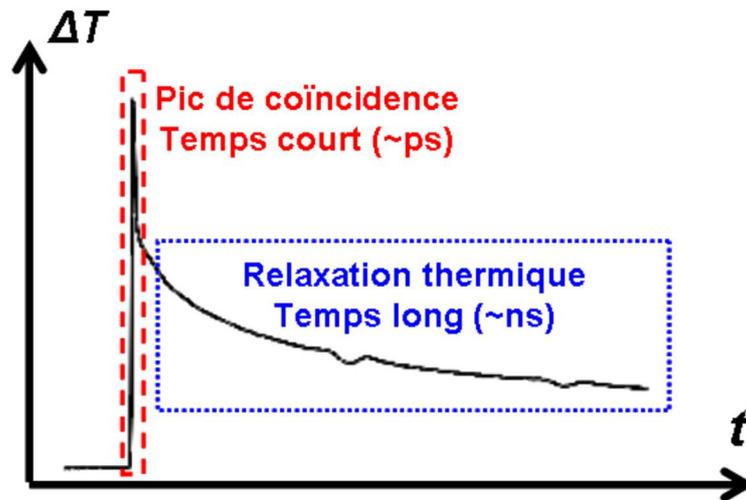


Figure 5 : Thermogrammes en réflectométrie obtenus par un dispositif pompe sonde

L'étude des couches minces des matériaux PRAM en thermoréflectométrie est réalisée sur un dispositif pompe sonde synchrone résolu en temps développé au Département APY de l'I2M-Bordeaux dans les années 2000 [19]. Le principe de fonctionnement et la numérotation de chacun des éléments de ce banc est décrit sur le schéma en Figure 6

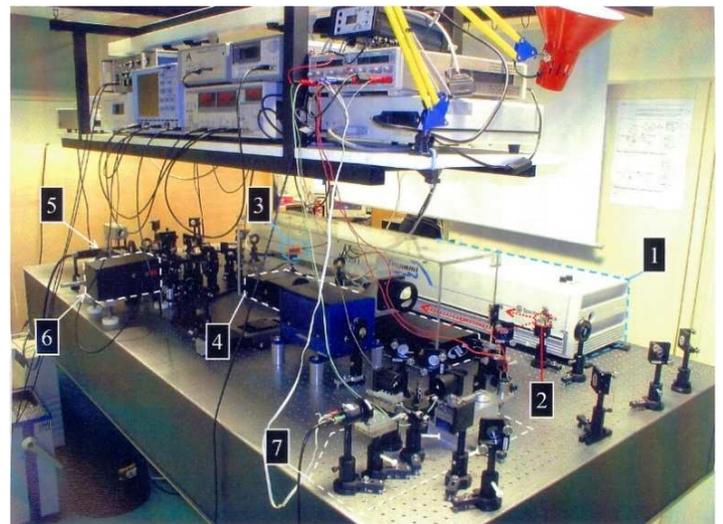
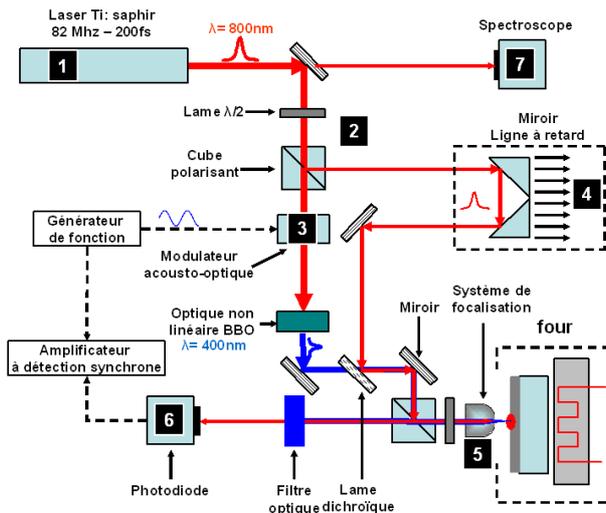


Figure 6 : Descriptif d'un banc pompe sonde en réflectométrie à incidence normale

Ce banc est composé d'un laser impulsif (noté **1**) qui fournit les impulsions laser avec une fréquence de répétition de 82 MHz. Un spectromètre placé directement en sortie de laser **7** permet de mesurer la distribution temporelle de l'impulsion à partir de sa distribution spectrale. Le faisceau est polarisé par une lame $\lambda/2$, ce qui permet ensuite la séparation en deux faisceaux par un cube séparateur **2**:

- Le faisceau pompe est modulé périodiquement en intensité à une fréquence f_m par un modulateur acousto-optique **3**. Cette modulation est réalisée afin d'isoler - en considérant cette fréquence comme référence - les variations de réflectivité relative mesurées par la sonde variant périodiquement à f_m . Ce faisceau traverse ensuite une optique non linéaire, la longueur d'onde du faisceau de pompe est alors divisée par deux. Cette opération est

réalisée afin de faciliter la détection de la sonde par rapport à la pompe via un filtrage de la longueur d'onde de pompe. Il faut considérer au moins un rapport 1/5 pour considérer la sonde comme non perturbatrice pour l'étude de la propagation d'un flux thermique.

- L'impulsion sonde traverse un dispositif appelé ligne à retard ^[4] qui allonge son parcours par rapport au faisceau Pompe. L'impulsion sonde est ainsi décalée temporellement par rapport à l'impulsion pompe. Ce décalage se fait pas à pas et la mesure de l'intensité de la sonde réfléchiée pour chaque pas par l'échantillon via une photodiode ^[6], permet d'obtenir la courbe de variation de la réflectance. Cette dernière correspond ainsi à la relaxation thermique de la surface de l'échantillon suite à l'excitation pompe. Un tel décalage temporel est nécessaire pour permettre une mesure avec une résolution temporelle inférieure à la picoseconde.

Les faisceaux pompe et sonde sont focalisés via un objectif de microscope ^[5] sur l'échantillon. Ils sont ensuite réfléchis par ce dernier. La réflexion est ensuite filtrée à la longueur d'onde de la pompe. Ainsi, seul le faisceau sonde mesuré par la photodiode rapide est converti en signal électrique qui permet de fournir un thermogramme de type Flash avec excitation face avant et mesure face avant.

4.1.2 Modélisation du transport de la chaleur dans les couches minces

Les échelles d'espace et de temps étudiées sont suffisantes pour considérer que la loi de Fourier s'applique. La configuration générale des échantillons utilisés en thermoréfectométrie et en radiométrie photothermique est similaire. Une couche métallique (10-30 nm) joue le rôle transducteur optique et surmonte le dépôt à analyser (0,1-1 μ m), lui-même déposé sur un substrat de silicium (0,6 mm). La source optique laser, d'incidence normale à la surface de l'échantillon, possède une distribution gaussienne comme présenté sur la Figure 1. Ce système présente une symétrie de révolution cylindrique autour de l'axe z. Dans le cas général, la résolution de l'équation de diffusion de la chaleur sera donc faite dans le système 2D axisymétrique de coordonnées cylindriques (r,z). Pour ce faire, il faut appliquer la transformée de Laplace (variable temporelle) et la transformée de Hankel (variable d'espace r). On utilise pour cela le formalisme des quadripôles thermiques [20] ou chaque couche peut être assimilée par analogie électrique à un réseau d'impédance pouvant être représenté mathématiquement par un quadripôle (Figure 7) thermique (matrice 2x2) dans l'espace de Laplace (et Hankel dans notre cas de figure)

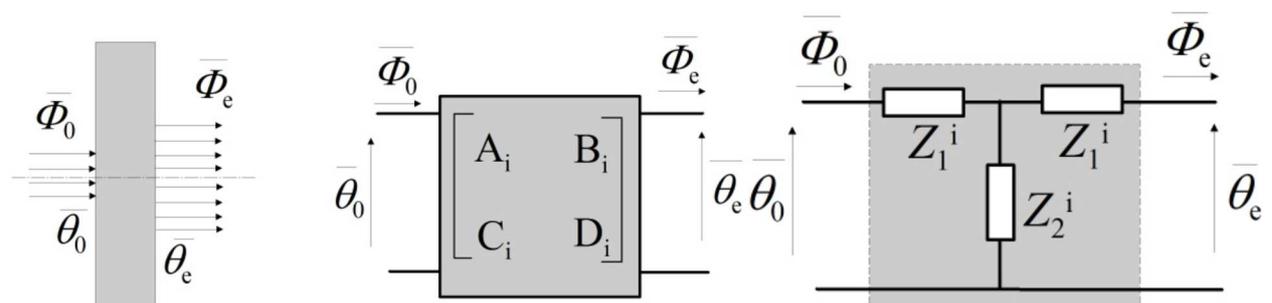


Figure 7 : Représentation d'une couche par un quadripôle/réseau d'impédance dans l'espace de Laplace

Dans le cas de la diffusion 2D axisymétrique dans une couche d'épaisseur e_i de conductivité k_i et de diffusivité a_i , les coefficients de cette matrice quadripolaire peuvent s'écrire ainsi

$$A_i = D_i = \cosh(\gamma_i e_i), \quad B_i = \frac{\sinh(\gamma_i e_i)}{\gamma_i k_i} \quad C_i = \gamma_i k_i \sinh(\gamma_i e_i) \quad (1)$$

Avec :

$$\gamma_i = \sqrt{\frac{p}{a_i} + \alpha_n^2}$$

En considérant un échantillon de rayon r_e , α_n est la solution de la relation $J_1(\alpha r_e) = 0$ qui est une équation transcendante possédant une infinité de solutions.

Ainsi la configuration expérimentale présentée en Figure 1 peut être représentée sous la forme du réseau d'impédance (Figure 8). On suppose qu'en face avant la condition limite est de type Newton tel que : $\varphi = h_s(T-T_\infty)$

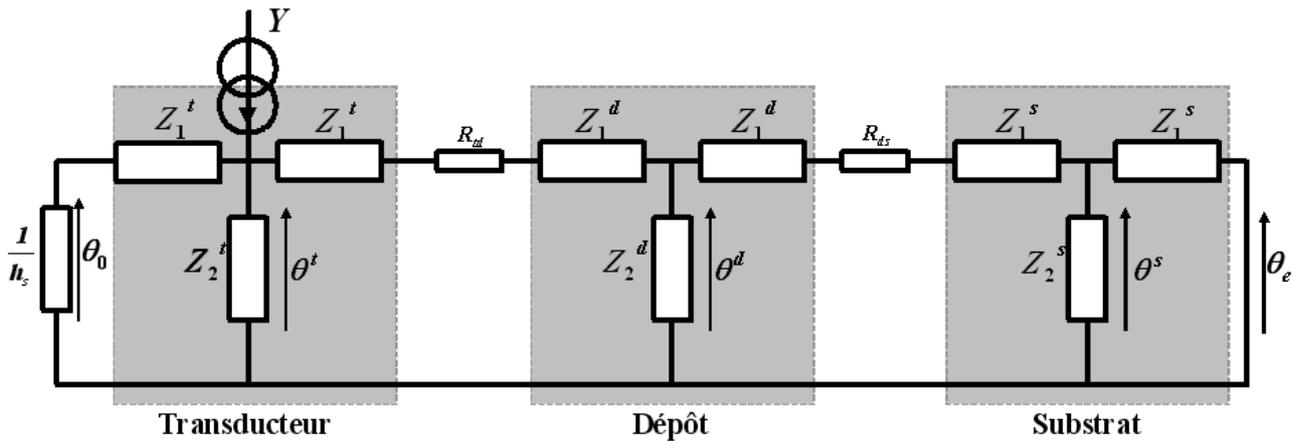


Figure 8 : Modélisation de la diffusion de la chaleur dans l'échantillon tri-couche à partir du formalisme des impédances thermiques

Concernant les mesures par radiométrie photothermique, il est possible de simplifier le modèle ci-dessus :

- Tout d'abord le terme d'échange h_s peut être négligé aux temps courts, comme pour la méthode Flash, on peut le considérer nul pour des expériences d'une durée de l'ordre de la milliseconde (ou du kHz si on raisonne en termes de fréquence), surtout dans un dispositif sous vide.
- La zone couverte par le faisceau laser d'excitation de rayon et la zone d'émission présentent une symétrie cylindrique autour de l'axe de la tache laser. Les transferts de chaleur peuvent être représentés grâce à une géométrie 2D axisymétrique autour de l'axe z . Cependant, cette géométrie des transferts varie en fonction de la fréquence. Au-delà d'une fréquence d'excitation de 1 kHz, il est possible de considérer le transfert 1D suivant l'axe z .
- Avec une fréquence d'excitation comprise entre 1 et 100 kHz, il est possible de considérer le substrat en silicium comme un milieu semi-infini, et le dépôt, le transducteur et ses interfaces comme une résistance thermique noté R_{th} . En effet, la pénétration de l'onde de chaleur est très grande devant l'épaisseur du dépôt (mais reste petite devant celle du substrat).

Il est donc possible de simplifier le modèle présenté en Figure 8 en un modèle plus simple (Figure 9).

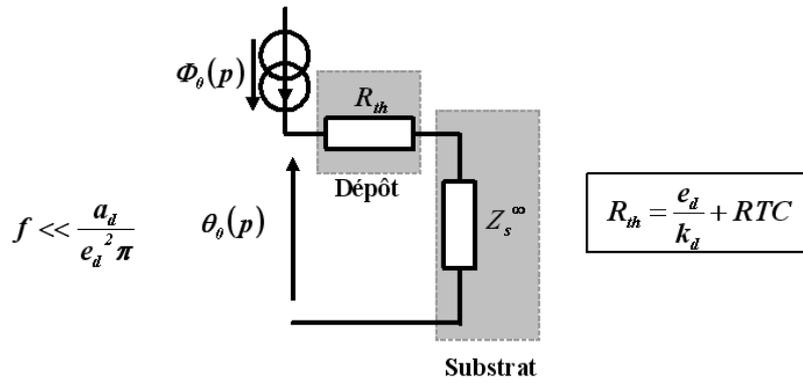


Figure 9 : Modélisation du problème thermique par analogie électrique pour la configuration des échantillons étudiés en radiométrie photothermique modulée

Plusieurs modélisations ont été implémentées sous Matlab (Figure 10) en considérant le transfert 1D ou 2D axisymétrique et en considérant le dépôt soit comme une résistance soit comme une impédance thermique sur une large plage de fréquence et avec les hypothèses simplificatrices mentionnées.

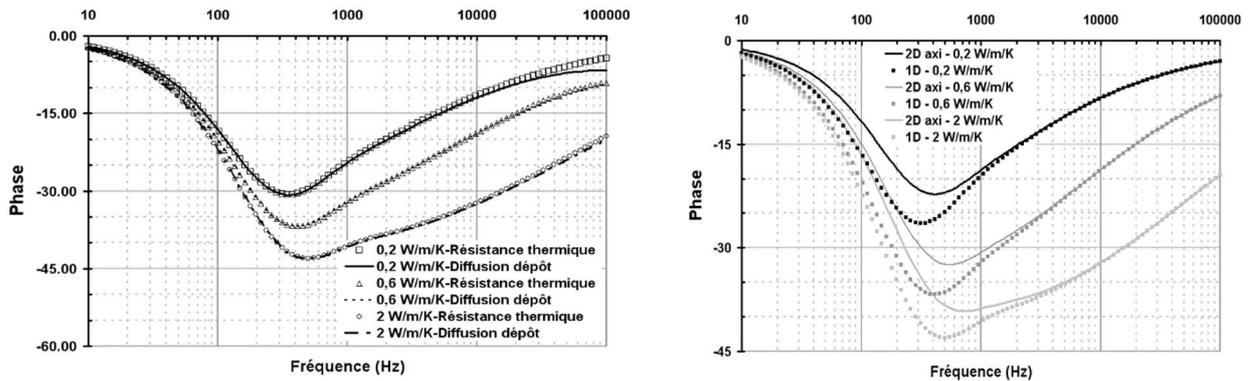


Figure 10 : Simulation d'une expérience de radiométrie photothermique modulée : Variation de la phase simulée à partir du modèle prenant en compte le dépôt comme une impédance thermique ou une résistance thermique (à droite) Variation de la phase simulée à partir du modèle prenant en compte le transfert dans le dépôt comme 1D ou 2D axisymétrique (à gauche)

A noter que le fait de travailler en radiométrie photothermique modulée nous permet d'identifier directement les grandeurs thermiques sur un gain ou un déphasage obtenu par un système de détection synchrone prenant le signal d'excitation laser en référence. Il n'est pas nécessaire d'effectuer une transformée inverse de Laplace sur la température modélisée $\theta_\theta(p)$. L'impédance totale du système (Figure 9), obtenue via le formalisme des quadripôles, nous permet de calculer une amplitude et une phase de la réponse thermique à la surface de l'échantillon. On pourra ajuster celle-ci sur les données expérimentales fournies par la détection synchrone (gain et déphasage). Les propriétés thermiques des couches minces sont obtenues par la minimisation de l'écart simulation-expérience en faisant varier les paramètres thermiques du modèle.

4.1.3 Résultats : Estimation des propriétés thermiques des couches minces

Cette méthode a permis d'estimer la conductivité thermique de dépôts minces de verre chalcogène $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ (GST). Comme indiqué précédemment, le dispositif de radiométrie photothermique nous permet d'identifier une résistance thermique englobant celles du dépôt à analyser et les résistances à l'interface. Pour remonter à la conductivité thermique du matériau constituant la couche mince, il convient de faire l'estimation sur plusieurs échantillons ayant des dépôts d'épaisseurs différentes. En traçant la résistance thermique identifiée en fonction de l'épaisseur du dépôt (Figure 11), il est possible d'estimer la conductivité thermique du dépôt (pente de la droite) et aux résistances aux interfaces (ordonnée à l'origine).

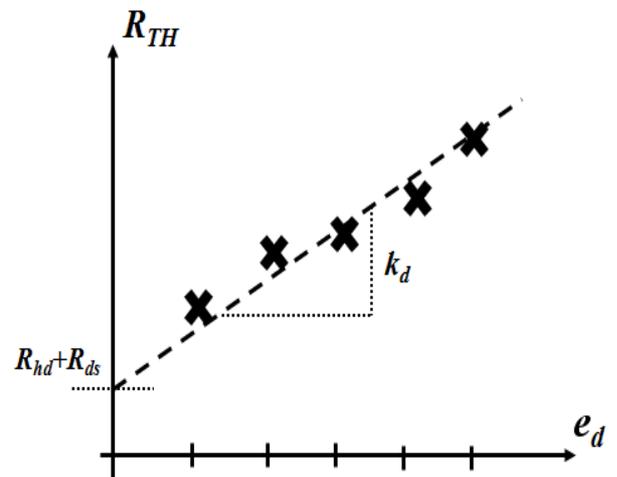


Figure 11 : Résistance thermique en fonction de l'épaisseur d'un dépôt

L'expérience est menée sur la plage de fréquence d'excitation 1-50 kHz avec cinq épaisseurs différentes de GST différentes (100, 210, 420, 630 et 840 nm) déposés sur substrat silicium et surmontés d'un transducteur platine. On identifie ici une résistance thermique comprenant la couche de GST et les deux interfaces GST/Pt et GST/Si.

Les isothermes d'estimation varient sur une plage de température allant de 20 à 400°C. Les résistances thermiques identifiées (Figure 12) permettent de calculer des conductivités thermiques telles que présentées en Figure 13 et des résistances d'interfaces comme présentées en Figure 14. On notera les transitions de phases successives réalisées par le matériau à changement de phase : d'une structure amorphe à l'ambiante, il passe ensuite à un état cristallin cubique (cfc) vers 150°C puis dans une structure hexagonale (hcp) qu'il conserve en revenant à l'ambiante.

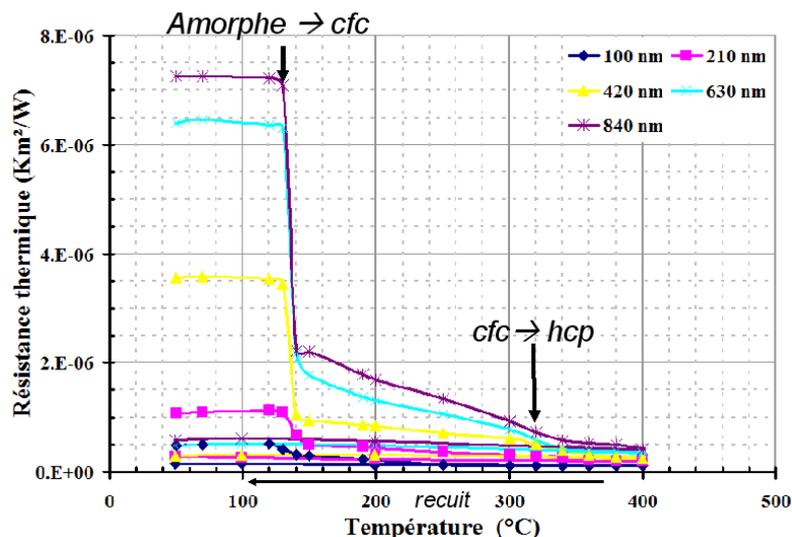


Figure 12 : Résistance thermique de cinq dépôts élément GST de 100 à 840 nm d'épaisseur sur une plage de température allant de 20 à 400°C avec valeur après recuit

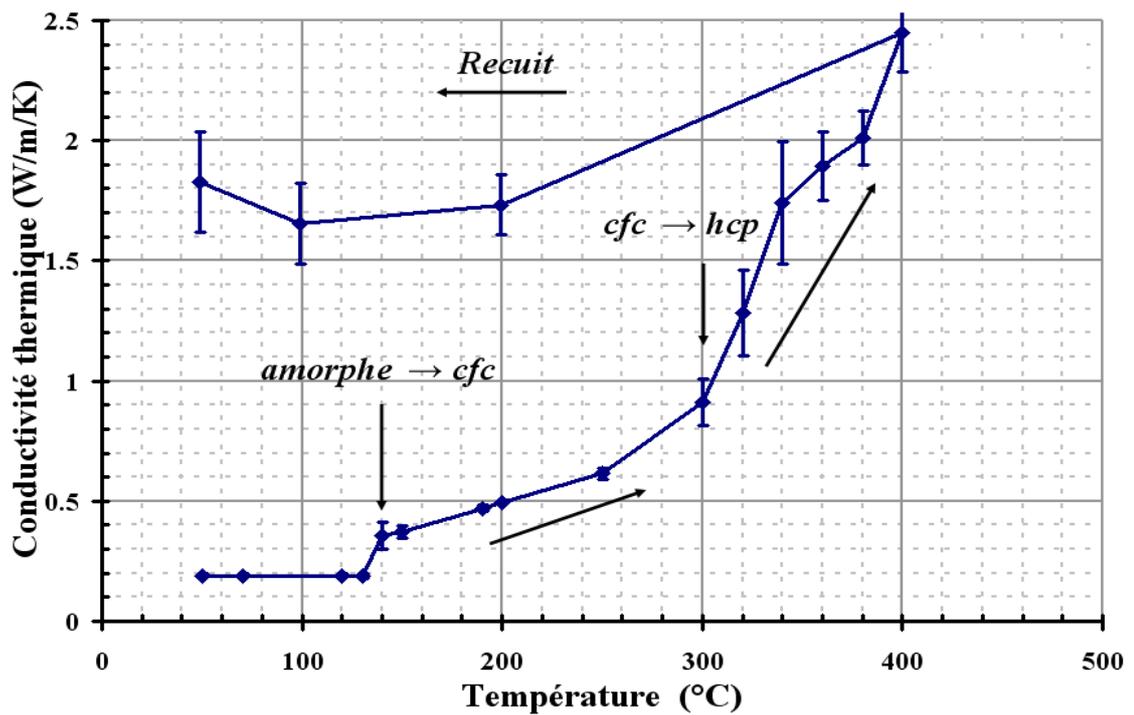


Figure 13 : Conductivité thermique d'un verre GST en fonction de la température obtenue à partir des résistances thermiques identifiés sur la Figure 12

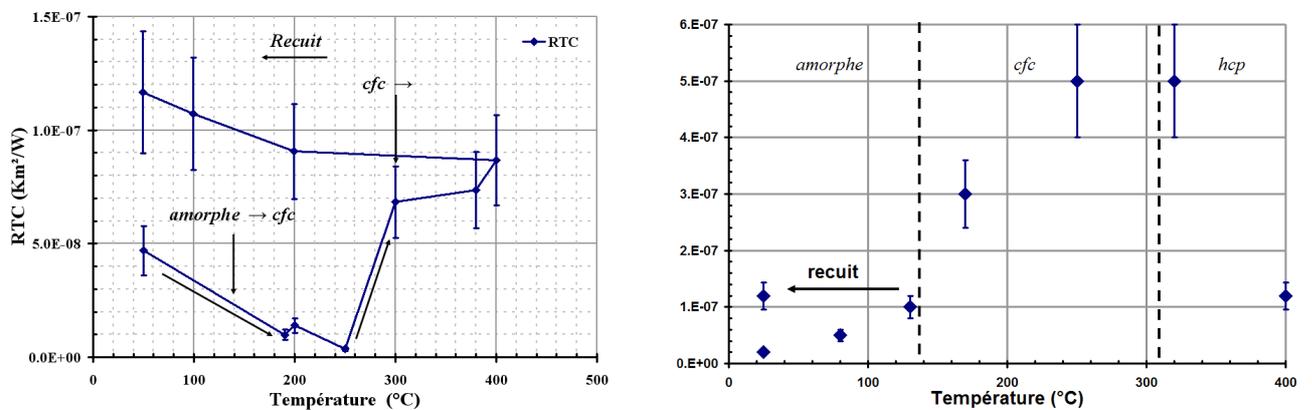


Figure 14 : Somme des résistances thermiques de contact du système Si/GST + GST/Pt obtenu par radiométrie photothermique (à gauche). Résistance thermique à l'interface GST/Al de 25 à 400°C obtenue par thermorélectance pompe sonde (à droite)

4.1.4 Bilan de ces travaux

Les valeurs de conductivités thermiques estimées sont conformes aux données de la littérature scientifique [21]. Ces résultats originaux ont été valorisés sous formes d'article [P1-P5, P7-P8] et d'acte de congrès [CI1-4, CF1-5]. Ces travaux sont la base de l'approche que j'ai utilisée et enrichie dans les travaux suivants, à savoir :

- Déterminer la meilleure configuration expérimentale à partir des temps caractéristiques de diffusion de la chaleur dans l'échantillon et essayer de s'affranchir au maximum des échanges thermiques avec l'extérieur.
- Développer un modèle général que l'on simplifiera par la suite, si possible, pour arriver à une configuration 1D des transferts.
- Utiliser des méthodes inverses pour affiner l'estimation des paramètres (algorithme d'inversion, étude de sensibilités aux paramètres...)

L'aller-retour entre modèle et dimensionnement de l'expérience est long à mener mais indispensable.

4.2 Caractérisation des barrières thermiques à hautes températures

Faisant suite à mon travail de thèse, j'ai travaillé sur l'estimation des propriétés thermiques des barrières thermiques à hautes températures, lors d'une collaboration que le LEMTA a menée avec Safran et le CEA le Ripault dans le cadre de la thèse de Benjamin Bernard [22]. Les barrières thermiques sont des dépôts céramiques isolants de quelques centaines de microns pouvant présenter une légère semi-transparence dans l'infrarouge et une éventuelle anisotropie. L'objectif de ces travaux est double :

- Le développement d'une méthode de projection SPS permettant de fournir des barrières thermiques plus isolantes et résistantes mécaniquement.
- Le développement d'une méthode d'estimation des propriétés thermiques axiales et longitudinales d'une barrière thermique anisotrope à hautes températures.

4.2.1 Contexte de l'étude

Afin d'augmenter l'efficacité des turboréacteurs, une des solutions est d'augmenter l'enthalpie des gaz à détente dans la turbine. Pour ce faire, on peut augmenter la température des fumées de combustions. Cependant, les alliages constitutifs des aubages de turbines ne peuvent pas dépasser certaines températures de fonctionnement. C'est pourquoi, on les recouvre d'une couche isolant céramique généralement en Zircon Yttrié (YSZ) dont la structure est présentée en Figure 15. Ce revêtement ajoute une résistance thermique qui permet de créer un gradient de température suffisant pour préserver l'alliage constitutif de la turbine.

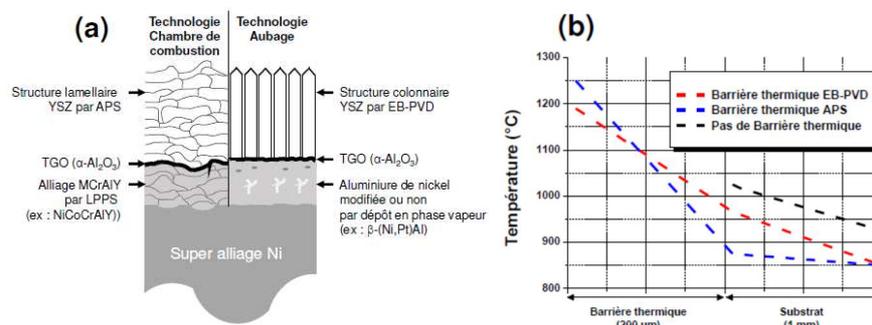


Figure 15 : Descriptif d'une barrière thermique déposée par APS ou EB-PVD et profil de température dans l'épaisseur d'un aubage de turbine [23]

Les barrières thermiques sont principalement déposées par deux méthodes :

- La méthode « Atmospheric Plasma Spraying » - Projection plasma à pression atmosphérique dites APS,
- La méthode « Electron Beam - Physical Vapor Deposition » - Dépôt par évaporation sous faisceau d'électrons dite EB-PVD.

Les barrières thermiques ont une morphologie différente en fonction des technologies de projection utilisées (Figure 15). Ainsi, les dépôts par EB-PVD présentent une structure colonnaire qui diffère de celle obtenue par APS dont la durée de vie est moindre. Par structure colonnaire (ou structure dendritique), on entend une structure de croissance cristalline dont la direction principale est l'épaisseur.

En effet, la technologie EP-PVD permet au dépôt de mieux résister aux cycles thermiques car la structure colonnaire permet de mieux absorber les contraintes thermomécaniques. La technologie

SPS (Suspension Plasma Spaying) permet d'obtenir aussi une structure colonnaire mais avec un pouvoir isolant espéré plus important. La finalité de ces travaux est de mettre œuvre des dépôts de barrière thermique par méthode SPS et de les caractériser thermiquement. De plus, du fait de la structure colonnaire, on suppose une certaine anisotropie de la conductivité thermique, avec une conductivité dans l'épaisseur du dépôt qui diffère de la conductivité longitudinale. L'objectif de ces travaux est de réaliser une mesure originale de conductivité thermique apparente dans les trois directions d'un espace cartésien orthonormé.

4.2.2 Stratégie expérimentale

Le but est de déterminer la conductivité thermique des barrières thermiques axiales et longitudinales par mesure de la capacité thermique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) puis de la diffusivité thermique par méthode Flash (excitation face avant/mesure de la réponse face arrière).

4.2.2.1 Préparation des échantillons

L'échantillon est un parallélépipède de $40 \times 40 \times 1,25\text{mm}^3$. Les barrières thermiques sont déposées par SPS (épaisseur de $270\mu\text{m}$ environ avec une rugosité de l'ordre de $5\mu\text{m}$) sur un substrat de 1mm d'épaisseur d'un super-alliage de nickel appelé Hastelloy X (HX). Comme pour l'étude des couches minces des matériaux à changement de phase PRAM, l'empilement substrat/dépôts est surmonté d'une couche de carbone opaque absorbante et conductrice, déposée à l'aide d'une suspension colloïdale de graphite (Figure 16).

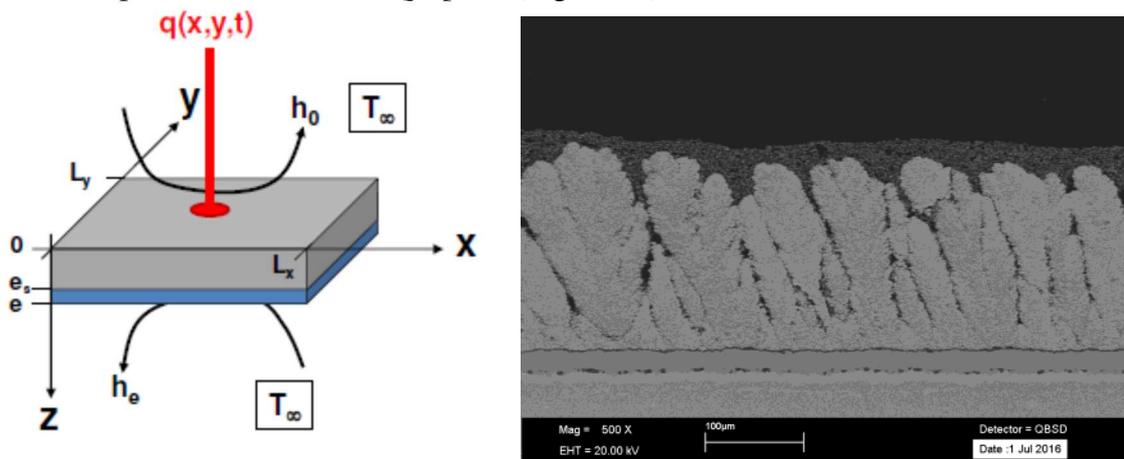


Figure 16 : Configuration d'un échantillon utilisé pour la caractérisation par méthode Flash (à gauche). Image MEB d'une barrière thermique déposée par SPS sur HX surmontée d'un dépôt carbone (à droite)

4.2.2.2 Mesure de la capacité calorifique

La mesure de capacité calorifique du matériau constituant le substrat seul et le dépôt seul est faite par DSC [24][25]. Le dépôt est séparé mécaniquement de l'échantillon et placé sous forme de poudre dans le calorimètre.

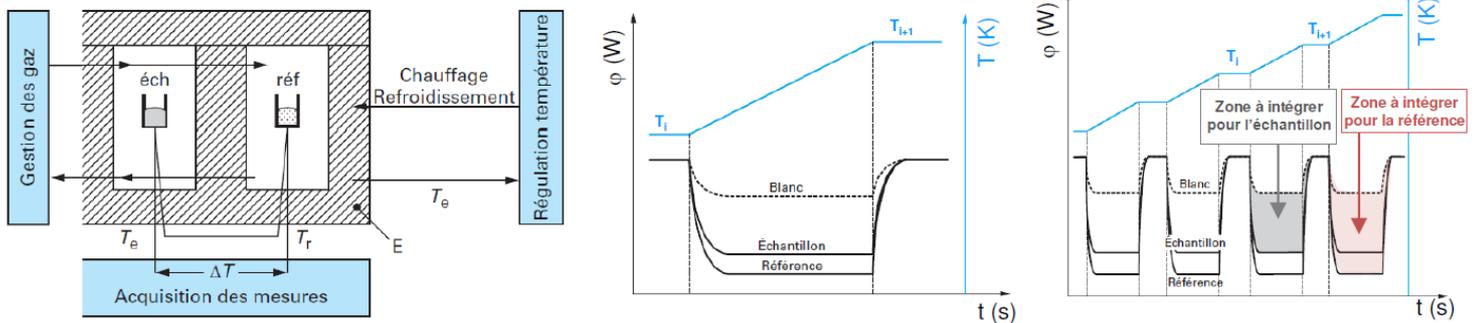


Figure 17 : Principe de la mesure par calorimétrie différentielle à balayage [24]

La DSC consiste à appliquer une rampe de température à un échantillon placé dans un creuset et à un creuset vide de référence, tous deux placés dans la même enceinte (Figure 17) et à mesurer le flux de chaleur échangé par chacun. La différence des flux nous donne la quantité de chaleur échangée par l'échantillon au cours du temps. C'est à partir de cette grandeur que nous pourrions calculer la capacité calorifique. La procédure expérimentale se décompose en trois phases :

- Mesure d'un flux ϕ_b : une rampe de température à vide appelé blanc est réalisée dans un premier temps,
- Mesure d'un flux ϕ_r : en effectuant la même rampe de température sur un matériau de référence de masse m_r (saphir $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [26]), il s'agit de la phase d'étalonnage,
- Mesure d'un flux ϕ_e : Passage de l'échantillon à caractériser de masse m_e .

Ainsi pour obtenir la capacité calorifique de l'échantillon Cp_e à partir de celle de la référence Cp_r à une température moyenne $\bar{T} = \frac{(T_i + T_{i+1})}{2}$, on utilise le calcul suivant :

$$Cp_e(\bar{T}) = \frac{\int_{T_i}^{T_{i+1}} \phi_e dT - \int_{T_i}^{T_{i+1}} \phi_b dT}{\int_{T_i}^{T_{i+1}} \phi_r dT - \int_{T_i}^{T_{i+1}} \phi_b dT} \frac{m_r}{m_e} Cp_r(\bar{T}) \quad (2)$$

Deux appareils DSC SETARAM-KEP Technologie sont utilisés pour réaliser ces mesures de capacités calorifiques :

- Un calorimètre 96 Line-evo MHTC 96 hf-DSC pour les mesures de 250°C à 1150°C
- Un calorimètre μ DSC3 pour les mesures de 20°C à 100°C

4.2.2.3 Mesures de la diffusivité thermique

La diffusivité thermique est mesurée par méthode Flash [27] pour obtenir la diffusivité axiale (dans l'épaisseur). La méthode d'estimation de la diffusivité longitudinale sur les bicouches est réalisée d'après les travaux de Y.Souhar sur des matériaux monocouches [29]. L'appareillage utilisé a été développé au LEMTA et peut mesurer des diffusivités thermiques 3D d'échantillon de diamètre de 50 mm de l'ambiante jusqu'à une température de 1700°C. Le diffusivimètre utilisé est présenté en Figure 18.

La méthode d'estimation de la diffusivité thermique dite Flash 3D consiste à soumettre un échantillon à un Dirac de flux localisé au centre d'une face carrée d'un échantillon

parallélépipédique. On utilise ensuite le film thermographique de la réponse en face arrière de l'échantillon pour fournir une matrice de thermogrammes acquis en face arrière pour identifier une diffusivité thermique dans toute les directions x, y et z.

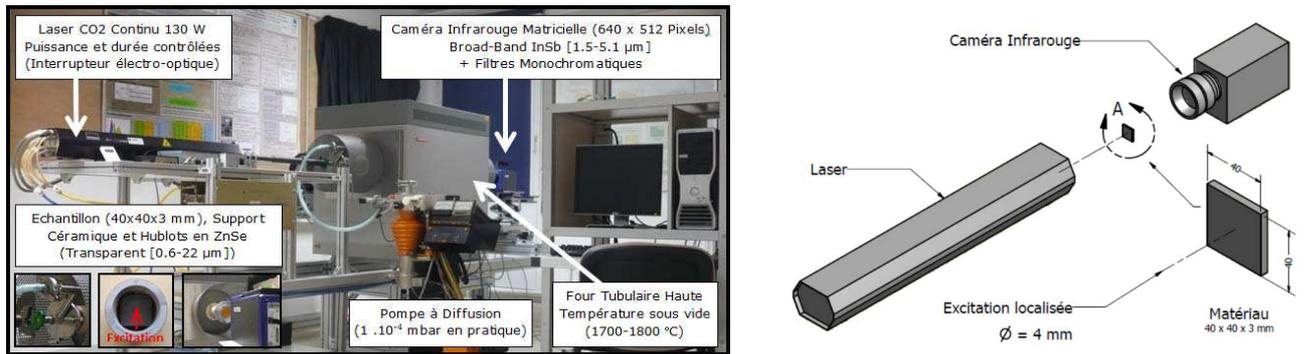


Figure 18 : Descriptif du diffusivimètre 3D à hautes températures du LEMTA[29]

Le diffusivimètre installé au LEMTA utilise les éléments suivants :

- Un four permettant de maintenir l'échantillon sous atmosphère contrôlée ou sous vide de l'ambiante jusqu'à une température de 1700°C.
- Une source d'excitation laser pour fournir la perturbation photothermique. Deux sources sont disponibles :
 - Un laser CO2 Synrad continu de 130 W à 10,6 μm qui peut fournir des créneaux de flux de 0,1 à 30 s. Il est utilisé pour les échantillons très isolants ou massifs.
 - Un laser Nd-Yag Quantel qui fournit des impulsions de 330 μs de 50 J à 1054 nm qui est utilisé pour les échantillons ayant une réponse rapide, ce qui est le cas des barrières thermiques (expérience de l'ordre de la seconde).
- Un imageur thermique Flir Titanium SC 7000 InSb Broadband 1,5-5,1μm avec une matrice de 640 × 512 pixels réglé une fréquence d'acquisition de 50 Hz avec la résolution maximale.

Pour déterminer la diffusivité thermique axiale on utilise le thermogramme expérimental moyen en face arrière ($T_m(t)$) sur lequel on ajuste un thermogramme simulé en faisant varier le rapport des diffusivités substrat/dépôt et le nombre de Biot par minimisation, grâce à un algorithme du critère des moindres carrés (

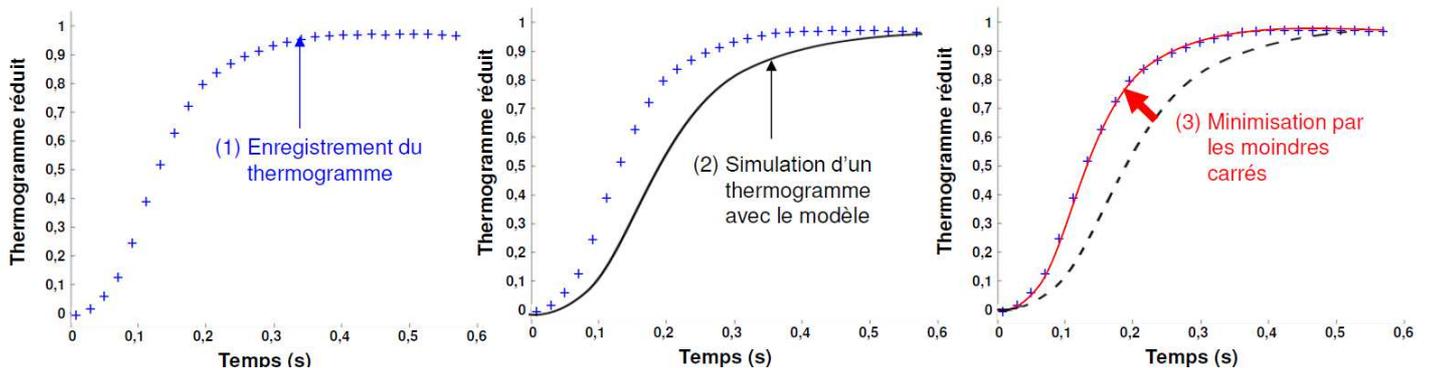


Figure 19 : Principe de la méthode inverse permettant l'estimation de la diffusivité axiale (dans l'épaisseur) thermique par méthode flash

Le principe est similaire pour la diffusivité 3D mais nécessite un modèle plus complet.

4.2.3 Modélisation des transferts thermiques

L'objectif premier de ce travail, dans le cadre d'une étroite collaboration avec Safran et au CEA, est d'être capables d'estimer des diffusivités thermiques axiales a_z (dans l'épaisseur) sur une large plage de température (de l'ambiante à 1150°C). L'objectif est ensuite d'estimer les diffusivités thermiques longitudinales (a_x et a_y) à hautes températures afin d'étudier les conséquences en termes de transfert thermiques de la structure colonnaire du dépôt.

4.2.3.1 Mesure de la conductivité thermique axiale (a_z)

Pour estimer la diffusivité thermique d'un dépôt sur un bicouche (Figure 20), il faut connaître les propriétés du substrat. Les transferts sont supposés 1D et contrairement au travail présenté en section 4.1, l'excitation Dirac $q_0 \delta(t)$ se fait en face avant ($z=0$) et la mesure en face arrière ($z=e$). Un modèle permettant de calculer $T_e(t)$, la température en face arrière de l'échantillon est développé. Les pertes ne sont pas négligées et peuvent être regroupées sous la forme d'un coefficient unique ($h=h_e=h_0$).

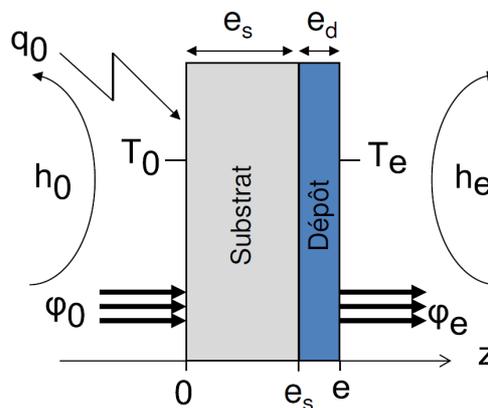


Figure 20 : Schéma représentant un bicouche lors d'une expérience flash face avant, mesure face arrière

On résout également l'équation de la chaleur en considérant des pertes faces avant et arrière suivant une loi de Newton et un Dirac de flux en face avant. Pour ce faire, on effectue une transformée de Laplace sur flux et température et on résout cela dans l'espace de Laplace en utilisant le formalisme quadripolaire (Figure 21).

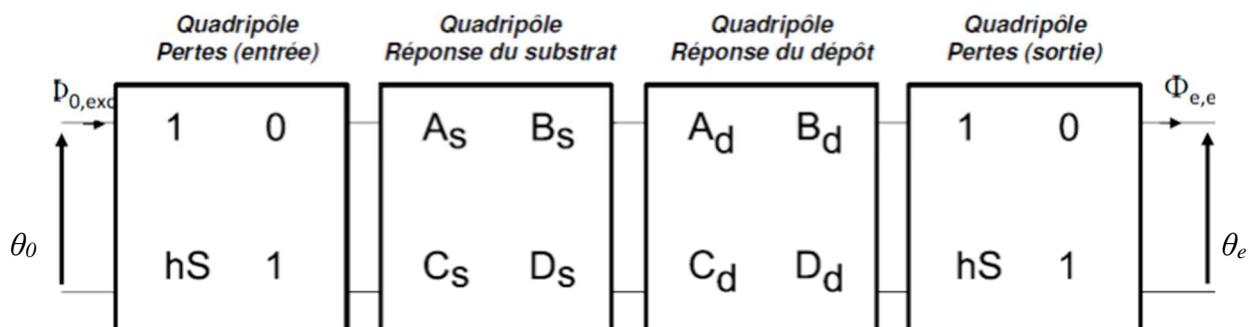


Figure 21 : Représentation quadripolaire d'un échantillon bicouche lors d'une expérience flash face avant, mesure face arrière

Les coefficients des quadripôles s'écrivent :

$$A_i = D_i = \cosh(\gamma_i e_i), \quad B_i = \frac{\sinh(\gamma_i e_i)}{\gamma_i k_i} \quad C_i = \gamma_i k_i \sinh(\gamma_i e_i) \quad \text{Avec : } \gamma_i = \sqrt{\frac{p}{a_i}} \text{ et } i = s, d \quad (3)$$

$$\begin{bmatrix} \theta(z=0, p) \\ q_0(z=0, p) - h \theta(z=0, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_s & B_s \\ C_s & D_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_d & B_d \\ C_d & D_d \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta(z=e, p) \\ h \theta(z=e, p) \end{bmatrix} \quad (4)$$

On obtient la température face arrière dans l'espace de Laplace :

$$\theta_e(z, p) = \theta(z=e, p) = \frac{1}{C_{eq} + 2A_{eq}h + B_{eq}h^2} \quad \text{Ou} \quad \begin{cases} A_{eq} = A_s A_d + B_s C_d \\ B_{eq} = A_s B_d + A_d B_s \\ C_{eq} = A_d C_s + A_s C_d \\ D_{eq} = A_s A_d + B_d C_s \end{cases} \quad (5)$$

En appliquant sur $\theta_e(z, p)$ une transformée inverse de Laplace en utilisant l'algorithme de Hoog [30], on obtient la température $Te(t)$, ajustée sur le thermogramme moyen face arrière $Tm(t)$.

4.2.3.2 Mesure de la conductivité thermique longitudinale (a_x, a_y)

La mesure de la diffusivité thermique longitudinale a_x ou a_y nécessite un échantillon parallélépipédique de faible épaisseur ($L_z = e = 1,2$ mm) devant les longueurs des carrés des faces arrière et avant ($L_x \times L_y = 40 \times 40$ mm²) tel que présentés en Figure 22. On suppose ainsi les pertes latérales négligeables et un coefficient de pertes unique h pour les faces avant et face arrière. L'excitation est sous la forme d'une tache laser localisée au centre de la face avant côté substrat (choisi car le métal est parfaitement opaque).

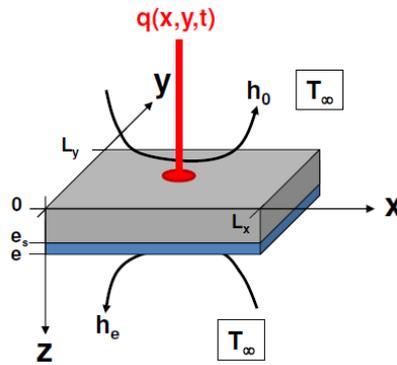


Figure 22 : Schéma représentant un système bicouche lors d'une expérience flash 3D face avant, mesure face arrière

La modélisation dérive de celle présentée dans la précédente section, à ceci près que l'on rajoute à la transformée de Laplace sur flux et en température une transformée Fourier-cosinus sur les variables x et y tel que :

$$\begin{aligned} \theta(a_n, b_m, z, p) &= \int_{t=0}^{+\infty} \int_{x=0}^{x=L_x} \int_{y=0}^{y=L_x} (T(x, y, z, t) - T_\infty) \cos(a_n x) \cos(b_m y) e^{-pt} dx dy dt \\ \Phi(a_n, b_m, z, p) &= \int_{t=0}^{+\infty} \int_{x=0}^{x=L_x} \int_{y=0}^{y=L_x} \varphi(x, y, z, t) \cos(a_n x) \cos(b_m y) e^{-pt} dx dy dt \end{aligned} \quad (6)$$

$$\text{Avec } a_n = \frac{n\pi}{L_x} \text{ et } b_m = \frac{m\pi}{L_y}$$

La représentation quadripolaire de l'échantillon bicouche reste la même (Figure 21) mais les coefficients sont différents :

$$A_{i,3d} = D_{i,3d} = \cosh(\gamma_{i,3d}e_i) \quad B_{i,3d} = \frac{\sinh(\gamma_{i,3d}e_i)}{\gamma_{i,3d}k_{i,z}} \quad C_{i,3d} = \gamma_{i,3d}k_{i,z}\sinh(\gamma_{i,3d}e_i) \quad (7)$$

$$\text{Avec : } \gamma_i = \sqrt{\frac{p}{a_{i,z}} + a_n^2 \left(\frac{a_{i,x}}{a_{i,z}}\right) + b_m^2 \left(\frac{a_{i,y}}{a_{i,z}}\right)} \text{ et } i = s, d$$

La température face arrière s'écrit aussi sous la forme :

$$\theta_e(a_n, b_m z, p) = \frac{q(a_n, b_m z)}{C_{eq,3d} + 2A_{eq,3d}h + B_{eq,3d}h^2} \quad \text{Ou} \quad \begin{cases} A_{eq,3d} = A_{s,3d}A_{d,3d} + B_{s,3d}C_{d,3d} \\ B_{eq,3d} = A_{s,3d}B_{d,3d} + A_{d,3d}B_{s,3d} \\ C_{eq,3d} = A_{d,3d}C_{s,3d} + A_{s,3d}C_{d,3d} \\ D_{eq,3d} = A_{s,3d}A_{d,3d} + B_{d,3d}C_{s,3d} \end{cases} \quad (8)$$

L'estimation de la diffusivité thermique longitudinale se fait en deux temps :

- Dans un premier temps, on identifie a_z sur l'harmonique $T(e, t, n=0, m=0)$ qui correspond à la température moyenne en face arrière la diffusivité thermique axiale.
- Dans un second temps, on fait varier n ou m pour identifier sur $T(e, t, n, m=0)$ et $T(e, t, n=0, m)$, les diffusivités thermiques longitudinales a_x et a_y .

4.2.4 Résultats : conductivité thermique des barrières thermiques à hautes températures

Dans un premier temps, on a effectué la mesure de la capacité calorifique du HX constituant le substrat, puis de la Zircone Ytrié (YSZ) constituant la barrière thermique (obtenue par délaminage mécanique d'un revêtement sur substrat). Les résultats obtenus sont confortés par des valeurs issues de la littérature scientifique [31] (Figure 23).

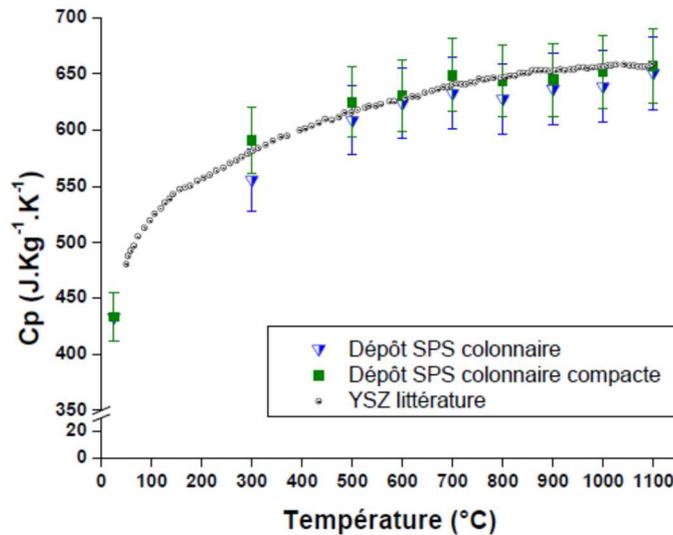


Figure 23 : Capacité calorifique de la zircone ytriée déposée SPS de l'ambiante à 1100°C

Fort de la connaissance des capacités thermiques des matériaux constituant le substrat et le dépôt, on peut estimer la diffusivité thermique axiale a_z par méthode flash et en déduire la conductivité thermique k_z des dépôts SPS que nous avons comparés à celles mesurées sur une barrière thermique déposée par EB-PVD (Figure 24). Ces mesures sont réalisées sous air à pression atmosphérique car plus représentatives des environnements auxquels sont soumis les revêtements dans les turboréacteurs. L'excitation est supposée uniforme sur toute la face avant (défocalisation de la tache laser pour couvrir toute la face de l'échantillon).

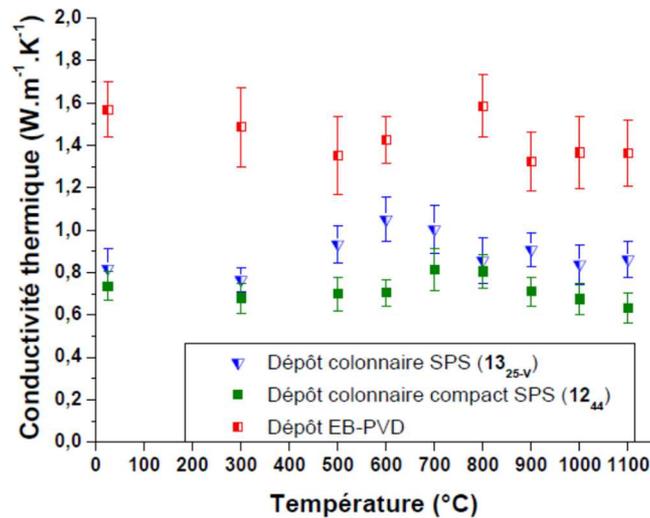


Figure 24 : Conductivité thermique axiale k_z de dépôt de zircone Yttrée déposée SPS et EB-PVD de l'ambiante à 1100°C

Les conductivités thermiques calculées de 25 à 1100°C montrent que le pouvoir isolant des barrières déposées par SPS est plus important que celles déposées par EB-PVD. Pour identifier la structure de dépôts SPS la plus à même d'isoler un aubage de turbine, nous avons procédé à des essais comparatifs à température ambiante. La Figure 24 montre ainsi que les structures obtenues par dépôts SPS avec un agencement compact des colonnes présentent un meilleur pouvoir isolant que les dépôts SPS standards.

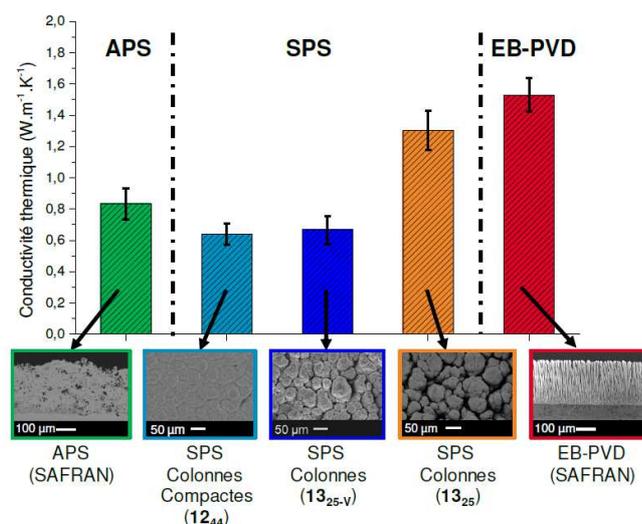


Figure 25 : Comparaison des conductivités thermiques axiales de différents dépôts (APS, SPS colonnaire compact, non compact et EB-PVD, dépôt SPS en vue de plan, dépôt APS et EB-PVD en vue de coupe) à température ambiante

Comme le montre la Figure 25, les barrières thermiques SPS étudiées présentent des structures colonnaires perpendiculaires au substrat, ce qui laisse supposer une anisotropie dans les propriétés thermiques. Ainsi, on peut envisager une diffusivité axiale différente de la diffusivité longitudinale (bien qu'on puisse supposer que la diffusivité longitudinale a_x et similaire à a_y). Les échantillons utilisés sont les mêmes que pour la mesure de a_z , l'excitation ne se fait plus sur l'intégralité de la face avant mais est localisée au centre de celle-ci (tache laser uniforme de rayon 3 mm). Les informations utilisées pour l'identification de la diffusivité sont les profils de température selon x ou y moyennés dans l'espace en fonction du temps (Figure 26).

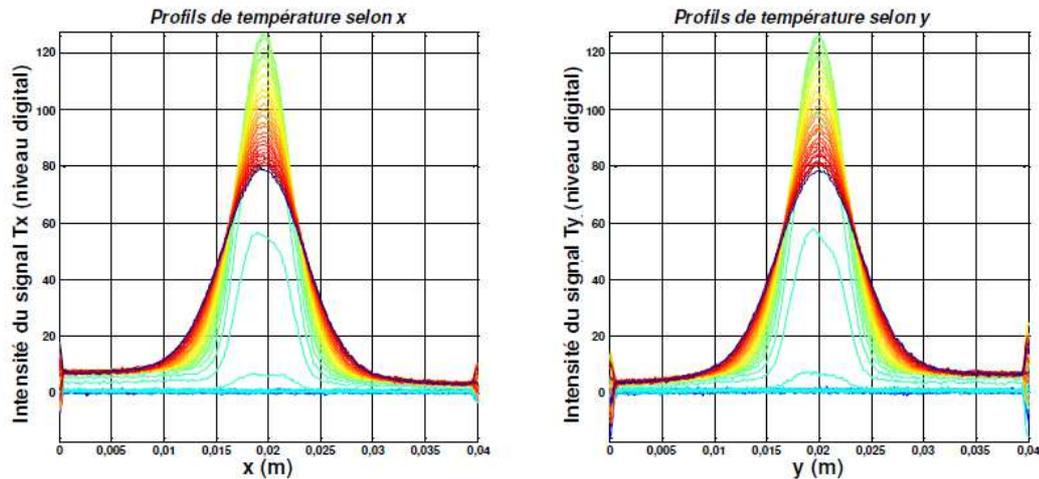


Figure 26 : Profil moyen de température suivant l'axe x (à gauche) et suivant l'axe y (à droite) en fonction du temps.

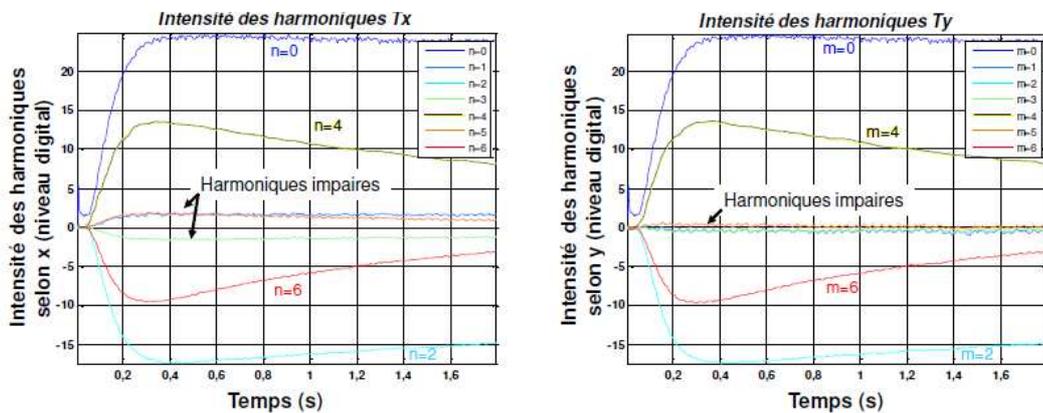


Figure 27 : Intensités des harmoniques associées suite à la transformation de Fourier-cosinus.

Pour estimer la diffusivité suivant x (ou t), chaque image du film thermographique est moyennée dans la direction x (ou y). Pour cela, on considère $m=0$ (ou $n=0$), et on applique la transformée intégrale Fourier-cosinus sur le profil de température expérimentale. On peut ensuite réaliser une estimation sur les harmoniques paires non nulles obtenues (les harmoniques impaires sont nulles si la tache d'excitation est bien centrée). Dans un premier temps, on réalise une estimation de la diffusivité axiale en prenant l'harmonique $n=0$ et $m=0$, qui correspond au thermogramme moyen sur toute la face arrière pour retrouver a_z .

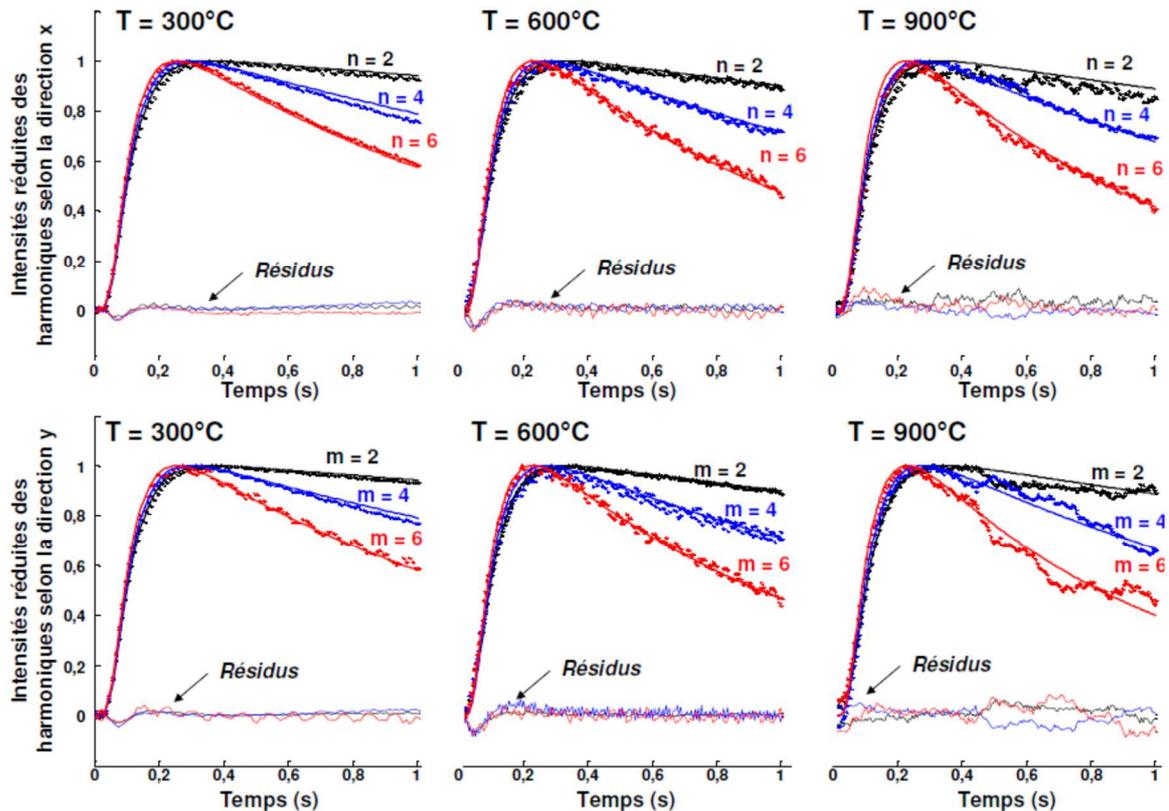


Figure 28 : Identification de la diffusivité thermique longitudinale sur des profils temporels des harmoniques 2, 4 et 6 selon x et y, résultats expérimentaux (point) versus simulation 3D (lignes pleines)

Ensuite, on identifie sur chaque harmonique paire, une diffusivité thermique que l'on moyenne suivant la méthode de Gauss Markov pour obtenir la diffusivité thermique longitudinale. On remarque sur la Figure 28 que l'estimation semble être de bonne qualité au vu des résidus, mais on remarque qu'elle se dégrade à hautes températures selon y, ce qui est probablement un effet lié à la convection naturelle. On se concentre alors sur les thermogrammes suivant x. Cependant, il s'avère que l'estimation sur les harmoniques paires 2, 4 et 6 nous donnent une surestimation de la diffusivité thermique longitudinale d'un facteur 10 (ce qui correspond à la valeur du substrat). La sensibilité à la diffusivité thermique longitudinale augmente avec la valeur des harmoniques, hélas le signal est trop bruité au-delà de l'harmonique 8 pour être exploitable. Cela permet tout de même de tirer une conclusion importante sur le plan opérationnel : la couche céramique SPS ne bloque pas l'extraction de la chaleur dans le plan. Cela limite l'apparition d'éventuels points chauds pouvant mener à une dégradation des aubages.

4.2.5 Bilan et perspectives

Les résultats des mesures de propriétés thermiques sur les barrières déposées par procédé SPS, montrent une augmentation du pouvoir isolant par rapport aux autres technologies. On note les points marquants suivants :

- La conductivité thermique transverse des dépôts SPS peut être optimisée à température ambiante en modifiant la structure des colonnes dans une plage de valeurs allant de 0,7 à $1,25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- La conductivité thermique transverse des dépôts YSZ SPS évolue peu entre 25 °C et 1100 °C et présente, à 1100 °C, une diminution comprise entre 27 % et 37 % par rapport à un dépôt YSZ EB-PVD.

Ce travail a fait l'objet de 4 articles [P9-12]. Nous regrettons cependant de n'avoir pu réaliser une estimation de la diffusivité thermique longitudinale de l'ambiante à 1100°C sur un dépôt mince céramique. Des travaux ultérieurs ont montré qu'une erreur de seulement 3 % sur l'estimation de la diffusivité thermique du substrat induit déjà une différence de plus de 60 % sur celle du revêtement. Pour pallier cela, avec un étudiant de l'école des Mines de Nancy en parcours Recherche (Maxime CAPP), nous avons tenté une expérience Flash de type « excitation face avant/mesure face avant ». Cependant, il s'avère que la fréquence d'acquisition de 200 Hz de la caméra infrarouge utilisée à l'époque ne permettait pas d'avoir suffisamment de points sur la zone temporelle où nous sommes les plus sensibles à la diffusivité thermique longitudinale. Depuis, nous avons fait l'acquisition d'un imageur bien plus rapide, TELOPS en 2020 MS M1K, présentant une fréquence d'acquisition minimale de 1000 Hz. Ayant conservé les échantillons de ce projet, il est possible qu'un jour, nous réessayons d'estimer une diffusivité thermique longitudinale sur ces barrières thermiques. Il serait aussi intéressant d'utiliser des méthodes existantes pour investiguer les propriétés radiatives de ces barrières hétérogènes [32][33].

4.3 Mesure de conductivités thermiques des liquides thermiques à hautes températures

L'estimation des propriétés thermiques des liquides silicatés, appelés par abus de langage « verres liquides » est au cœur d'une collaboration que nous avons menée avec Saint Gobain Recherche dans le cadre de la thèse de Johann MEULEMANS [34], soutenue en 2018 et de ma mission de chercheur post-doctoral en 2011 au LEMTA. La finalité de cette étude est de mettre au point une méthode de mesure de la conductivité thermique « phonique » de liquides silicatés plus ou moins transparents à hautes températures (de 1000 à 1450°C).

Dans les matériaux semi-transparents tels que les verres (et liquides) de silices, le transport de la chaleur se fait par conduction, rayonnement et convection. Lorsqu'on identifie une conductivité thermique par des méthodes standards sur ces matériaux (norme Flash laser par exemple), la valeur obtenue correspond à celle d'une conductivité apparente ou effective qui englobe la part de flux transportés par conduction (conductivité thermique « phonique » k_{ph} au sens du transport de la chaleur par le réseau atomique ; intrinsèque au matériau) ou par rayonnement (conductivité dite « radiative » grandeur extensive notée k_{ph}).

4.3.1 Contexte de l'étude

L'entreprise Saint Gobain est une entreprise verrière qui s'intéresse aux méthodes de mesure des propriétés thermiques de la silice à hautes températures depuis les années 70, notamment via des méthodes fils chauds appliquées en dessous des températures de fluage de verre silicatés (de 25 à 550°C) [35][36] ou au-delà [37][38]. Les principaux verrous à l'époque portaient sur la modélisation difficile des transferts couplés conducto-radiatifs au sein du matériau durant l'expérience, et l'impossibilité d'estimer la part radiative et phonique de la valeur de conductivité identifiée.

D'autres méthodes ont été employées, par d'autres acteurs, pour déterminer une conductivité thermique du verre liquide telles que les méthodes du gradient thermique linéaire [39][40][41] et radial [42], la méthode de la sonde thermique[43][44], et même la méthode Flash face avant et face arrière [45][46][47][48][49]. Cependant, dans chacun de ces cas de figure, la conductivité ou diffusivité thermique identifiée est une valeur effective et non phonique qui ne prend pas bien en compte les effets radiatifs voire convectifs. Il apparait donc qu'à l'aube des années 2010, il n'est pas aisé d'avoir une valeur de conductivité thermique « phonique » pour un liquide semi-transparent à hautes températures. Ce travail a donc pour objectif de pallier ces verrous.

Au sein du LEMTA, de nombreux travaux ont été menés pour réaliser la mesure de diffusivité thermique et phonique par méthode Flash de matériaux semi-transparents (Silice, ZnSe et diamant notamment) jusqu'à 500°C. On peut citer les travaux de André [50], Lazard [51] et Remy[52]. On applique une excitation Dirac photothermique à l'aide de tubes à éclats sur toute la face avant d'un échantillon opacifié (films minces d'or ou carbone), on mesure ensuite l'élévation de température sur toute la face arrière.

La conductivité thermique phonique est identifiée sur ce thermogramme à l'aide d'un modèle des transferts thermiques couplés résolvant l'équation de la chaleur et l'équation du transfert radiatif. Ces modèles reposent sur les hypothèses suivantes :

- Coefficient de perte h unique
- Milieu gris
- Milieu Absorbant émettant
- Transfert thermique unidimensionnel

La résolution aboutit à une solution sous la forme d'un quadripôle thermique conducto-radiatif qui permet d'identifier un nombre de Planck, une épaisseur optique, une diffusivité thermique phonique et les pertes. La part radiative et la part conductive sont bien évaluées mais le dispositif expérimental n'est pas adapté pour des mesures à plus hautes températures ou le verre se met à fluer. En effet, celui-ci doit être placé dans un creuset au-delà de 500°C, la géométrie de ce système bi-composant est plus complexe, une partie de l'excitation thermique peut être dissipée dans le creuset, cela crée un court-circuit thermique. La géométrie des transferts étant donc plus complexe, cela complique la modélisation (besoin d'un modèle 3D). Suite au développement du banc hautes températures Flash présenté en section 5.2 et aux travaux de recherche de Hoang Quan Nguyen [53] pour implémenter la méthode P1 dans le code Thetis/Aquilon dans le cadre d'une étude sur la simulation du remplissage de moules verriers en 2009 et fort de mesures de capacités thermiques de liquides silicatés au-delà de 1000°C, il est envisageable de poursuivre les travaux initiés par Alain Degiovanni dans les années 90. On propose donc une méthode d'estimation des conductivités thermiques de liquides silicatés à hautes températures basée sur une méthode pulsée excitation face avant/réponse face arrière.

4.3.1 Dispositif expérimental

Le premier verrou technologique de cette étude est la conception du porte échantillon. En effet il faut un contenant opaque et non réactif pour le liquide à hautes températures. De plus, le four tubulaire limite le diamètre du système à 50 mm et l'épaisseur de l'échantillon doit être réduite (pour éviter une masse trop importante à chauffer pour le laser CO₂).

On opte donc pour un contenant en platine rhodié à 10% dont les propriétés thermiques sont connues, mécaniquement stable jusqu'à 1600°C et chimiquement inerte vis à vis de la silice. Le contact entre les parois du creuset est réalisé par soudage, il n'y a donc pas de résistance thermique supplémentaire à ce niveau-là. Ce creuset est un parallélépipède 40 mm de haut, 40 mm de large et de 6 mm d'épaisseur. Les parois sont épaisses de 1 mm. Cela permet de contenir une lame de liquide parallélépipédique de 4*39*38 mm³ (Figure 29).



Figure 29 : Descriptif de la cellule de mesure en Pt/Rh avec et sans son revêtement absorbant

Ce choix de paroi de 1 mm et d'épaisseur d'échantillon découle d'une étude sur la mesure de diffusivité thermique des liquides à température ambiante réalisée au LEMTA [54]. Cette étude montre qu'il y a un optimum sur l'écart type de la diffusivité thermique identifiée pour la configuration suivante 1mm de paroi/4 mm de liquide /1mm de paroi. Le platine poli présente à hautes températures une faible émissivité, ce qui est souhaitable pour diminuer la part radiative des transferts à l'intérieur du creuset.

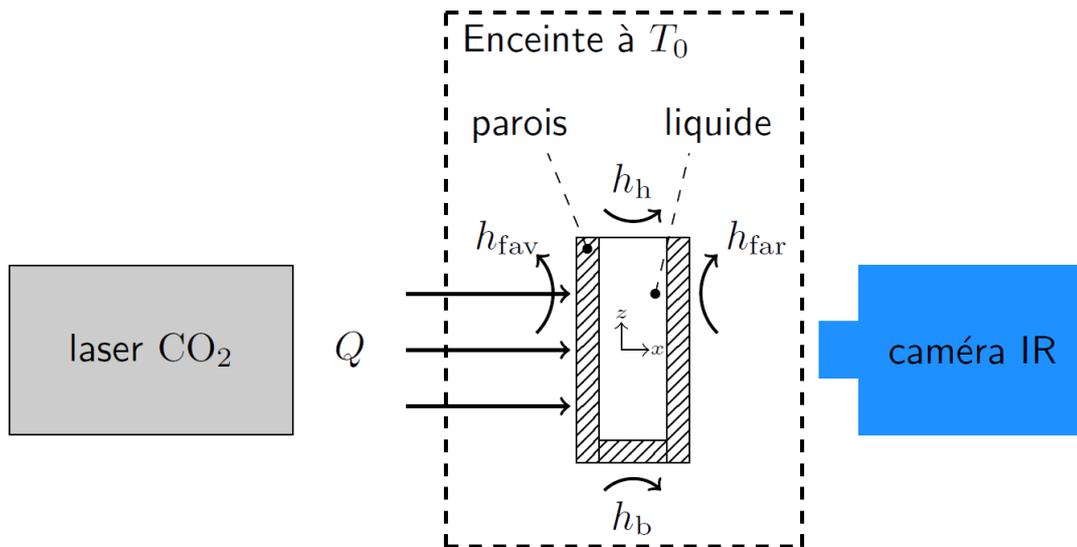


Figure 30 : Descriptif de la configuration expérimentale utilisée

Ce système est placé dans un support en stumatite, lui-même placé dans le four tubulaire du diffusivimètre 3D (section 4.2.2.3., Figure 18). Ce four assure le maintien à la température de mesure souhaitée (isotherme d'estimation). La cellule de mesure est chauffée sur la face avant pendant quelques secondes par le laser CO₂ et la mesure se fait sur la face arrière par un imageur thermique (Figure 30). Les faces externes de la cellule, au contact avec l'atmosphère du four, sont aussi recouvertes d'un revêtement de Titane de 0,5µm d'épaisseur réalisé par pulvérisation cathodique. Celui-ci permet d'améliorer l'absorption de la source photothermique sur la face avant. Sur la face arrière cela améliore l'émissivité de la cellule et donc le rapport signal sur bruit au niveau du signal fournit par la caméra.

4.3.2 Modélisation des transferts thermiques

Contrairement aux mesures sur la silice à température ambiante, de nombreux effets doivent être pris en compte dans la modélisation, notamment la convection, le court-circuit thermique par les parois et le transfert couplé conducto-convectif.

4.3.2.1 Prise en compte du couplage convectif

Une étude précédente [55] a montré que le rapport d'aspect (hauteur/épaisseur) d'une cellule de mesure était primordiale pour éviter de prendre en compte la convection dans le modèle. Plus la viscosité est grande, plus la cellule est allongée, plus ce couplage est faible. Dans notre cas, ce rapport d'aspect est de 10, rapport insuffisant pour négliger la convection.

$\Delta T = 10^\circ\text{C}$ $L = 4$ mm	Nombre de Rayleigh	Nombre de Prandtl
Eau (25°C)	9000	7
Huile (Alcatel 100) (25°C)	1000	720
Silice fondue (1200-1600°C)	0.04-0.18	8000-2000

Tableau 1 : nombre de Prandtl et de Rayleigh pour différents types de fluides

Si on considère une épaisseur de 4 mm de la lame de liquide dont les faces avant et arrière sont soumises à un gradient maximum de 10°C, si l'on calcule les nombres de Rayleigh et de Prandtl pour des liquides comme l'huile ou l'eau (Tableau 1), on se rend compte qu'ils sont supérieurs aux valeurs critiques nécessaires à la mise en place d'un écoulement. Cependant, dans le cas des liquides silicatés à hautes températures, leurs viscosités dynamiques sont tellement élevées [56][57] (de 1 à 1000Pa.s) que les nombres de Rayleigh sont trop faibles pour que l'on puisse prendre en compte la convection dans les transferts thermiques. Pour notre problème, à l'intérieur du creuset, on ne prendra donc en compte que les transferts couplés conducto-radiatifs.

4.3.2.2 Caractères tridimensionnels des transferts thermiques

Il y a quasiment deux ordres de grandeurs de différence entre la conductivité thermique des liquides étudiés et celle des parois constituant la cellule de mesure. Cela implique de ne plus considérer les transferts unidimensionnels comme dans une méthode Flash classique, car il y a un court-circuit thermique par les parois latérales. Pour illustrer cela, nous avons réalisé des simulations de thermogrammes face arrière d'une cellule de mesure contenant de l'eau gélifiée à 25°C sous FlexPDE (Figure 31) en ne tenant compte que du transfert conductif.

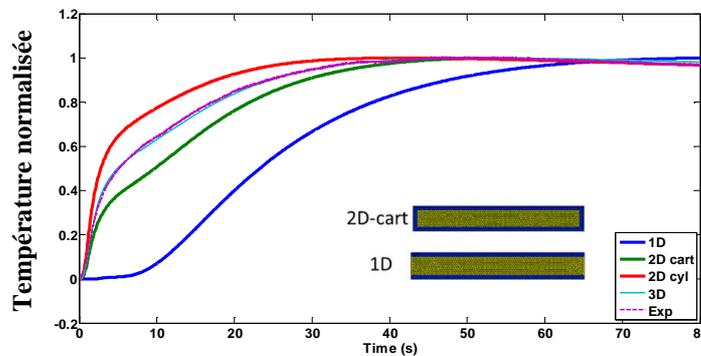


Figure 31 : Comparaison de différents modèles conductifs pour simuler un thermogramme issue d'une expérience Flash telle que présentée sur la Figure 30

Il apparaît que les hypothèses 1D (pas de parois latérales), 2D (parois latérales infinies), ne représentent pas correctement avec les données expérimentales contrairement à la modélisation. C'est pourquoi nous devons utiliser un modèle purement numérique et non semi-analytique pour identifier les paramètres thermiques.

4.3.2.3 Modélisation des transferts couplés conducto-radiatifs

Comme pour les études précédentes on suppose les parois parfaitement opaques et le liquide comme étant un milieu gris absorbant émettant. Le modèle permettant de calculer le thermogramme face arrière est obtenu en résolvant l'équation de la chaleur dans les parois opaques :

$$\nabla \cdot (k\nabla T) = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (9)$$

Et l'équation du transfert radiatif (ETR) couplée à l'équation de la chaleur dans la lame de liquide:

$$\nabla \cdot (k\nabla T) - \nabla \cdot [q_r(s)] = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (10)$$

Et

$$\frac{dI'(s,\Omega)}{ds} = -\kappa_a L I'(s,\Omega) + \kappa_a I^\circ [T(s)] \quad \text{Ou} \quad \sum_{i=1}^3 l_i \frac{\partial I'(s,\Omega)}{\partial x_i} = -\kappa_a I'(s,\Omega) + \kappa_a I^\circ [T(s)] \quad (11)$$

Le terme de gauche nous donne le gradient de luminance dans la direction Ω , le premier terme de gauche correspond à l'absorption dans la direction Ω et le second à l'émission isotrope. Le champ de température T est couplé avec la luminance $I'(s,\Omega)$ via la divergence du flux radiatif tel que :

$$\nabla \cdot q_r(s) = 4\pi\kappa_a \left[n^2 \frac{\sigma T^4(s)}{\pi} - I(s) \right] \quad (12)$$

Avec κ_a le coefficient d'absorption, $I^\circ [T(s)]$ la luminance du corps noir, l_i représente les cosinus directeurs $\{l_1, l_2, l_3\} = \{\cos \theta, \sin \theta \cos \phi, \sin \theta \sin \phi\}$ dans les directions x_1, x_2 et x_3 . Pour calculer le champ de luminance on va décomposer la luminance en une somme de N terme. C'est le principe de la méthode PN. Ainsi la luminance $I'(s,\Omega)$ est décomposée sous la forme d'harmoniques sphériques pour décrire les variations spatiales et angulaires de la luminance. Dans une troncature du premier ordre, l'intensité radiative directionnelle peut être écrite comme la somme de ces différents moments telle que :

$$I(s, \theta, \phi) = \frac{1}{4\pi} (I^{(0)} + 3I^{(1)} \cos \theta + 3I^{(2)} \sin \theta \cos \phi + 3I^{(3)} \sin \theta \sin \phi) \quad (13)$$

Les variations angulaires sont données par des polynômes de Legendre et les inconnues du problème $L^{(0)}, L^{(1)}, L^{(2)}$ et $L^{(3)}$ qui représentent respectivement l'intensité moyenne (moment d'ordre zéro de l'intensité) et les composantes du flux radiatif en x_1, x_2 et x_3 (moment d'ordre 1) ne dépendent que des coordonnées spatiales x_i .

$$\text{Avec } I^{(0)} = \int_{\Omega=0}^{4\pi} I'(s,\Omega) d\Omega \quad \text{et} \quad I^{(i)} = \int_{\Omega=0}^{4\pi} l_i I'(s,\Omega) d\Omega \quad (14)$$

L'inconnue principale correspondant à $L^{(0)}$ [53] peut être obtenue indépendamment des moments du premier ordre $L^{(1)}, L^{(2)}$ et $L^{(3)}$ en résolvant l'équation différentielle du second ordre en régime permanent 3D suivante :

$$\frac{1}{3\beta} \left(\frac{\partial^2 I^{(0)}}{\partial x_1^2} + \frac{\partial^2 I^{(0)}}{\partial x_2^2} + \frac{\partial^2 I^{(0)}}{\partial x_3^2} \right) = -(4\pi\beta I_b(T) - \kappa I^{(0)}) \quad (15)$$

Si nécessaire les inconnues secondaires $I^{(1)}, I^{(2)}$ et $I^{(3)}$ (composantes du flux radiatif) peuvent être obtenues à partir de $I^{(0)}$ grâce aux équations du premier ordre suivantes :

$$I^{(i)} = -\frac{1}{3\beta} \frac{\partial I^{(0)}}{\partial x_i} \quad (i = 1, 2 \text{ or } 3) \quad (16)$$

La condition limite sur le rayonnement sur les faces internes de la cellule sont des conditions de type Marshak [58] :

$$I = 4\varepsilon\sigma n^2 T_p^4 + \frac{2}{3\beta} \frac{2-\varepsilon}{\varepsilon} * \frac{dI}{ds} \quad (17)$$

Les conditions sur les faces externes sont des conditions de type Newton avec un coefficient h de perte globale. Le modèle direct conducto-radiatif avec l'approximation P1 (troncature de la méthode PN à l'ordre 1) permettant de simuler le thermogramme moyenné sur toute la face arrière est implémenté dans le code commercial ANSYS Fluent v14.5 à l'aide de fonctions utilisateurs.

4.3.2.4 Identification des paramètres

Les paramètres pouvant varier ici sont les propriétés optiques et thermique des parois et du liquide, le coefficient de pertes globales h . On s'intéresse à la sensibilité de 6 paramètres

- La diffusivité thermique a (ou la conductivité thermique k , car ρC_p est connu)
- Les pertes h ,
- L'épaisseur optique $\tau_0 = \kappa_a \cdot e$
- Le nombre de Planck $N_{pl} = k\kappa_a/4n^2\sigma T_{moy}^3$ représentant le ratio conduction/ rayonnement
- L'émissivité des parois ϵ
- Q_0 le flux laser absorbé.

Une étude de sensibilité a montré que l'émissivité des parois internes à la cellule ϵ a très peu d'influence et que le nombre de Planck est redondant $N_{pl} = k\beta/4n^2\sigma T_{ref}^3$ avec d'autres paramètres. On ne peut pas identifier la conductivité et la diffusivité thermiques. Ainsi la capacité calorifique du liquide silicaté est mesurée par DSC, la masse volumique par dilatométrie, et les propriétés de la cellule en platine rhodié sont connues. Les paramètres du problème sont ainsi au nombre de 4 :

- La diffusivité thermique phonique a_{ph} ,
- L'épaisseur optique $\tau_0 = \kappa_a \cdot e$ (lorsque $\tau_0 \gg 1$ le matériau est peu transparent, lorsque $\tau_0 \ll 1$ le matériau est transparent),
- Le coefficient de perte global h ,
- Q_0 la puissance surfacique déposée en face avant par l'excitation photothermique.

Pour notre étude de sensibilité (Figure 32), on va s'intéresser à 4 cas de figure présentés dans le Tableau 2. Ces cas correspondent à différents niveaux de transparence pour des verres :

- Une épaisseur optique τ_0 de 0,5 (un verre de vitrage),
- Une valeur de 1 (verre type bouteille),
- Une valeur de τ_0 de 5 (verre basaltique),
- Une valeur au-delà de 10 (verre quasi opaque, ici on peut faire l'approximation de Rosseland. Dans ce cas un modèle conductif pur s'ajuste sur le thermogramme et l'on identifie une diffusivité apparente).

Cas	a (m ² .s ⁻¹)	h (W.m ⁻² .K ⁻¹)	τ_0	N_{pl}	ϵ	Q_0 (W.m ⁻²)
1	$0,5 \cdot 10^{-6}$	200	0,5	0,125	0,1	10^6
2	$0,5 \cdot 10^{-6}$	200	1	0,25	0,1	10^6
3	$0,5 \cdot 10^{-6}$	200	5	5	0,1	10^6
4	$0,5 \cdot 10^{-6}$	200	10	10	0,1	10^6

Tableau 2 : Cas d'étude pour l'analyse de sensibilité

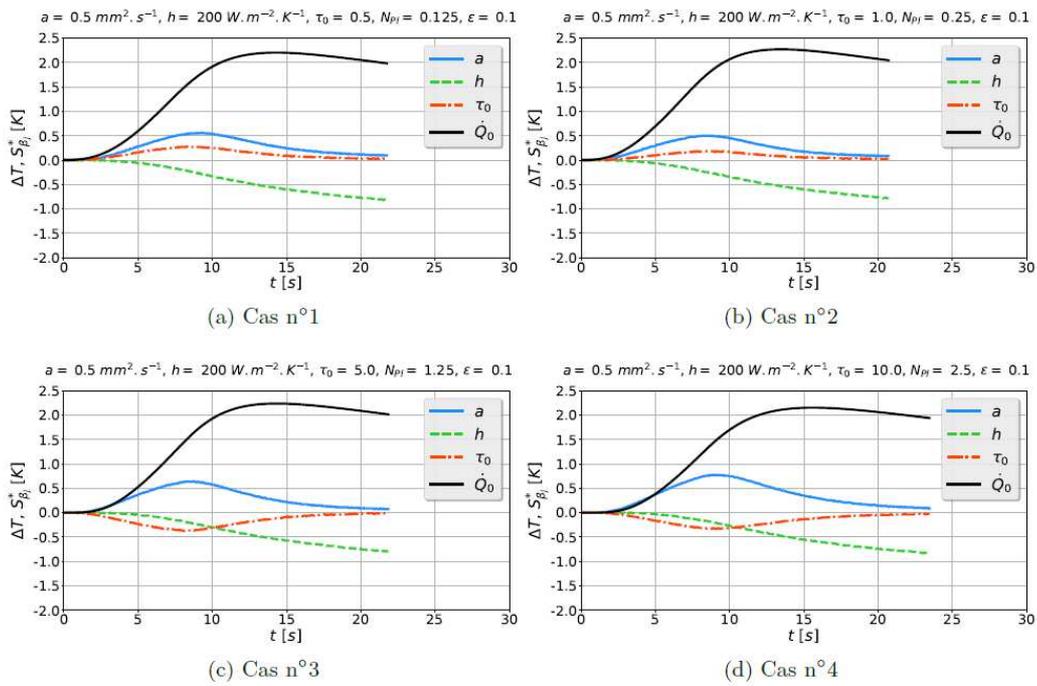


Figure 32 : Courbe de sensibilité réduite aux paramètres obtenus à partir du modèle conducto-radiatif P1 pour 4 paramètres (a, h, τ_0 et Q_0)

Afin de vérifier la pertinence de notre modèle de transferts thermiques, nous avons ajouté un bruit blanc ($\sigma_{\text{bruit}} = 1\%$) à nos thermogrammes et on identifie a , h , τ_0 et Q_0 sur ce signal synthétique à l'aide d'un algorithme de Levenberg-Marquardt implémenté dans Matlab, les quatre paramètres de l'étude. Sur la Figure 33, on remarquera des résidus parfaitement plats. Le tableau 3 montre que la diffusivité thermique identifiée est très proche (erreur autour de 1%) de la valeur utilisée pour la simulation.

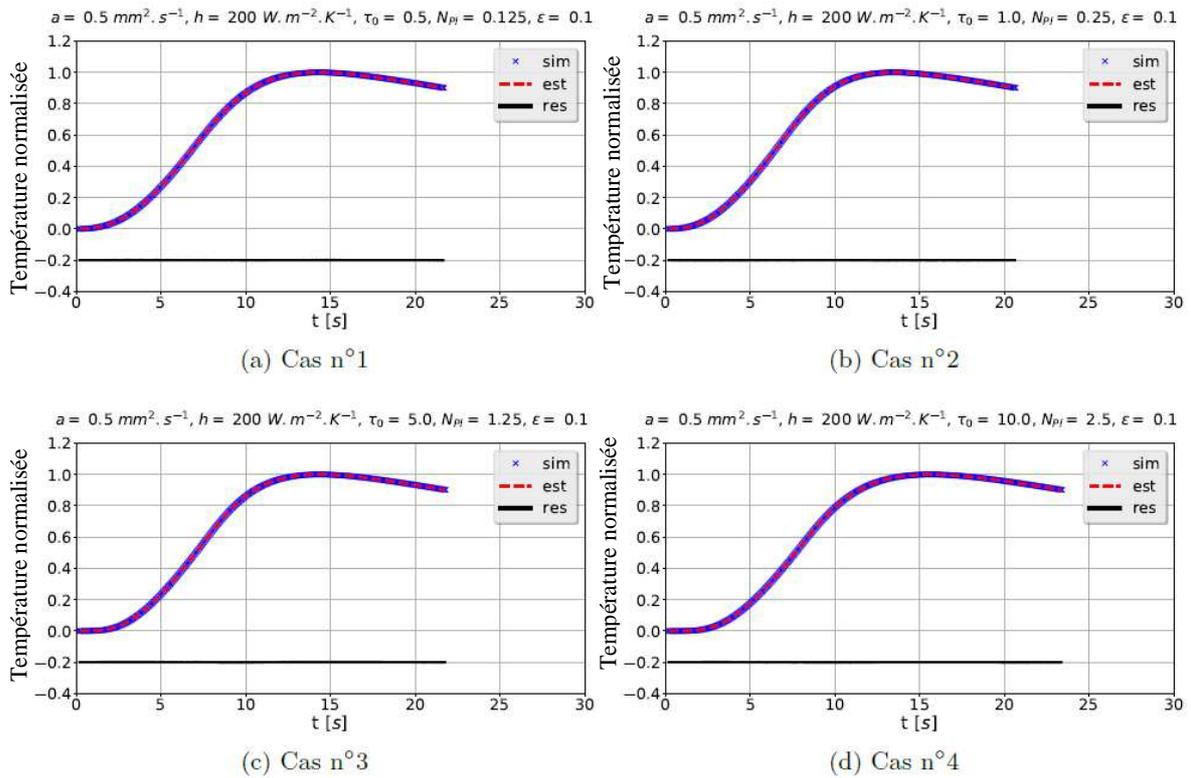


Figure 33 : Identification de a , h , τ_0 et Q_0 sur des signaux synthétiques bruités issus du modèle des transferts thermiques

Cas		a ($\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$)	h ($\text{W}.\text{m}^{-2}.\text{K}^{-1}$)	τ_0	Q_0 ($\text{W}.\text{m}^{-2}$)
1	Exacte	0,5000	200,0	0,5000	10^6
	Estimée	0,4972	200,3	0,5041	10^6
2	Exacte	0,5000	200,0	1,000	10^6
	Estimée	0,4977	200,0	1,013	10^6
3	Exacte	0,5000	200,0	5,000	10^6
	Estimée	0,4931	200,3	4,899	10^6
4	Exacte	0,5000	200,0	10,000	10^6
	Estimée	0,4922	200,1	9,664	10^6

Tableau 3 : Paramètres identifiés sur les signaux synthétiques bruités issus du modèle des transferts thermiques

4.3.3 Estimations de la conductivité thermique phonique des liquides silicatés

La méthode d'estimation d'une conductivité ou d'une diffusivité thermique en utilisant un modèle numérique conductif ou conducto-radiatif tridimensionnel est un apport de mon travail qui a nécessité un investissement constant sur la durée. Il a d'abord fallu la valider sur un matériau connu, en prenant uniquement en compte le transfert conductif. Dans un second temps, le couplage conducto-radiatif a été implémenté (FlexPDE dans un premier temps puis Ansys Fluent).

4.3.3.1 Validation de la cellule de mesure et du modèle 3D.

Dans le but de valider la pertinence de l'utilisation d'un modèle numérique 3D, implémenté sur FlexPDE pour réaliser une estimation de paramètres et valider le design de la cellule de mesure, dans un premier temps, des mesures ont été effectuées à température ambiante avec un dispositif expérimental simplifié et un fluide de référence. L'eau gélifiée (avec 0,15% en masse de Carbopol®) est choisie comme fluide de référence, en raison de sa viscosité élevée (sans contrainte de cisaillement) proche de la viscosité du verre à hautes températures. Ce type de fluide conserve les mêmes propriétés thermiques que l'eau (bien connues à température ambiante), sans perturbation due à l'effet de convection pendant la mesure. Enfin, l'eau peut être considérée comme un fluide opaque dans la gamme des infrarouges. Dans ce cas, le transfert de chaleur radiatif à l'intérieur du fluide peut être négligé car le nombre de Planck est grand, en particulier à la température ambiante.

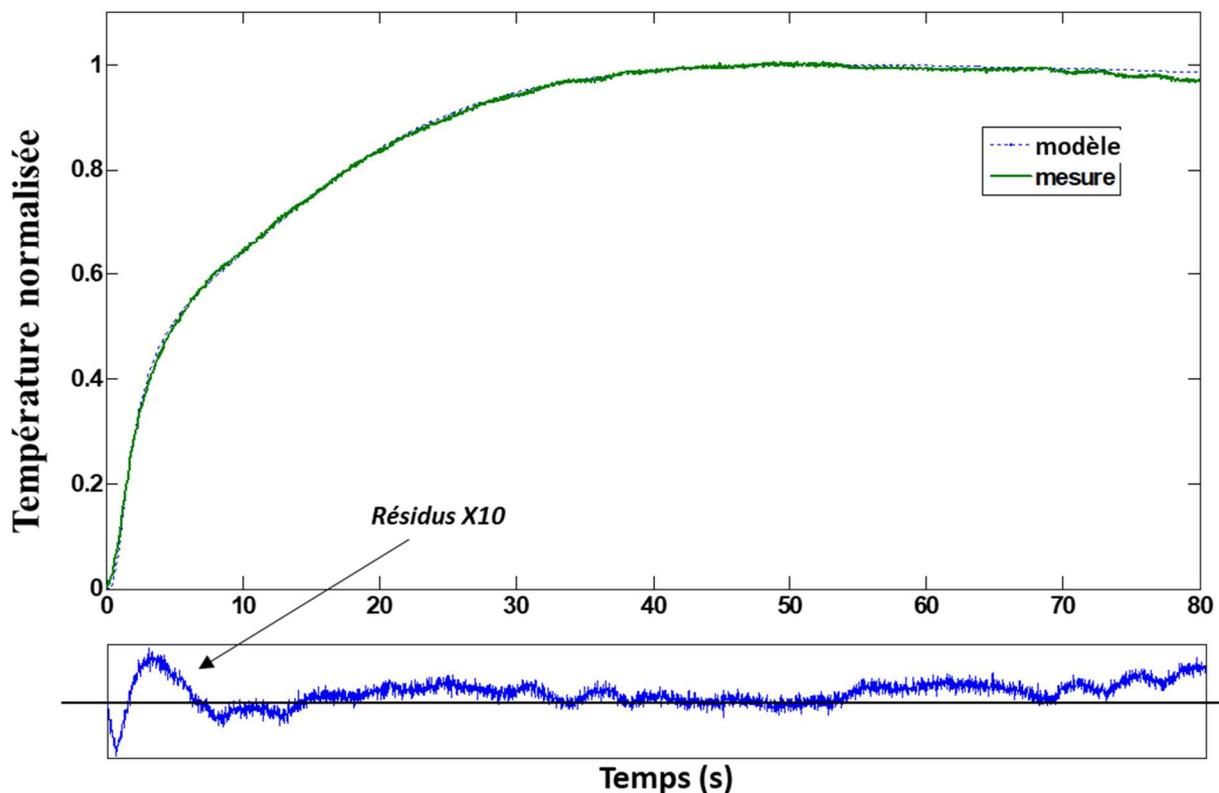


Figure 34 : Estimation de la conductivité thermique et du coefficient de perte sur de l'eau gélifiée

La cellule de mesure est soumise à une excitation créneau de 0,9s sur toute la face avant. L'imageur thermique IR est utilisé pour acquérir le thermogramme moyen sur toute la face arrière. L'intérêt d'un imageur plutôt qu'un thermocouple ou d'un pyromètre est de pouvoir faire une moyenne sur la température d'une surface bien précise, la même que celle utilisée pour avoir un thermogramme moyen simulé dont la durée de l'acquisition est de 80 s. Les propriétés thermiques peuvent être considérées comme constantes pendant l'expérience (la température maximale d'élévation de la face arrière est de 0,5°C). Les résidus sont assez faibles (Figure 34), l'estimation ne semble pas présenter de biais.

k_l (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	h (W.m ⁻² K ⁻¹)
0,629	9,862
0,613	12,642
0,623	8,215
0,596	8,541
Moyenne (± écart type)	
0,615 (±0,015)	9,815(±2,015)

Tableau 4 : Estimation à deux paramètres : conductivité thermique de l'eau k_l et pertes thermiques h

Les résultats d'estimations sont également dans le

Tableau 4. L'expérience nous donne une valeur moyenne de 0,615 W.m⁻¹.K⁻¹ à 25°, ce qui est en adéquation avec la littérature scientifique (valeur de 0,607 W.m⁻¹.K⁻¹ à 25°C [59]).

4.3.3.2 Résultats : liquides silicatés à hautes températures

Fort de la validation du modèle conductif sur l'eau (milieu opaque), on a ensuite réalisé des mesures sur des liquides semi transparents à haute température en utilisant le modèle conducto-radiatif. Deux échantillons de silice sont choisis : le verre AS1 (forte épaisseur optique) et le verre SC (faible épaisseur optique). L'estimation se fait via un algorithme de Levenberg couplé au modèle direct, décrit précédemment. Le code de calcul utilisé est ANSYS Fluent v14.5 avec un maillage de 307 200 hexaèdres réguliers (pas d'espace de 0,25 mm) et un pas de temps de 650 ms. On suppose l'excitation laser centrée sur la face avant (faisceau gaussien de 3 mm de rayon) sous la forme temporelle d'un créneau de 6 s.

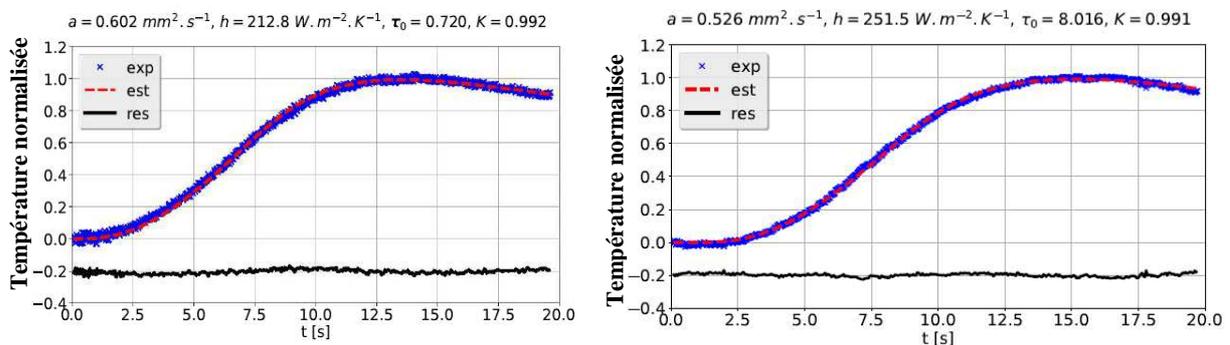


Figure 35 : Identification de a , h , τ_0 et Q_0 sur des thermogrammes expérimentaux à hautes températures sur des liquides SC (à gauche) et AS (à droite). Les croix bleues (exp) représentent l'expérience, les traits en pointillé rouge (est) le modèle et en trait plein noir (res), les résidus.

Les mesures sont réalisées de 1000 à 1200°C pour le verre SC1 et de 1100 à 1400°C pour le verre SC2. L'identification est bonne, les résidus sur la Figure 35 sont plats. Le modèle des transferts conducto-radiatifs semble adapté.

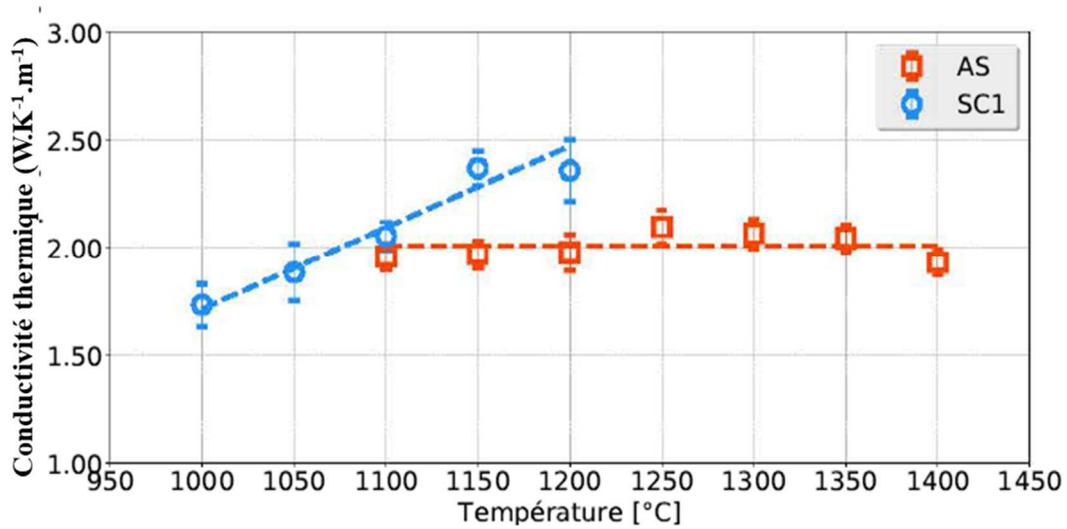


Figure 36 : Conductivités thermiques à hautes températures de liquides SC (en bleu) et AS (en rouge)

Il est ainsi possible d'estimer une conductivité thermique sur une gamme d'échantillons représentatifs de ceux mis en œuvre dans l'industrie verrière. L'échantillon à forte épaisseur optique présente une conductivité constante en fonction de la température, alors que le verre plus transparent a une variation linéaire de sa conductivité en fonction de la température (Figure 36). On retrouve cette tendance dans une étude de la littérature qui semble fiable (bonne prise en compte des transferts radiatifs dans le modèle) sur le même sujet [60].

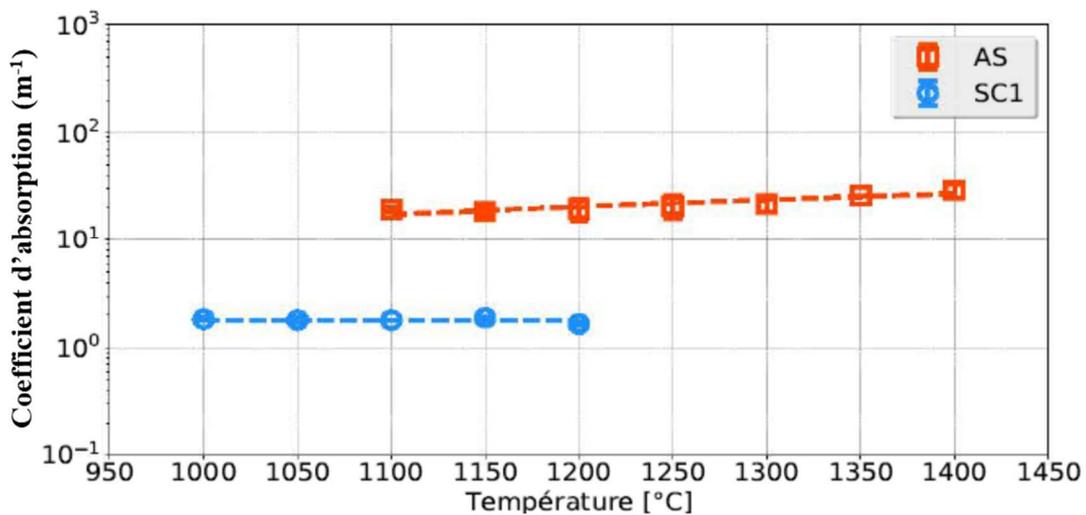


Figure 37 : Coefficient d'absorption à hautes températures de liquides SC (en bleu) et AS (en rouge)

A noter qu'il est possible d'estimer via l'identification de l'épaisseur optique, le coefficient d'absorption des liquides (Figure 37). Cependant, il est tout de même plus aisé d'utiliser la spectroscopie pour avoir cette valeur.

4.3.4 Bilan et perspectives

Nous avons mis au point une méthode permettant d'estimer efficacement la conductivité thermique de liquides à hautes températures via un modèle numérique qui demande quelques heures de calcul pour identifier une propriété thermique sur un thermogramme. Ce travail a fait l'objet d'un article [P6], d'un acte dans un congrès international [CI7], de deux actes dans des congrès nationaux [CF6-7] et de deux conférences invitées [S-INV1, S-INV3]. Un article exhaustif est actuellement en cours de rédaction pour clôturer l'étude.

Cependant, cette méthode demande une grosse infrastructure (diffusivimètre 3D avec laser et imageur thermique quantique) et une cellule de mesure onéreuse. Ces points doivent encore être améliorés. Néanmoins, nous disposons d'une méthode mature pour la mesure des propriétés thermiques des liquides et verres mis en forme par l'industrie verrières. Un travail doit encore être mené pour l'étendre à d'autres types de liquides. En effet, les liquides étudiés ont une rhéologie adaptée (liquide visqueux) et sont relativement inertes. Si on veut généraliser la méthode à des domaines tels que la métallurgie ou les céramiques fondus, un travail doit être réalisé sur la prise en compte de la convection et les effets de l'environnement sur l'échantillon (évaporation et oxydation).

4.4 Mesure de conductivité thermique des isolants à hautes températures

Faisant suite aux premiers travaux sur la détermination des propriétés thermiques des liquides à hautes températures et au développement de la méthode tri-couche au LEMTA [61] pour la mesure de conductivité thermique des supers isolants à température ambiante, une nouvelle collaboration Saint-Gobain/LEMTA a vu le jour avec comme objectif la caractérisation thermique d'isolants hautes températures.

Des méthodes telles que la plaque chaude gardée (GHP) [62][63][64] et flux métrique (HFM) [65] permettent d'obtenir des conductivités thermiques apparentes jusqu'à 800°C. Cela nécessite des échantillons de grandes tailles (600 × 600 mm² pour la plaque chaude gardée et 300 × 300 mm² pour la méthode flux métrique de la norme ISO). Or Saint Gobain souhaite mettre en œuvre un dispositif plus compact (150 × 150 mm²), adapté aux essais sur des formules d'isolants obtenus en laboratoire sur de petits échantillons. Trois dispositifs ont été mis en place successivement permettant chacun d'estimer des conductivités thermiques à des niveaux de température différents.

- La méthode CFM (Comparative Fluxmetric Method) qui permet de calculer une conductivité thermique d'isolant jusqu'à 600°C.
- La méthode 4L dont l'objectif est de déterminer la diffusivité thermique d'isolants au-delà de 600°C (jusqu'à 800 ou 1000°C en fonction des matériaux)
- La méthode PHW (Parallel Hot Wire) Fil Chaud Parallèle pour une estimation de conductivité thermique voire de capacité thermique, jusqu'à 1200°C

Sur chacun de ces dispositifs, on estime une conductivité thermique apparente. Dans certains cas de figure, il est possible, en faisant l'hypothèse du milieu gris, de déterminer la valeur phonique en utilisant une valeur de coefficient d'absorption obtenue par voie spectroscopique et un modèle de Rosseland [67].

4.4.1 Méthode CFM

Le dispositif CFM (Figure 38 et Figure 39) utilise une méthode par comparaison. Un échantillon à caractériser est placé au contact d'un échantillon de référence dont la conductivité est parfaitement connue. Ces éléments sont surmontés d'une résistance chauffante en inconel chemisé inséré par gravure dans une plaque métallique. Elle permet de générer un gradient de température dans le milieu à étudier. Un isolant hautes températures assure une garde isolante latérale. Le tout est pris en sandwich entre deux plaques d'acier inoxydable de 1 cm d'épaisseur pour homogénéiser les transferts et apporter de l'inertie au système. Ce dispositif est placé dans un four de maintien qui amène l'ensemble à la température de mesure souhaitée. Un thermocouple est placé entre chaque interface et permet de calculer la conductivité thermique de l'échantillon, une fois le système en régime permanent tel que :

$$k_m = \frac{T_1 - T_2}{T_2 - T_3} \frac{e_m}{R_{ref}} = k_{ref} \frac{T_1 - T_2}{T_2 - T_3} \frac{e_m}{e_{ref}} \quad (18)$$

L'échantillon et la référence ont une épaisseur de 30 mm chacun, le côté de l'échantillon à base carrée est de 150 mm, le côté de l'ensemble est de 300 mm. Ces dimensions n'ont pas été choisies par hasard, suite à une étude paramétrique sur COMSOL, ce sont ces dimensions qui permettent de considérer le transfert thermique unidimensionnel au centre du système, là où sont placés les thermocouples. En effet, la principale difficulté de mettre au point un tel dispositif est,

à l'instar de la plaque chaude gardée, de trouver un moyen de négliger les pertes thermiques latérales.

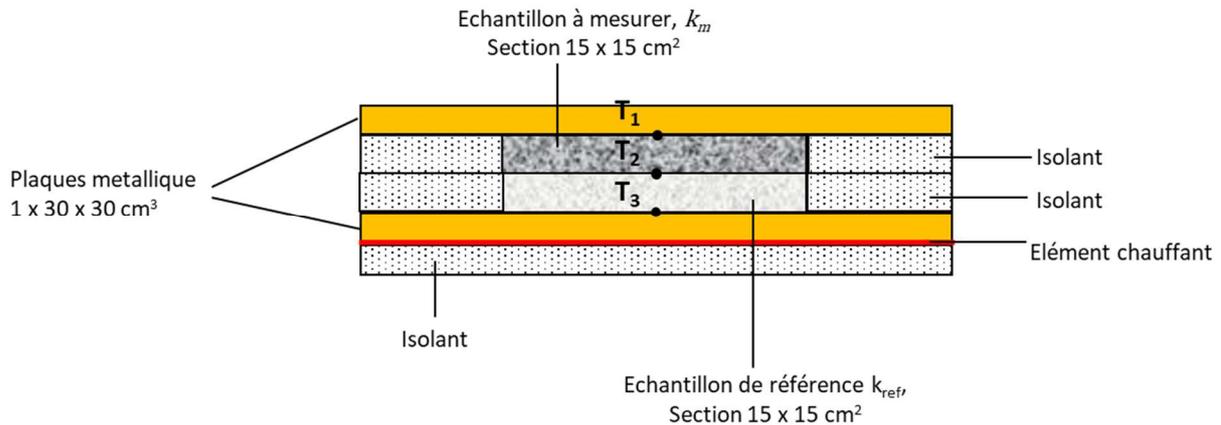


Figure 38 : Schéma de principe du dispositif expérimental CFM

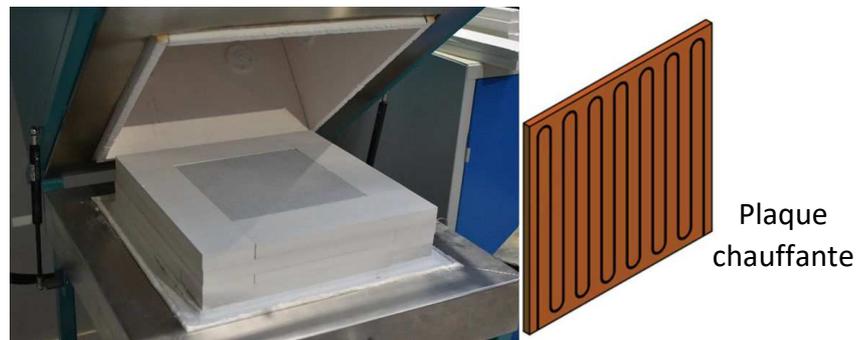


Figure 39 : Vue du dispositif expérimental CFM

La référence utilisée est un silicate de calcium de dénomination commerciale LUX 500. Une première expérience de calibration est menée : à partir d'une mesure d'un échantillon standard de conductivité k_{std} le SilCal 1100 caractérisé thermiquement par de nombreux laboratoires [66]. On estime la résistance thermique de référence R_{ref} telle que :

$$R_{ref} = \frac{T_1 - T_2}{T_2 - T_3} \frac{e_{std}}{k_{std}} \quad (19)$$

L'avantage de cette méthode de calibration est qu'elle diminue les erreurs pouvant provenir de résistances thermiques au niveau des interfaces et des thermocouples. Et si l'on prend en compte les incertitudes sur l'épaisseur de la référence, de l'échantillon et les mesures de température, nous arrivons à une erreur théorique d'estimation de 11% de la conductivité thermique de l'échantillon isolant. L'objectif de cette étude est de mesurer la conductivité thermique apparente d'un isolant fibreux léger (le Quartzel) de 25 à 600°C. Pour valider notre méthode, plusieurs mesures ont été réalisées pour comparaison avec un dispositif de référence à plaque chaude gardée (GHP) au LNE de Paris (Figure 40).

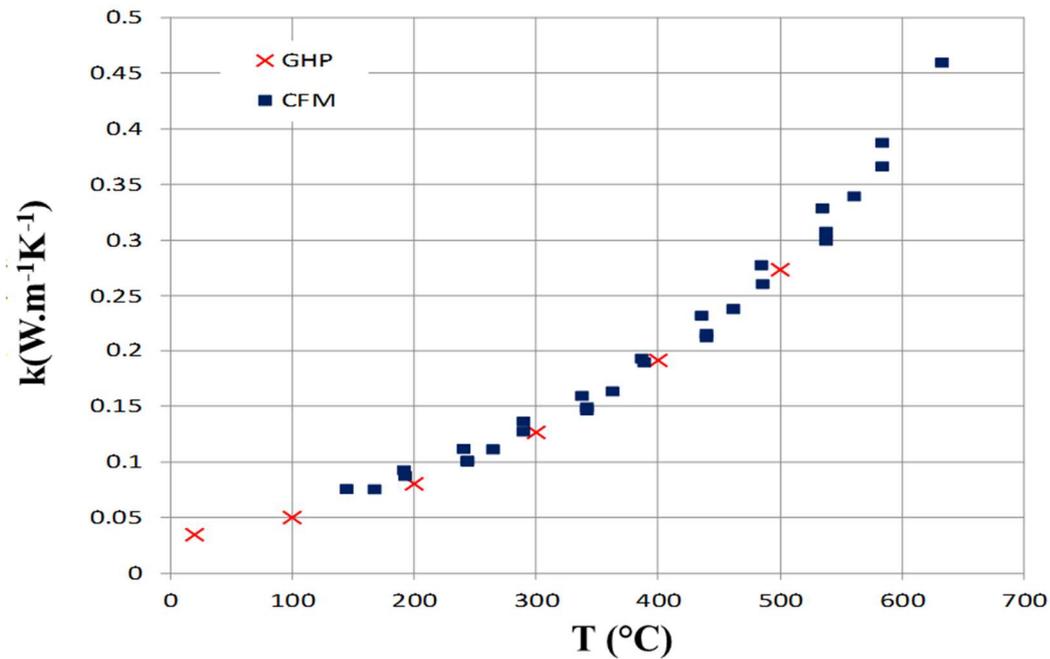


Figure 40 : Conductivité thermique apparente d'un feutre de Silice Quartzel basse densité ($\rho=26 \text{ kg.m}^{-3}$) en fonction de la température obtenue par méthode fluxmétrique (CFM) et plaque chaude gardée (GHP).

La conductivité thermique apparente k_{app} varie proportionnellement avec la température au cube. Ceci suggère que l'on pourrait appliquer un modèle de Rosseland [67] pour estimer la conductivité thermique phonique k_{ph} , en connaissant le paramètre optique telle que :

$$k_{app} = k_r + k_{ph} \text{ avec } k_r = \frac{16n^2\sigma T_0^3}{3\kappa_a} \quad (20)$$

En conclusion, le dispositif CFM permet d'estimer de façon fiable la conductivité thermique d'échantillons d'isolants de petite dimension et de masse volumique variable. Nous avons pu caractériser ainsi des feutres de silice peu denses (ρ allant de 17 à 42 kg.m^{-3}) et des silicates de calcium plus denses ($\rho = 260 \text{ kg.m}^{-3}$) jusqu'à 600°C, pour une plage de conductivités thermiques allant de 0,05 à 0,5 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Suite à cette étude, le dispositif a été transposé chez Saint Gobain Recherche à Aubervilliers pour réaliser du contrôle qualité sur les productions Saint Gobain. Ce transfert a été réalisé par Maxime CAPP, lors de son stage de fin d'études. C'est un ancien étudiant Mines Nancy, qui a travaillé sur les mesures de propriétés thermiques de barrières thermiques en projet recherche au LEMTA et qui est aujourd'hui au département thermique des procédés et systèmes chez Saint Gobain Recherche Paris.

4.4.2 Méthode 4L

La méthode CFM permet d'estimer une conductivité thermique apparente des matériaux jusqu'à 600°C, elle repose sur un fonctionnement en régime permanent. La méthode 4L (« 4 Layers » ou « quatre couches ») reprend le dispositif CFM mais avec un fonctionnement en régime transitoire et un remplacement de la référence par l'échantillon à mesurer (Figure 41). Ce dispositif

a pour vocation d'estimer la diffusivité thermique d'isolants jusqu'à 1000°C. Le système ainsi constitué présente une symétrie au niveau de l'interface des deux échantillons isolants. La faible conductivité thermique des échantillons permet de négliger l'influence des résistances thermiques de contact. Comme pour la méthode CFM, on peut négliger les pertes thermiques latérales jusqu'à 1000°C environ, le transfert thermique est donc considéré unidimensionnel au centre du dispositif.

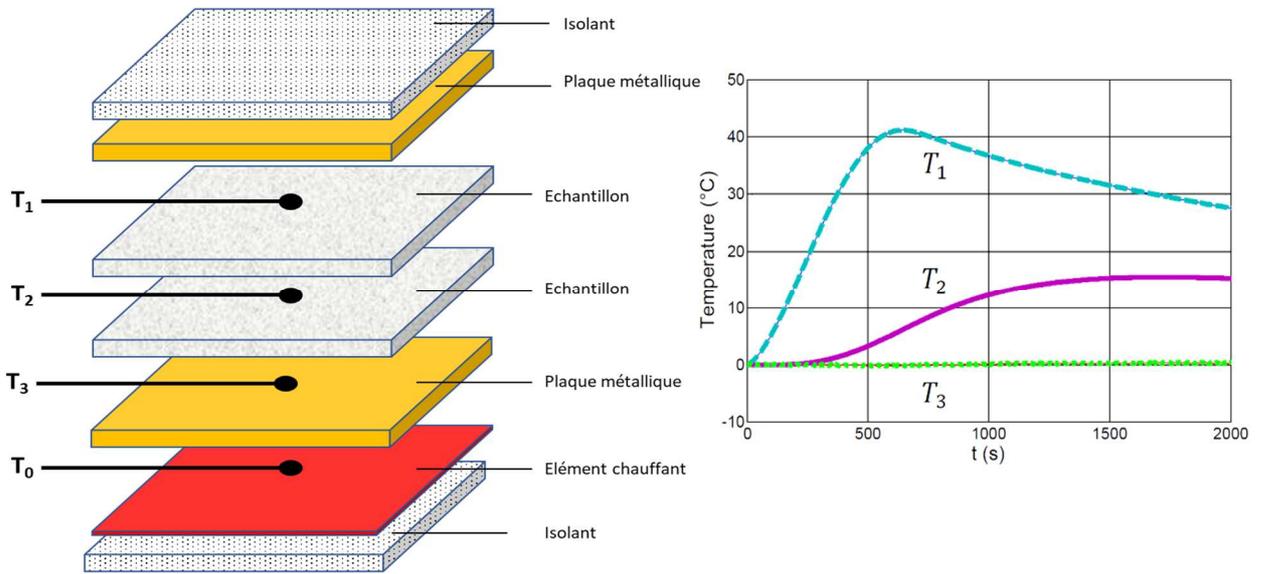


Figure 41 : Représentation schématique de la méthode 4L (à gauche), thermogramme à chaque interface (à droite)

Le dispositif est placé dans un four pour le maintien sur une isotherme d'estimation. L'élément chauffant fournit un créneau de flux qui élève les températures de l'échantillon. On enregistre alors trois thermogrammes, deux à chacune des interfaces métal-échantillon, et un entre les deux échantillons. L'estimation de la diffusivité thermique apparente se fait en minimisant l'écart quadratique par variation de la diffusivité via un algorithme de Levenberg-Marquardt [68] entre la température $T_{2exp}(t)$ et le thermogramme simulé $T_{2mod}(t)$ tel que :

$$S = \sum_{i=1}^n \left(T_{2exp}^i(t) - T_{2mod}^i(t) \right)^2 \quad (21)$$

En appliquant la même philosophie que celle employée pour le développement de la méthode tricouche [61], $T_{2mod}(t)$ est simulée en résolvant l'équation de la chaleur pour obtenir le champ de température dans l'échantillon via une transformée de Laplace, et en convoluant cette solution analytique $F(t, a)$ avec les températures enregistrées $T_1(t)$ et $T_3(t)$ telles que :

$$T_{2mod}(0) = T_{2exp}(0) + \left[T_{1exp}(t) - T_{1exp}(0) + T_{3exp}(t) - T_{3exp}(0) \right] \otimes F(t, a) \quad (22)$$

$$\text{Avec } F(t, a) = \frac{e}{\sqrt{\pi a t^3}} e^{-\frac{e^2}{4at}}$$

Pour valider la méthode, on a cherché à étudier plusieurs matériaux utilisés comme isolants techniques à hautes températures :

- Le LUX 500, un silicate de calcium dont la tenue en température est garantie jusqu'à 500°C environ.
- Le SilCal 1100 [66], un silicate de calcium utilisé pour la calibration de la méthode CFM.
- Le NOARFOAM Xpure, une mousse céramique poreuse d'alumine pure utilisée comme réfractaire présentant une semi-transparence marquée au-delà de 600°C.

La diffusivité thermique du LUX 500 a été mesurée par méthode 4L jusqu'à 525°C (Tableau 5). Ces résultats ont été comparés à des mesures de diffusivités thermiques obtenues grâce à la combinaison de mesure de conductivité plaque chaude gardée (LNE) et de capacité thermique par DSC. Une diffusivité thermique apparente de ce matériau peut ainsi être estimée avec un écart de maximum 4% par rapport à la référence.

T(°C)	$a_{\text{exp}} (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	$a_{\text{réf}} (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$
175	$3,22.10^{-7}$	$3,10.10^{-7}$
325	$3,06.10^{-7}$	$3,11.10^{-7}$
525	$2,91.10^{-7}$	$2,84.10^{-7}$

Tableau 5 : Comparaison de la diffusivité thermique du LUX 500 en fonction de la température estimée par méthode 4L et DSC/GHP

La diffusivité thermique du SilCal 1100 a été estimée jusqu'à 800°C et comparée aux résultats de la littérature [66], (Figure 42 et Tableau 6). Lors de l'identification de la diffusivité thermique à hautes températures, les résidus sont de bonne qualité malgré de très léger biais que l'on peut expliquer par la haute température.

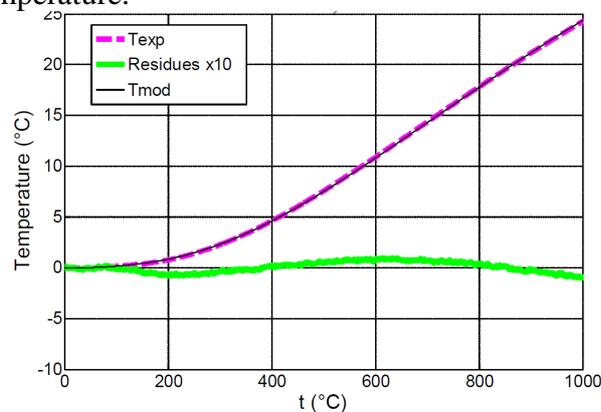


Figure 42 : Identification de la diffusivité thermique sur un thermogramme 4L à 800°C et comparaison de la diffusivité thermique du Silcal 1100 en fonction de la température

T(°C)	$a_{\text{exp}} (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	$a_{\text{réf}} (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	Erreur(%)
200	$4,22.10^{-7}$	$4,22.10^{-7}$	-0,2
400	$4,54.10^{-7}$	$4,93.10^{-7}$	-7,9
600	$5,19.10^{-7}$	$5,78.10^{-7}$	-10,4
800	$6,08.10^{-7}$	$6,77.10^{-7}$	-10,5

Tableau 6 : Comparaison des diffusivité thermique estimée par méthode PHW à la littérature [66]

Il apparait que les estimations de diffusivité thermique apparente sont moins fiables pour une température supérieure à 800°C quel que soit l'intervalle temporel d'estimation. Cela est probablement dû à une mauvaise prise en compte de la semi-transparence. Cette tendance se

confirme sur les mesures NORFOAM à 800°C (Figure 43), où l'ajustement des thermogrammes ne fonctionne absolument pas pour un modèle conductif pur.

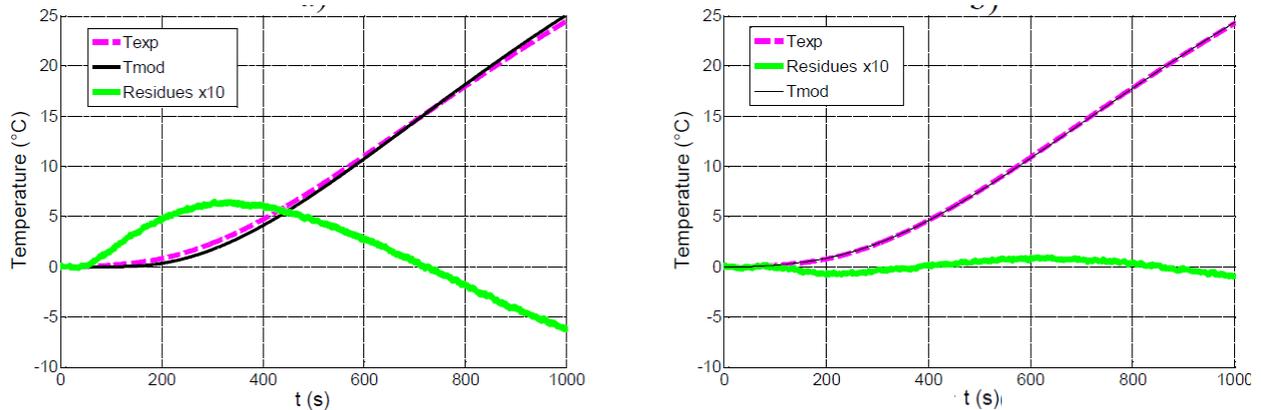
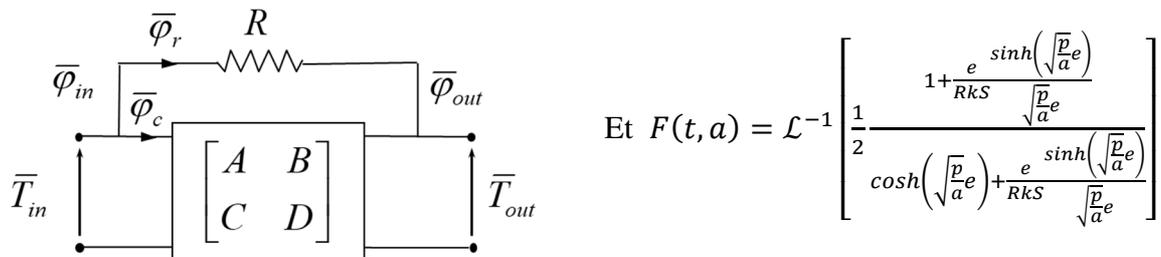


Figure 43 : Identification de la diffusivité thermique sur un thermogramme 4L à 800°C sur un échantillon de Norfoam via un modèle conductif pur (à gauche) ou conducto-radiatif avec résistance radiative en parallèle pour la prise en compte du rayonnement.

Cela semble mieux s'ajuster pour un modèle simple quadripolaire conducto-radiatif avec résistance en parallèle que l'on peut représenter ainsi :



Les résidus restent quand même signés, cela montre que la méthode n'est pas complètement fiable au-delà de 600°C pour une estimation d'une diffusivité thermique apparente à hautes températures. Il faut une meilleure prise en compte des transferts radiatifs dans la modélisation de la méthode.

En conclusion, la méthode 4L est une bonne méthode de mesure de la diffusivité thermique en complément de la méthode CFM. En effet, ces deux méthodes donnent accès à la mesure de conductivité thermique et à la capacité thermique d'un isolant jusqu'à 600°C. C'est le véritable atout de cette association car la mesure sur les matériaux peu denses est peu aisée par DSC.

4.4.3 Méthode fil chaud parallèle

Les méthodes développées (CFM et 4L) ont montré des limites pour l'estimation des propriétés thermiques des isolants au-delà de 800°C. Dans le cadre du laboratoire commun CANOPEE, nous avons développé un dispositif fil chaud parallèle (PHW, Figure 44) pour pouvoir identifier des propriétés thermiques de matériaux isolants à très hautes températures. En plus de l'estimation de conductivités thermiques, ce dispositif nous permet de déterminer la capacité thermique d'isolants techniques jusqu'à 1500°C sur des matériaux fibreux potentiellement orthotropes. Il est constitué de 3 échantillons de section carrée de 150 × 150 mm² ; les échantillons 1 et 3 font 25 mm d'épaisseur, l'échantillon 2 fait 10 mm d'épaisseur. Une rainure de section carrée 0,5 × 0,5 mm² est réalisée au centre de la face supérieure de l'échantillon 1 pour faire passer le fil

chauffant de diamètre 0,5 mm. Les mesures de température sont réalisées à partir de deux thermocouples chemisés de type K de diamètre 0,5 mm placés eux aussi dans des rainures carrées. Le thermocouple permettant d'estimer k_x est placé à 15 mm du fil chauffant, à l'interface entre l'échantillon 1 et l'échantillon 2, le thermocouple permettant d'estimer k_z , à l'interface entre l'échantillon 2 et 3.

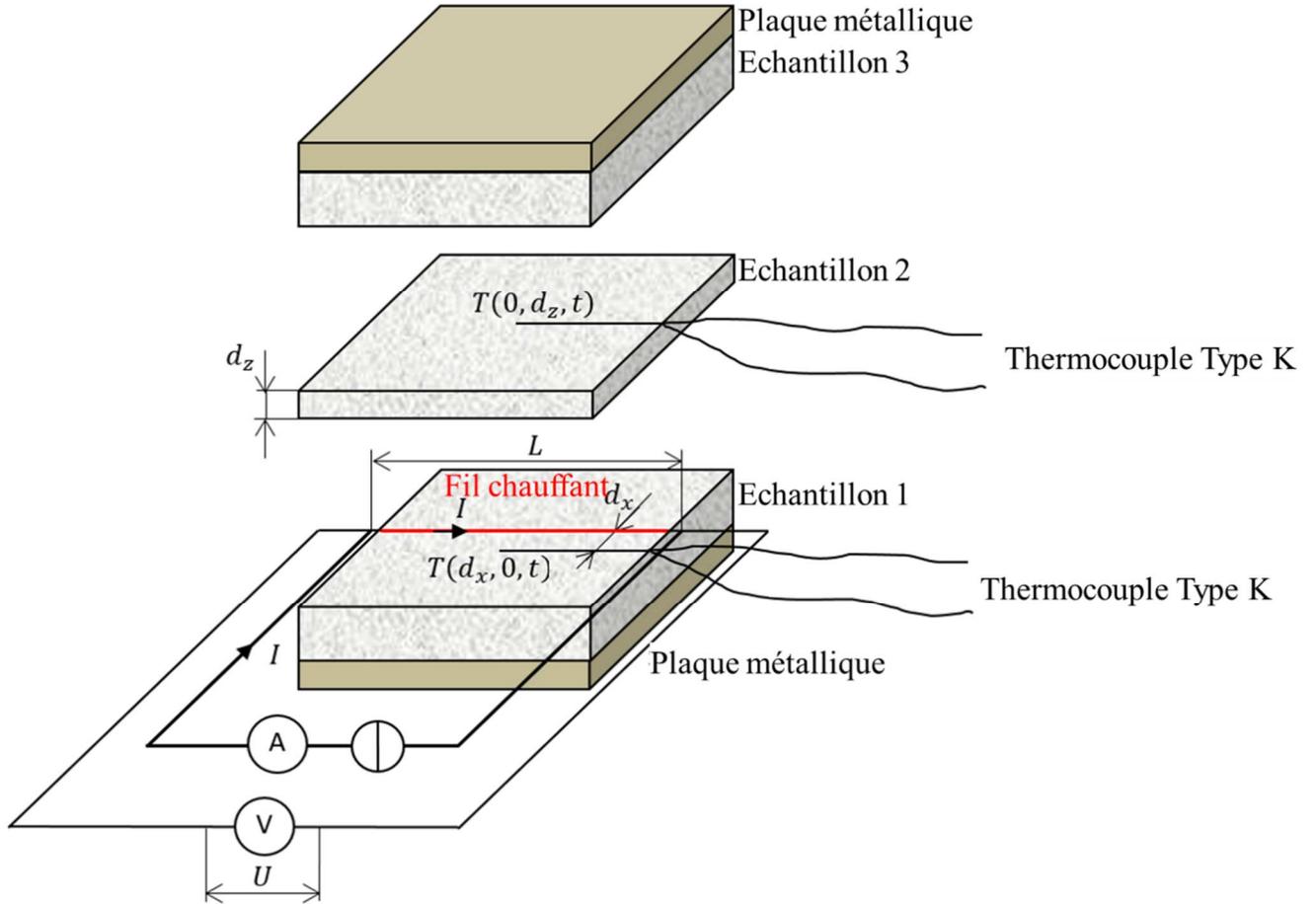


Figure 44 : Description schématique du dispositif PHW mis en œuvre pour déterminer les propriétés thermophysiques des isolants à hautes températures

Le modèle permettant d'obtenir la température simulée est issu d'une précédente étude théorique réalisée au LEMTA[69]. Les températures $T(d_x, 0, t)$ en $T(0, d_y, t)$ peuvent s'exprimer ainsi :

$$T(d_x, 0, t) = \mathcal{L}^{-1} \left[\frac{\frac{\varphi_w K_0 \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_x}} d_x \right)}{p l_w} \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_x}} d_x \right)}{\rho_w c_w \pi r_w^2 K_0 \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_x k_z}} r_w \right) + 2\pi \sqrt{k_x k_z} \sqrt{\frac{p}{a}} r_w + [1 + \rho_w c_w \pi r_w^2 p R l_w] K_1 \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_x k_z}} r_w \right)} \right] \quad (23)$$

$$T(0, d_y, t) = \mathcal{L}^{-1} \left[\frac{\frac{\varphi_w K_0 \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_y}} d_y \right)}{p l_w} \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_y}} d_y \right)}{\rho_w c_w \pi r_w^2 K_0 \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_x k_z}} r_w \right) + 2\pi \sqrt{k_x k_z} \sqrt{\frac{p}{a}} r_w + [1 + \rho_w c_w \pi r_w^2 p R l_w] K_1 \left(\sqrt{\frac{\rho c p p}{k_x k_z}} r_w \right)} \right] \quad (24)$$

Vu le caractère isolant des échantillons étudiés on peut négliger les résistances de contact au niveau du fil et des thermocouples. L'étude de sensibilité montre que l'on peut estimer avec une très bonne sensibilité la diffusivité thermique et avec une sensibilité correcte la capacité calorifique de matériau orthotrope à forte épaisseur optique.

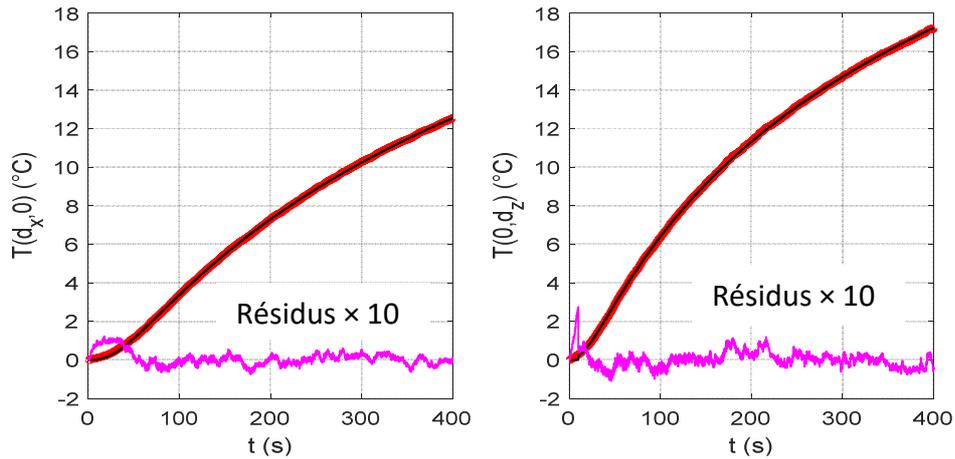


Figure 45 : Thermogramme expérimental (en rouge) et modélisé (en noir) à 1000°C obtenu par PHW sur un échantillon de Superwool Board 607 HT.

L'identification des propriétés thermiques a été réalisée sur du Superwool 607 HT Board. Ce sont des panneaux rigides à base de laine de silice présentant une masse volumique environ 10 fois ($\rho=330\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$) plus grande que les feutres de Quartzel étudiés par méthode CFM. Les fibres du matériau sont orientées et présentent une certaine orthotropie. Les thermogrammes expérimentaux sont peu bruités à hautes températures (Figure 45) et il y a un bon ajustement entre thermogrammes expérimental et modélisé, avec des résidus plats et de faibles amplitudes. Les propriétés thermiques apparentes d'un matériau isolant orthotrope peuvent être identifiées jusqu'à 1000°C par la méthode du fil chaud parallèle (Figure 46).

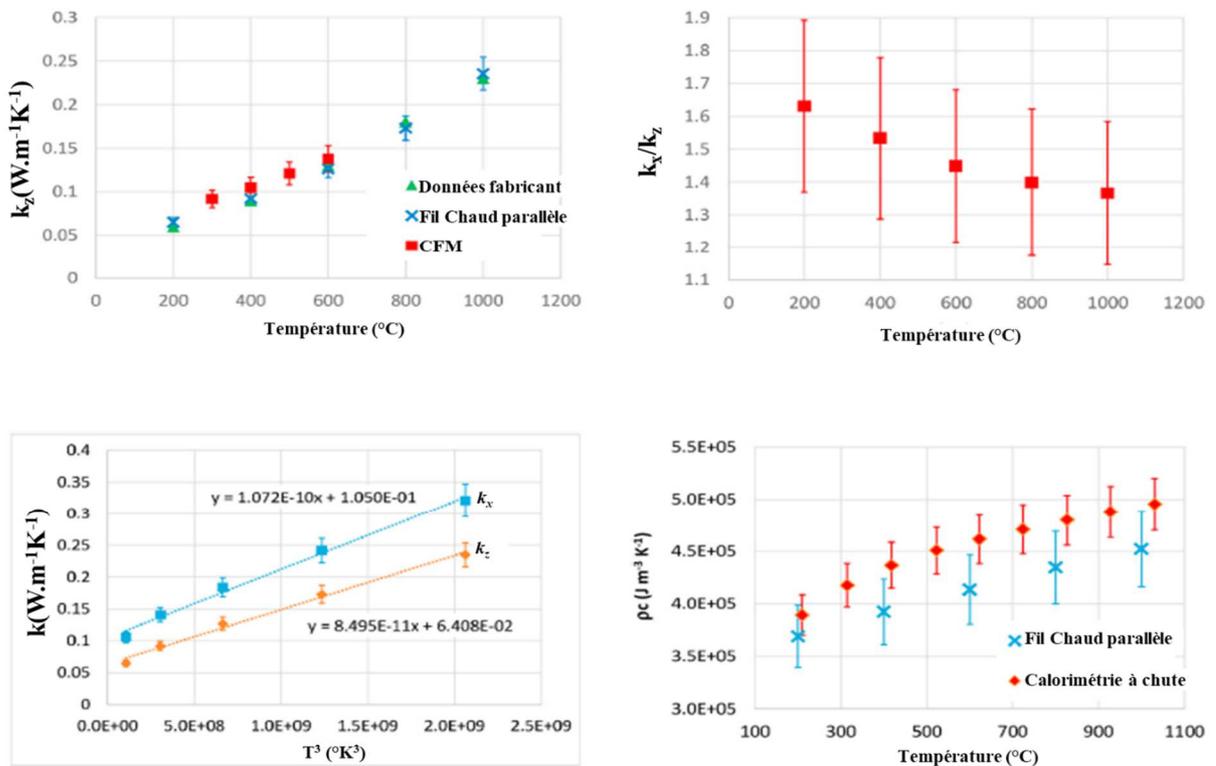


Figure 46 : Propriétés thermiques du Superwool Board : conductivités thermiques k_x et k_z , et capacité calorifique identifiée par méthode PHW

La conductivité thermique estimée est la même que celle calculée par la méthode CFM jusqu'à 600°C, et au-delà on retrouve les mêmes valeurs que celles fournies par le fabricant. On note un écart maximal de 5% par rapport à ces valeurs obtenues en moyennant des données issues de différentes méthodes[66]. Concernant la capacité thermique des isolants, il y a un écart de 12% entre les données obtenues par calorimétrie à chute [70] avec notre dispositif Setaram MHTC 96. Cette différence peut s'expliquer par la faible masse volumique des isolants, la faible masse dans le calorimètre est alors source d'incertitude avec cette technique.

On remarque aussi une variation linéaire des conductivités thermiques k_z et k_x en fonction de T^3 . Ce qui suggère que malgré le fait qu'un modèle conductif pur s'ajuste bien sur le thermogramme expérimental, le matériau est légèrement semi-transparent et on peut estimer sa conductivité thermique phonique en utilisant un modèle de Rosseland qui nécessite de connaître les paramètres optiques du système (coefficient d'absorption notamment).

4.4.4 Bilan et perspectives

Cette collaboration avec Saint Gobain a permis de faire émerger le laboratoire commun CANOPEE, et a ainsi permis d'obtenir une méthode d'estimation de capacité thermique et de conductivité phonique et apparente d'isolants faiblement semi-transparents (via l'approximation de Rosseland) jusqu'à 1000°C. Ces travaux ont fait l'objet de 4 articles [P17,P19,P21, P25], d'un acte [CI15] dans une conférence internationale, d'un acte [CF22] dans une conférence nationale et d'une conférence invitée [S-INV2].

Au-delà de 1000°C, le rayonnement devient prépondérant dans le transfert thermique d'isolant à base de silice et il n'est plus possible de faire l'approximation de Rosseland. Aux temps courts, l'ajustement modèle expérience n'est pas suffisant (Figure 47), ce qui suggère que l'isolant se comporte comme un milieu semi-transparent d'épaisseur optique intermédiaire, et donc nécessite le développement d'un modèle de transfert thermique théorique prenant en compte le couplage conducto-radiatif.

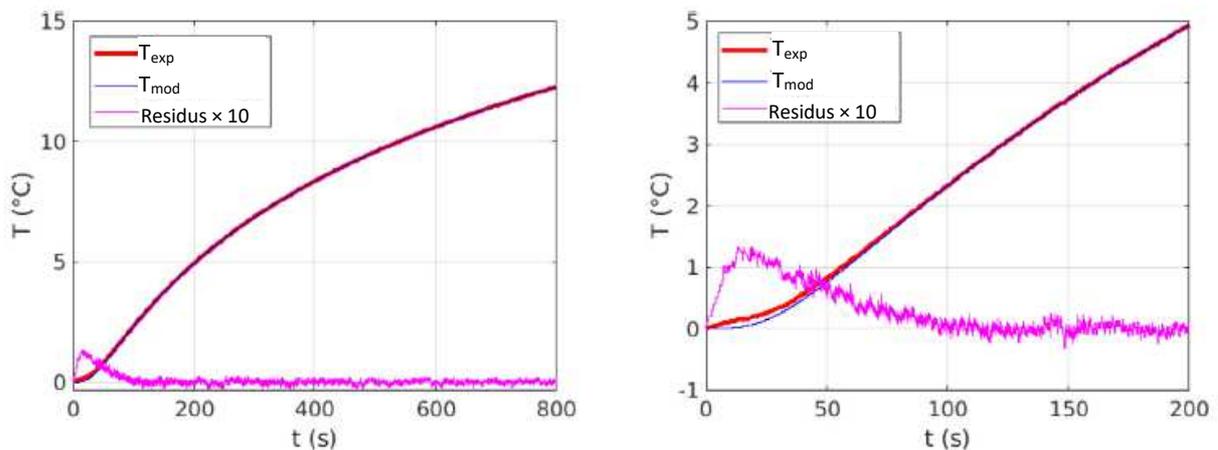


Figure 47 : Thermogramme expérimental (en rouge) et modélisé (en bleu) à 1200°C obtenu par Fil Chaud Parallèle sur un échantillon de SILPOWER

L'isolant SILPOWER étudié est utilisé comme réflecteur infrarouge. En théorie, il est peu semi-transparent, mais au-delà de 1000°C, le rayonnement dans le domaine spectral du visible devient prépondérant. L'utilisation d'un modèle conductif pur pour des isolants à base de silice n'est plus possible. D'autant plus que les isolants et réfractaires au-delà de 1000°C, tels que les alumine et zircone, peuvent être très transparents (autrement appelé peu participant) et hétérogènes (structure en mousse ou en éponge). S'ajoute à cela le fait qu'au-delà de 1000°C, les thermocouples

de type K ne sont plus adaptés, on doit avoir recours à des thermocouples de types S fragiles et onéreux. On doit donc envisager un modèle prenant en compte le transfert conducto-radiatif plus élaboré que le modèle P1 (décrit dans la section 4.3.2.3) utilisé pour les liquides silicatés homogènes absorbants et émettant. A l'heure actuelle, nous travaillons dans le cadre du laboratoire commun CANOPEE sur l'utilisation de méthodes de Monte Carlo pour traiter le problème conducto-radiatif dans des géométries complexes telles que celles de ce dispositif fil chaud (post-doctorat de Léa PENAZZI). Ces Méthodes Monte Carlo (MMC) sont transposées de celles utilisées pour traiter de l'estimation de la diffusivité thermique de mousses céramiques poreuses à hautes températures présentées dans la section suivante. En couplant aussi ces méthodes avec nos moyens de spectroscopie FTIR, on pourrait s'intéresser aux propriétés optiques de ces matériaux et ainsi à partir de l'approximation de Rosseland affiner notre estimation de la conductivité phoniques[71] au moins pour les isolants à base de silice à forte épaisseur optique.

4.5 Caractérisation des mousses poreuses à hautes températures

Le LEMTA a souhaité s'investir dans la réponse aux axes concernant les défis sociétaux « énergies sûres, propres et efficaces » et « utilisation efficace des ressources et des matières premières » en phase avec les objectifs de la transition énergétique et environnementale. Dans cette optique, une thématique de recherche portant sur la récupération des chaleurs fatales issues des procédés industriels à hautes températures (métallurgie, verrerie, céramiste...), là où l'on peut se retrouver avec des effluents chauds avec des température allant de 600 à 1500°C a été mise en place. Nous souhaitons développer des solutions de captage/stockage de la chaleur rayonnée par les effluents chauds habituellement rejetée dans l'environnement sans valorisation énergétique.

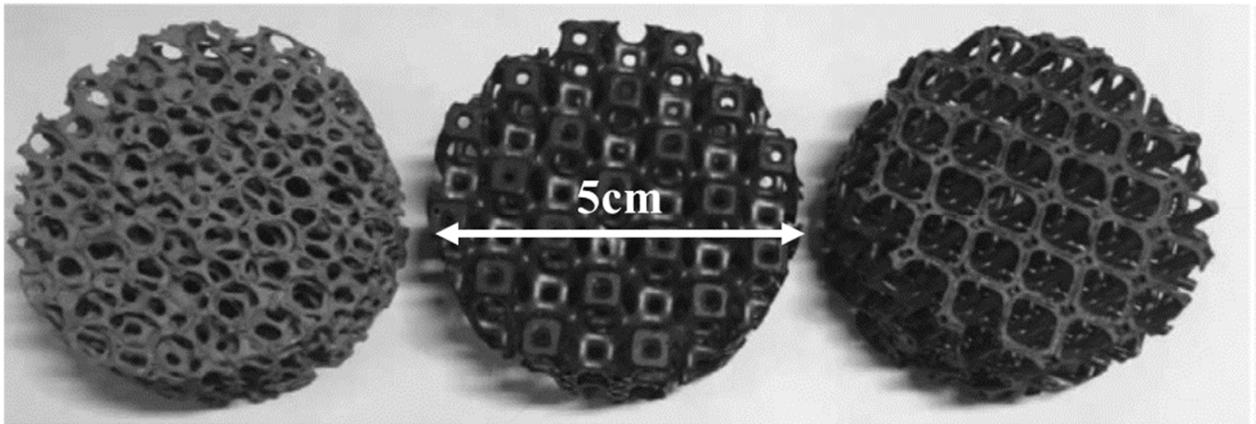


Figure 48 : Mousse céramique à base de carbure de silicium à motif stochastique (à gauche), à motif en cellule de Kelvin (au milieu) et à motif cubique (à droite)

On s'intéresse à l'utilisation de mousses céramiques à forte porosité, structurées ou stochastiques et inertes à hautes températures, déjà utilisées dans le domaine de recherche du captage du rayonnement visible pour les centrales solaires à concentration [72] (Figure 48). On souhaite mettre en œuvre ces matériaux dans des échangeurs permettant de capter le rayonnement infrarouge des sources chaudes. Ces mousses seraient parcourues d'un fluide gazeux permettant de récupérer la chaleur de la mousse chaude. Ce projet doit se faire en plusieurs étapes :

1. Développement d'un outil permettant de déterminer les propriétés optiques et thermiques de ces mousses à hautes températures.
2. Développement d'un outil de prédiction en vue d'optimiser la géométrie de ces structures poreuses pour optimiser le captage.
3. Développement d'un modèle des transferts couplés advecto-conducto-radiatifs dans ces mousses parcourues par un flux d'air.
4. Mise en œuvre de ces matériaux sur un pilote de laboratoire pour évaluer les performances d'échange des mousses en fonction de leur structure. Une fois la structure optimale en termes de rapport coût/performance obtenue, on peut envisager de changer d'échelle.
5. Mise en œuvre de ces matériaux sous forme de récupérateur sur un procédé industriel pilote pouvant fournir des effluents à hautes températures.

Dans le cadre de la thèse de Morgan SANS [73], nous nous sommes intéressés aux trois premières étapes de ce projet. Cette section porte sur l'étude réalisée sur le premier point : la mesure des propriétés thermiques (conductivité phonique) et optiques (coefficient d'absorption/épaisseur optique de mousse céramique).

4.5.1 Contexte de l'étude

Lors du fonctionnement d'un procédé de production ou de transformation, l'énergie thermique produite grâce à l'énergie apportée n'est pas utilisée en totalité. Une partie de la chaleur est inévitablement rejetée. Le secteur de l'Industrie est le 3^{ème} secteur consommateur d'énergie finale en Europe après les secteurs résidentiel et du transport. Face à la crise énergétique et en phase avec la stratégie bas carbone, les acteurs industriels doivent réduire leur impact carbone et améliorer leur performance énergétique. La chaleur fatale est rejetée à haute température, c'est-à-dire entre 100 et 1000°C selon les procédés industriels mis en jeu. Valoriser la chaleur rejetée et perdue participerait à la décarbonation industrielle.

Le gisement de chaleur récupérable en France a été estimée par l'ADEME [74] (Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie) à 109,5 TWh au niveau de l'industrie française, cela représente 36 % de la consommation de combustibles fossiles de ce secteur et environ 52,9 TWh sont perdus à plus de 100°C.

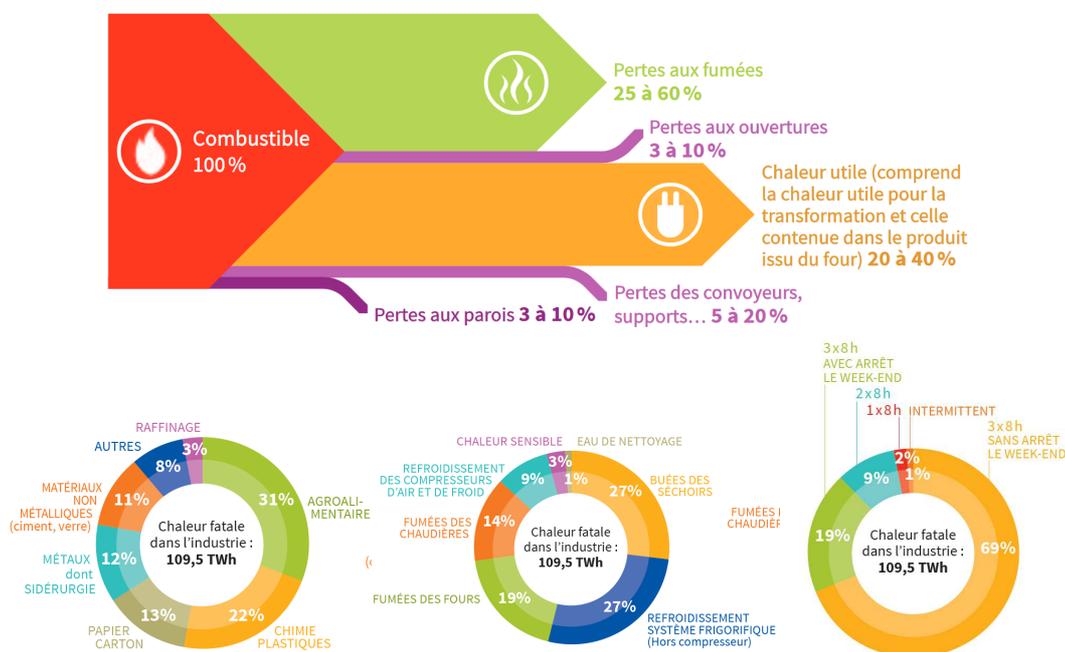


Figure 49 : Répartition du gisement de chaleur dans l'industrie française [74]

Une grande partie de la chaleur perdue l'est au niveau des fumées (Figure 49). Le captage de la chaleur est plus aisé sur un effluent fluide, cependant tel qu'illustré sur la Figure 50, l'utilisation d'échangeurs à plaque est moins efficace que l'utilisation d'échangeurs volumiques, ceci étant lié à la surface d'échange disponible.

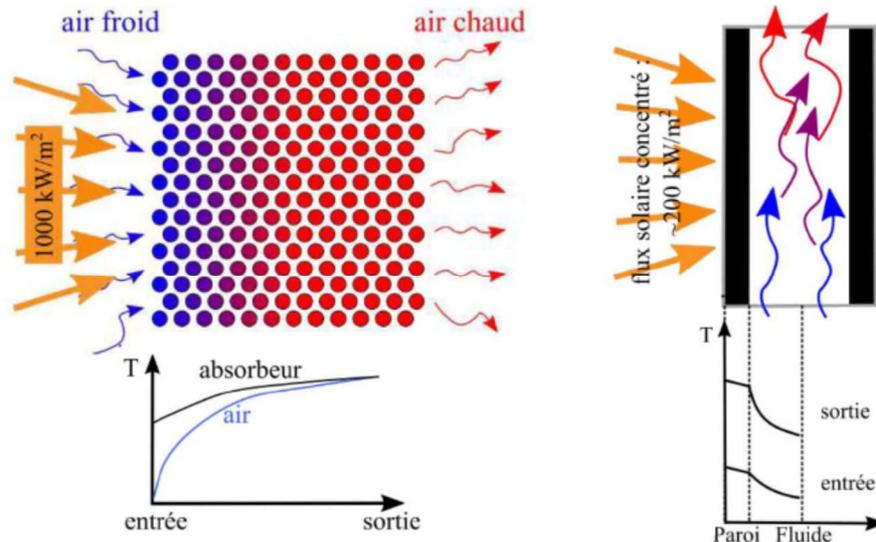


Figure 50 : Système d'absorbeur volumique (à gauche) et surfacique (à droite)[72].

Dans ce contexte, l'utilisation de mousses poreuses pour capter les chaleurs rayonnées des fumées des procédés industriels à hautes températures est prometteuse. On s'intéresse donc au développement d'une méthode de détermination des propriétés thermophysiques de ces mousses. De précédentes études se sont intéressées à la détermination des propriétés de ces matériaux, notamment sous forme métallique [75][76][77][78][79].

Cependant peu sont consacrées aux mousses céramiques, qui, bien que plus onéreuses, présentent de nombreux avantages grâce aux matériaux constituant les brins avec :

- De meilleures absorptivités des brins dans l'infrarouge,
- Une conductivité thermique plus élevée,
- Des tenues mécanique et chimique attractives.

Ce travail porte ainsi sur la mise au point d'une méthode d'estimation de la conductivité thermique des mousses à hautes températures, reposant sur une méthode pulsée similaire présentée dans les sections précédentes. La complexité géométrique de ces mousses nous pousse cependant à développer de nouveaux modèles du transfert conducto-radiatif basé sur des méthodes de Monte Carlo [80].

Lors des premières études au LEMTA sur la détermination des propriétés thermophysiques des milieux semi-transparents [51], une méthode à 2 flux (conductif et radiatif) a permis de simuler un thermogramme rapidement. Cependant cette méthode est limitée au cas de transfert 1D. Pour les transferts 3D, on peut utiliser la méthode P1 pour simuler un thermogramme (méthode utilisée dans le cadre de la thèse de Johann MEULEMANS). Elle nécessite cependant 4 fois plus de temps de calcul que la méthode 2 flux pour obtenir un profil de température 1D. Cependant, cette méthode n'est pas généralisable à tout type de transfert radiatif et semble être limitée pour les matériaux peu participants (i.e semi-transparent à faible absorption), ce qui peut être le cas des mousses. C'est pourquoi on souhaite développer une méthode de résolution de l'équation de la chaleur et de l'équation du transfert radiatif en utilisant une méthode de Monte Carlo. Un code Monte Carlo utilisé ne demande que deux fois plus de temps qu'un code P1 pour produire un thermogramme 1D (Figure 51). Il est donc envisageable d'estimer à partir d'une expérience flash couplée à un modèle Monte Carlo, les propriétés thermiques de mousses céramiques à hautes températures.

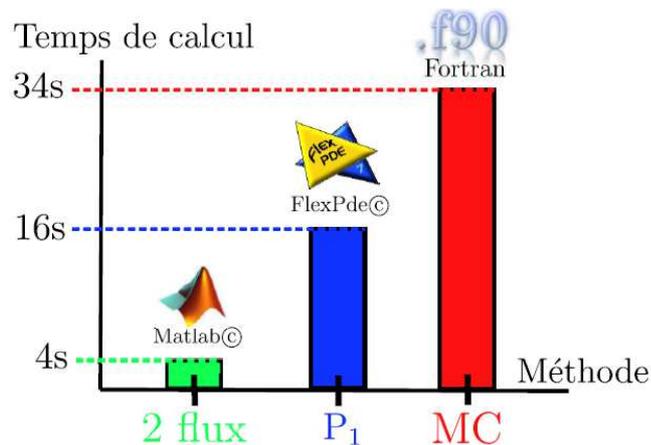


Figure 51 : Illustration du temps de calcul nécessaire au calcul d'un profil de température dans un échantillon homogène 1D au cours d'une expérience de méthode flash par méthode 2 flux, P1 et Monte Carlo (noté MC).

4.5.2 Stratégie expérimentale

La finalité de cette étude est de fournir des conductivités thermiques de mousses céramiques sous vide jusqu'à des températures de 800°C. Pour cela on couple, comme pour les précédentes études, des méthodes pulsées de détermination de la diffusivité thermique avec des méthodes de calorimétrie pour la détermination de la capacité thermique.

4.5.2.1 Echantillons de mousse céramique

Plusieurs types de mousses sont étudiés. Ces échantillons sont principalement constitués de carbure de silicium (SiC) opaques et bons conducteurs thermiques ($134 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ à 25°C). On va aussi s'intéresser à des échantillons à base de zircon et d'alumine semi-transparents. Ces mousses (Figure 52) produites par le fabricant EngiCer sont sous forme d'échantillons cylindriques de 50 mm de diamètre et de 20 mm d'épaisseur (sauf mousse SC). Plusieurs structures de mousses sont étudiées :

- Structures à motif en cellules de Kelvin (mousse type S avec des diamètres de cellule allant de 2,5 à 10 mm de diamètre).
- Structures à motif cubique : mousse type SC avec des cellules de 10 mm de diamètre (SC1 épaisseur 15 mm SC2 épaisseur 20 mm).
- Structures Stochastiques (C1 à C5 d'une porosité allant de 7 à 50 PPI).
- Structures Stochastiques à 30PPI en SiSiC (M1) en ZrO₂ (M2) et Al₂O₃ (M3).

Pour les mousses stochastiques on raisonne en termes de porosité et pour les mousses structurées avec la même taille de pores en diamètre de cellule.

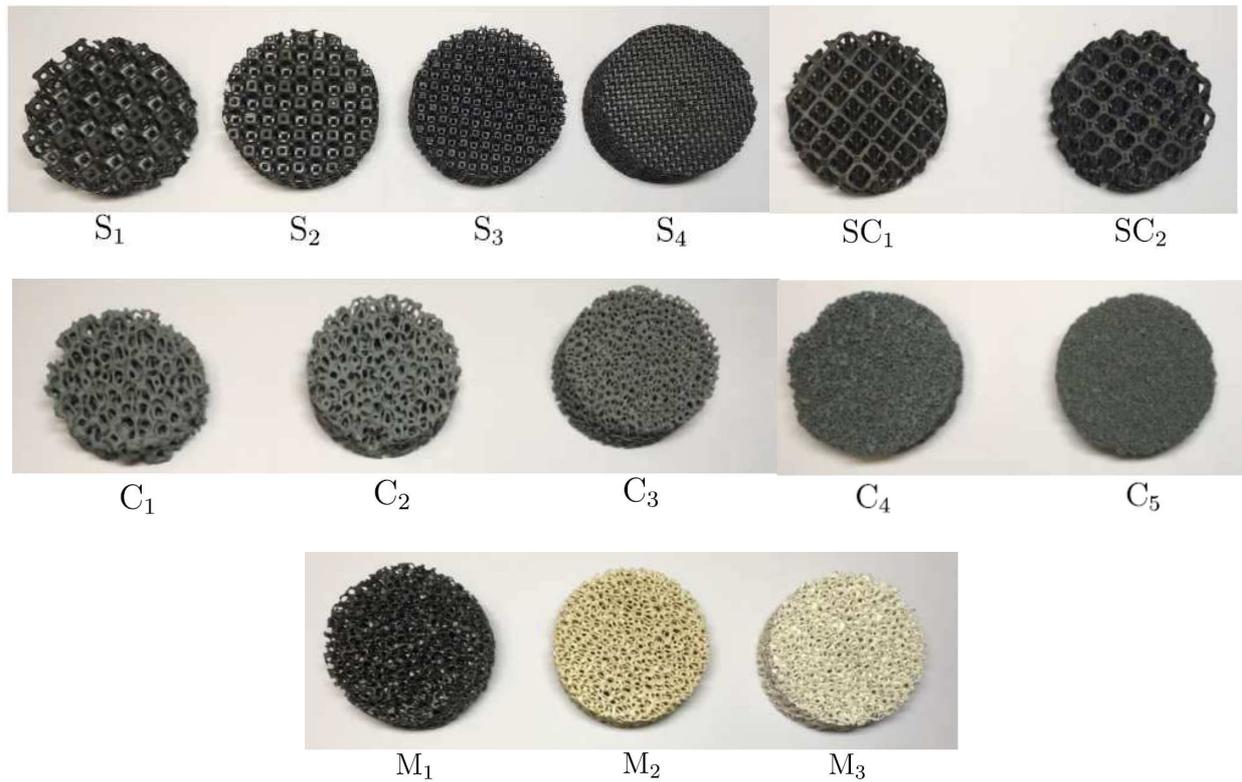


Figure 52 : Types de mousses céramiques étudiées (d'échantillon cylindrique de 50 mm de diamètre et de 20 mm d'épaisseur, sauf mousse SC)

Ces échantillons sont placés entre deux plaques rondes de carbure de silicium opaques, pour former un système trichouche : plaque/mousse/plaque. Ce sont les plaques qui permettent l'absorption de l'excitation photothermique face avant et la mesure de la réponse thermique face arrière. Le tout est placé dans un porte échantillon cylindrique en stumatite qui maintient la cohésion de l'ensemble (Figure 53).



Figure 53 : Système porte échantillon des mousses céramiques

Les propriétés des plaques de carbure de silicium sont bien connues. Les émissivités ont été obtenues par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) et les propriétés thermiques ont été déterminées par méthode Flash et DSC de 25 à 800°C sous atmosphère neutre. La capacité thermique des matériaux constituant les mousses a été mesurée par calorimétrie (DSC) sur notre MHTC96 et μ DSC3 de l'ambiante à 800°C. La masse volumique et la porosité ϵ ont été

mesurées par mesure de masse, de volume d'eau déplacé et par pycnométrie hélium [81]. Ces résultats ont été confirmés pour certaines mousses par des mesures de Tomographie X. Cela permet de déterminer une capacité thermique équivalente de mousse céramique telle que :

$$\rho(\rho C)_{mousse} = (1 - \epsilon)(\rho C)_{sic} \quad (25)$$

4.5.2.2 Dispositif expérimental

Le dispositif utilisé pour la mesure de diffusivité thermique (Figure 54) est encore le même que celui utilisé pour la détermination de la diffusivité thermique des liquides et des barrières thermiques à hautes températures. Quelques modifications ont cependant été apportées :

- Un élargisseur de faisceau est mis en place pour que le faisceau laser puisse éclairer l'ensemble de la face avant de l'échantillon.
- Un système de refroidisseur des hublots du four a été mis en place.
- Un système de commande du laser permettant de réaliser des excitations plus longues (environ 30s) étant donné la grande constante de temps du système mousse + plaque.

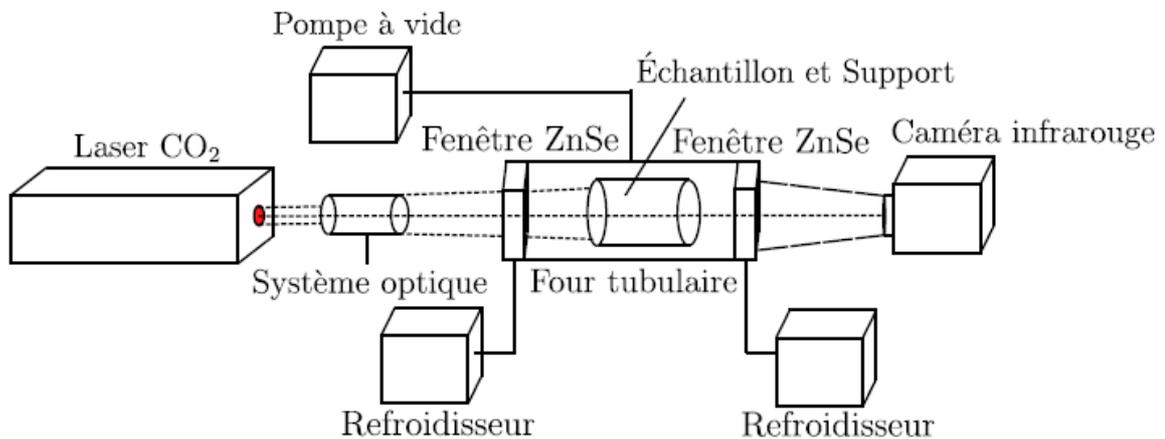


Figure 54 : Schéma du dispositif expérimental de mesure de la diffusivité thermique des mousses céramiques sous vide à hautes températures.

4.5.3 Modélisation du couplage conducto-radiatif

Pour réaliser l'estimation de la conductivité thermique, on doit identifier sur un thermogramme issu d'une méthode pulsée, une diffusivité thermique. On peut aussi être amenés à identifier un coefficient d'absorption κ_a . Pour cela, comme dans le cas des autres méthodes en régime transitoire présentées dans ce travail, on procède par méthode inverse : par variation de la diffusivité thermique et du coefficient d'absorption, on ajuste une température simulée à l'aide d'un modèle conducto-radiatif volumes finis/Monte Carlo (MVF/MMC) sur la température face arrière de l'échantillon obtenue expérimentalement,

4.5.3.1 Géométrie et hypothèses simplificatrices

Dans cette étude, comme dans la précédente sur les liquides silicatés, on considère la mousse comme un milieu semi-transparent. On considère un unique coefficient de pertes totales h_t sur les faces avant, arrière et latérales (convectif et radiatif linéarisé tel que $h_t = h_{conv} + h_r$ avec

$h_r=4\epsilon\sigma T_{ref}^3$). On suppose donc que ces milieux poreux sont homogénéisables au niveau des propriétés thermiques et optiques. Cette hypothèse a été vérifiée en appliquant une méthode RDFI (Identification des Fonctions de Distribution Radiative) [82] qui est une méthode de lancer de rayon basé sur des calculs de libre parcours moyen. Il est possible à partir de critères de validité issus de cette méthode [83], de déterminer que les milieux étudiés dans ce cas peuvent être considérés comme Beerien (i.e absorption du rayonnement suivant une loi de Beer Lambert).

Le système tricouche cylindrique peut être représenté dans un système géométrique 2D axisymétrique (Figure 55). Le créneau d'excitation photothermique est de profil gaussien et couvre toute la face avant. La température mesurée est la température moyenne de la face arrière. Vu le caractère isolant des mousses, du vide dans le four et des hautes températures, on néglige l'influence de la résistance d'interface thermique du contact plaque- mousse. Enfin les plaques SiC sont supposées opaques, et le milieu poreux est considéré gris absorbant et émettant.

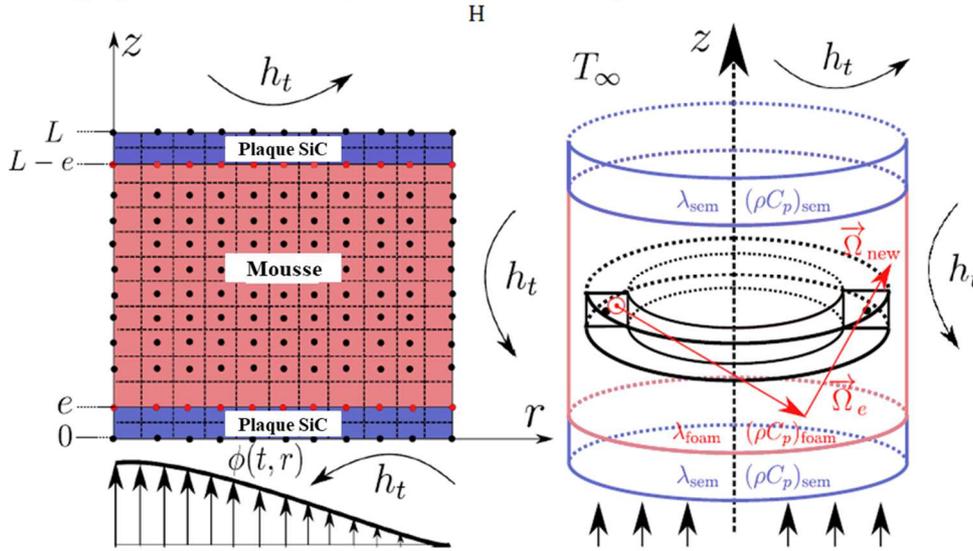


Figure 55 : Représentation du système axisymétrique 2D tricouche modélisé par méthode MVF/MMC

4.5.3.2 Mise en équation du problème

Le calcul de la température face arrière nécessite de résoudre le transfert couplé conducto-radiatif au sein du système tricouche présenté en Figure 55. Pour cela, on résout l'équation de la chaleur au sein des plaques de SiC opaques et homogènes tel que :

$$(\rho C_p)_{SiC} \frac{\partial T}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{q}_c \quad \text{Avec} \quad \vec{q}_c = -k\vec{\nabla} \cdot T \quad (26)$$

On résout au sein de la mousse semi-transparente l'équation de la chaleur (27) pour obtenir le champ de température T et l'équation du transfert radiatif [84], pour la luminance I (28):

$$(\rho C_p)_{mousse} \frac{\partial T}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot (\vec{q}_c - \vec{q}_r) \quad \text{avec} \quad \vec{q}_r(\vec{R}) = \int_v \int_{\Omega=4\pi} I_v(\vec{\Omega}, \vec{R}) \vec{\Omega} d\Omega dv \quad (27)$$

Avec \vec{R} vecteur de coordonnées tel que $\vec{R} = r\vec{e}_r + z\vec{e}_z$ et S_r , la divergence du flux radiatif tel que : $S_r = \vec{\nabla} \cdot \vec{q}_r$.

$$\vec{\Omega} \cdot \vec{\nabla} \cdot I_v(\vec{\Omega}, \vec{R}) = -\beta_v I_v(\vec{\Omega}, \vec{R}) + \kappa_{av} I_v^0(T(\vec{R}, t)) + \frac{1}{4\pi} \int_{\Omega'=4\pi} \varphi_v \kappa_{dv}(\vec{\Omega}', \vec{R})(\vec{\Omega}' \rightarrow \vec{\Omega}) d\Omega' \quad (28)$$

Avec β , κ_{av} et κ_{ad} le coefficient d'extinction, d'absorption et de diffusion spectrale.

Les conditions limites sur la température peuvent s'écrire ainsi :

Sur la surface face avant des plaques SiC ($z = 0$) :

$$-k_{SiC} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) = h_t(T(r, t) - T_\infty) + Q(r, t) \quad (29)$$

- Sur la surface face arrière des plaques SiC ($z = L$) :

$$-k_{SiC} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) = h_t(T(r, t) - T_\infty) \quad (30)$$

- Sur la surface du contact plaque/mousse ($z = e$):

$$-k_{SiC} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) = -k_{mousse} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) + q_r \quad (31)$$

- Sur la surface du contact plaque/mousse ($z = L-e$):

$$-k_{SiC} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) = -k_{mousse} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) + q_r \quad (32)$$

- Sur la surface latérale des plaques SiC $r=R$:

$$-k_{SiC} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) = h_t(T(z, t) - T_\infty) \quad (33)$$

- Sur la surface latérale des mousses $r=R$:

$$-k_{mousse} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) = h_t(T(z, t) - T_\infty) + q_r \quad (34)$$

La condition limite sur la luminance au niveau des parois opaques (paroi du cylindre de mousse) s'écrit :

$$I_v(\vec{\Omega}, \vec{R}_p) = -\varepsilon_v I_v^0(T(\vec{R}_p)) + \varrho_{sp,v} I_v(\vec{\Omega}', \vec{R}_p) + \frac{\varrho_{d,v}}{\pi} \int_{\Omega', \vec{n}} I_v(\vec{\Omega}', \vec{R}_p)(\vec{\Omega}' \cdot \vec{n}) d\Omega' \quad (35)$$

Avec ε_v , $\varrho_{sp,v}$ et $\varrho_{d,v}$ respectivement, l'émissivité, la reflectivité spéculaire et la reflectivité diffuse.

A l'instant initial, nous sommes sur une isotherme d'estimation, la température dans le système tricouche est homogène tel que $T=T_\infty$. L'équation de la chaleur est résolue en utilisant une MVF et l'équation du transfert radiatif est résolue en utilisant une MMC OERM (Optimized Emission-based Reciprocity) [85] dont les techniques de mise en œuvre sont détaillées en Annexe 1. Au vu de la nature optique du matériau constituant les mousses SiC, on résout ce problème en considérant le milieu gris, absorbant et émettant.

4.5.3.3 Validation du modèle conducto-radiatif

Le modèle des transferts conducto-radiatifs développé ci-dessus a été validé en confrontant les champs de température simulés avec des cas de référence issus de la littérature, dont la géométrie se rapproche de celle de notre expérience. On réalise une comparaison avec le cas analytique 1D en régime stationnaire de Viskanta [86], le cas semi-analytique 2D instationnaire cylindrique de Mishra [87] et le cas 2D cartésien MVF de Asllanaj [88]. Ces comparaisons sont présentées en Figure 56 et montrent une bonne adéquation de notre modèle avec ces références.

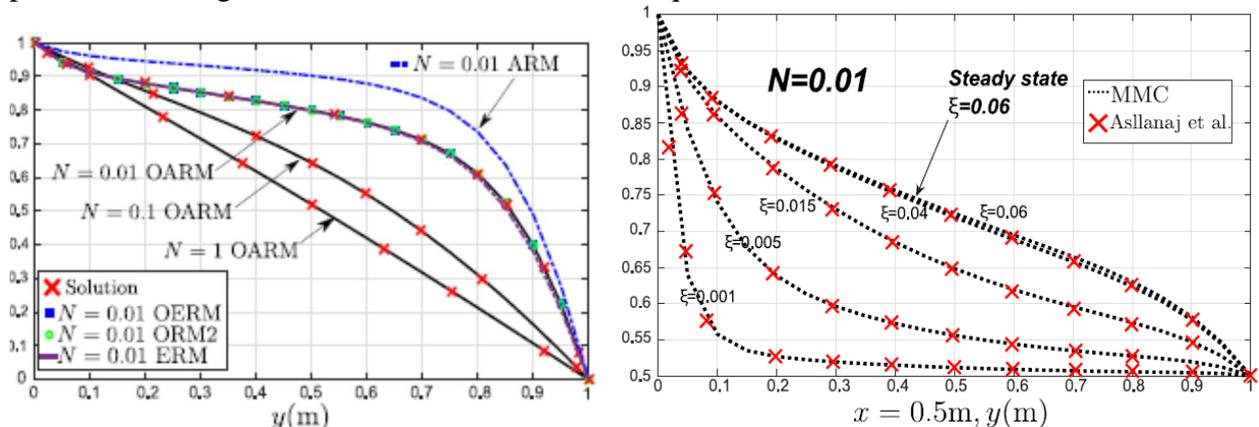


Figure 56 : Comparaison de profils de température adimensionnés dans l'échantillon avec l'étude de Viskanta [86] (à gauche) et Asllanaj [88] (à droite) pour différents nombres de Planck N et temps adimensionné $\xi = a\beta^2 t$

4.5.3.4 Etude de sensibilité

En se basant sur l'étude précédente de mesure des conductivités thermiques des liquides silicatées, le jeu de paramètres le plus pertinent à identifier est composé des quatre grandeurs suivantes : diffusivité thermique phonique a_{ph} , épaisseur optique τ_0 , maximum du thermogramme K , et coefficient de perte global h_t . On réalise une étude de sensibilité en supposant une diffusivité de $3 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$, un coefficient de perte total de $150 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ et une épaisseur optique de 2,5 ou 10. La température initiale de l'ensemble est de 800°C . Les résultats montrent la possibilité d'estimer ces quatre paramètres (

Figure 57).

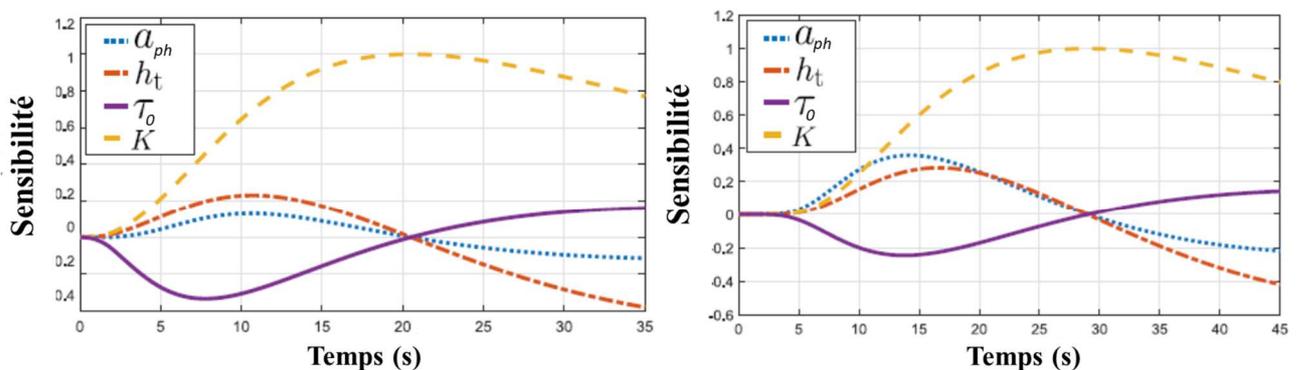


Figure 57 : Étude de sensibilité des paramètres à 800°C pour un cas optiquement intermédiaire $\tau = 2.5$ (à gauche) et cas optiquement épais $\tau = 10$ (à droite)

On effectue aussi une identification sur des thermogrammes simulés par méthode volumes finis/Monte Carlo et bruités artificiellement (bruit blanc de moyenne nulle et d'écart-type $\sigma_{\text{bruit}} = 0.005$) dans le cas le plus transparent ($\tau_0=2,5$), on retrouve les paramètres thermiques et optiques avec une excellente précision, c'est à dire inférieure à 3%.

4.5.4 Estimations de la conductivité thermique phonique des mousses céramiques

Une campagne d'essais a été menée sur les échantillons type S, SC, C et M à des températures allant de l'ambiante jusqu'à 800°C. Ayant au préalable mesuré la capacité thermique équivalente des mousses, nous pouvons, à partir des thermogrammes obtenus via le diffusivimètre, et comme dans l'étude sur les propriétés des liquides silicatés, identifier 4 paramètres :

- La conductivité thermique phonique k_{ph} ,
- L'épaisseur optique τ_0 ,
- Le maximum du thermogramme K (lié au flux déposé en face avant Q_0),
- Le coefficient de perte global h_t .

A partir du modèle conducto-radiatif MMC 2D présenté dans la section précédente, les propriétés thermiques phoniques et apparentes sont estimées (Figure 58).

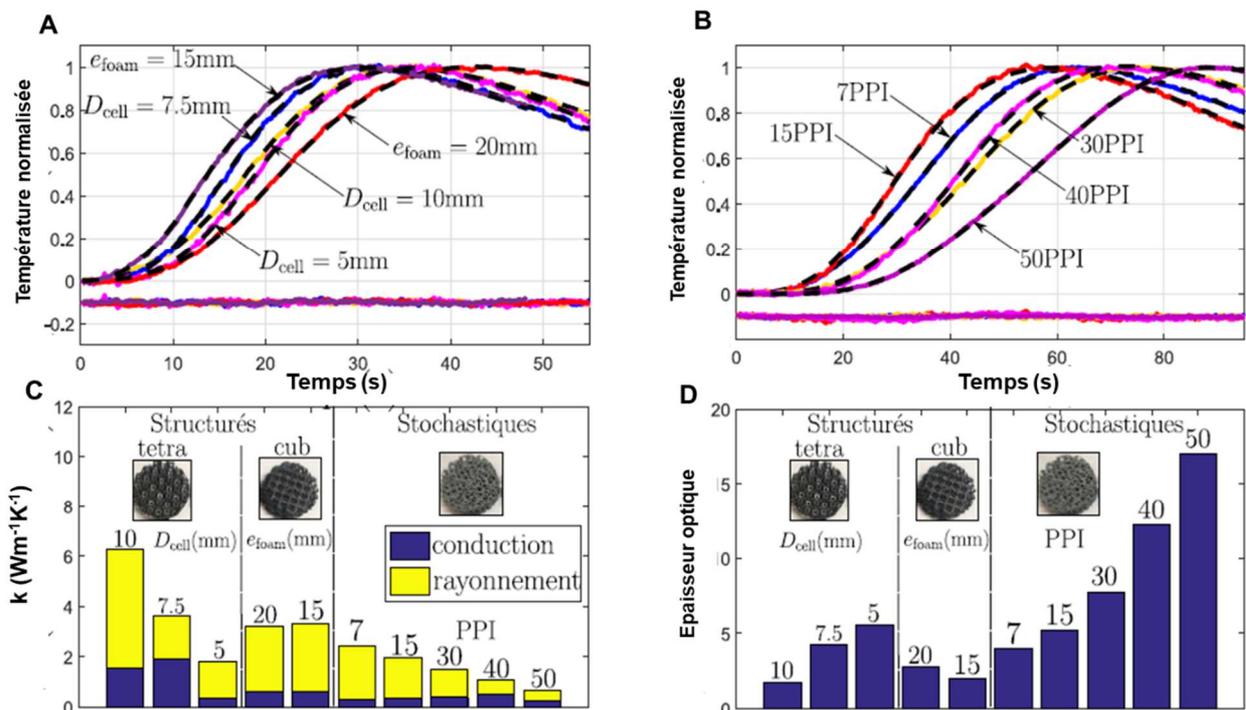


Figure 58 : Identification de k_{ph} , τ_0 , K et h sur les thermogrammes à 800°C issues de l'analyse des thermogrammes sur mousses structurées (a), stochastiques (b). Conductivités phoniques, radiatives et apparentes (c) et épaisseurs optiques des échantillons C, S et SC (d).

Le nombre d'échantillons étant conséquent et la durée d'identification des paramètres étant longues, tous les échantillons ont été comparés sous vide (pression de 1 mbar maximum, au-delà le modèle n'est plus pertinent), pour des durées d'impulsion d'excitation, allant de 10 à 30 s (créneau d'une durée maximum de 2/3 de t_{max}) environ, à une température unique de 800°C. Les données de ces analyses sont présentées dans le Tableau 7.

Mousse structure	k_{app}	k_{ph}	k_r	τ_0	% ray
	$(W.m^{-1}.K^{-1})$			(-)	(%)
S1	6,25	1,53	4,72	1,78	75,4
S2	3,61	1,89	1,72	4,24	47,6
S3	1,8	0,37	1,43	5,51	79,3
S4	1,69	0,82	0,87	10,29	51,48
SC1	3,21	0,51	2,69	3,2	84,1
SC2	3,5	0,54	2,96	2,13	84,3
C1	2,45	0,29	2,16	3,98	87,9
C2	1,94	0,34	1,6	5,2	82,3
C3	1,58	0,41	1,17	7,71	82,4
C4	1,08	0,52	0,56	12,26	51,8
C5	0,66	0,26	0,4	17,04	60,6

Tableau 7 : Propriétés thermiques et optiques des mousses céramiques à 800°C en fonction de leur structure.

Le modèle Monte Carlo permet d'estimer une conductivité thermique phonique de la mousse. La part radiative des transferts thermiques est déterminée en estimant via un modèle conductif pur une conductivité thermique apparente. Ces résultats montrent qu'à 800°C, la part radiative est prépondérante quel que soit le type d'échantillon. Une autre étude a été menée pour étudier la thermodépendance de ces paramètres sur un type unique de mousse SC2 de 400 à 800°C (choisie car structurée et donc facilement reproductible numériquement et de faible épaisseur optique). Les thermogrammes sont présentés sur la Figure 59.

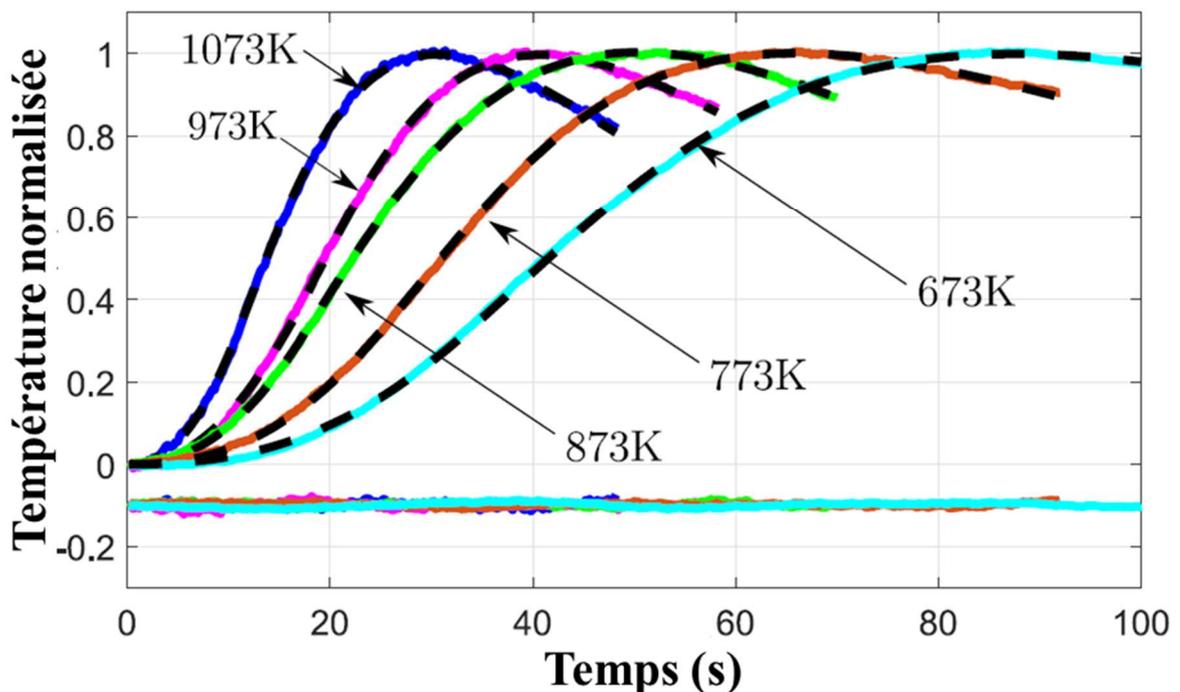


Figure 59 : Influence de la température sur les thermogrammes issus des mesures sur SC2

Après identification des 4 paramètres sur ces thermogrammes, il apparaît que la conductivité thermique phonique et l'épaisseur optique sont constantes sur la plage de température étudiée (Tableau 8).

Température	k_{app}	k_{ph}	k_r	τ_0	% ray
	$(W.m^{-1}.K^{-1})$			(-)	(%)
400	1,21	0,56	0,65	2,1	53,7
500	1,68	0,54	1,14	2	67,9
600	2,05	0,52	1,53	2	74,6
700	2,92	0,51	2,41	2	82,5
800	3,5	0,55	2,95	2,1	84,3

Tableau 8 : Propriétés thermiques et optiques de la mousse SC2 en fonction de la température

En regardant de plus près ces données, il apparaît que pour ce type de mousse à l'épaisseur optique intermédiaire (τ_0 aux alentours de l'unité), la conductivité thermique apparente ne varie pas avec T^3 . Cela nous conforte dans le choix d'un modèle MMC pour les matériaux semi-transparents à épaisseurs intermédiaires pour lesquels le modèle de Rosseland n'est plus pertinent. Cette pertinence est renforcée par les résultats présentés en Figure 60 où l'on voit bien que lorsque la taille des pores est grande, que la transparence est importante, il faut un modèle fin tel que nos méthodes MMC-2D.

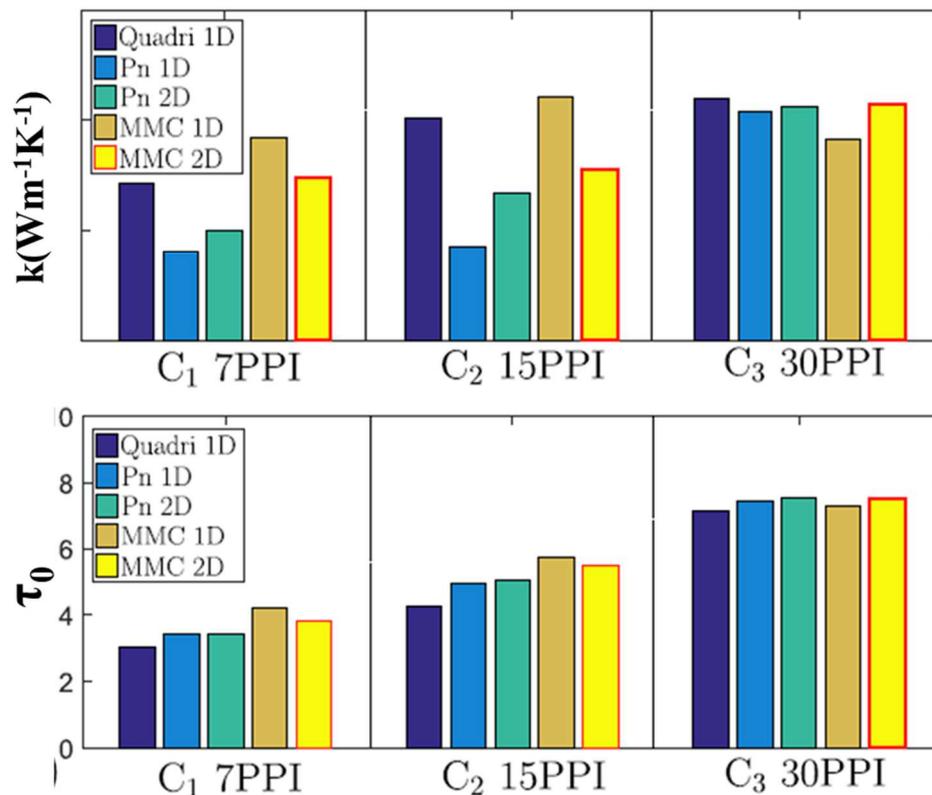


Figure 60 : Estimation des propriétés thermiques et optiques de mousses stochastiques C1, C2 et C3 par méthode 2 flux (quadripôles 1D [46]) PN et MMC.

4.5.5 Bilan et perspectives

Ce travail a permis de mettre au point une méthode de mesures des conductivités thermiques et coefficients d'absorption de mousses céramiques que l'on ne pouvait pas caractériser. Il a aussi ouvert le champ des possibles en termes de résolution de problèmes de couplage conducto-radiatif dans le domaine de la mesure des propriétés thermiques des matériaux à hautes températures. Malgré le grand nombre d'échantillons étudiés au cours de ce travail, un certain nombre de points doivent encore être investigués :

- Les mesures ont été réalisées pour des épaisseurs fixes d'échantillon de 20 mm. Il serait intéressant de vérifier la pertinence de notre méthode sur une plus large plage d'épaisseur d'échantillons.
- Les résistances thermiques de contact entre les plaques de SiC et la mousse dans le porte-échantillon sont supposées négligeables vu la nature isolante des matériaux. Ce point mériterait d'être confirmé, pour cela il est prévu de réaliser des essais sur des mousses à plaques SiC directement assemblées par frittage chez EngiCER.
- Les échantillons à brin semi-transparents en ZrO_2 (M2) et Al_2O_3 (M3) n'ont pas pu être caractérisés en termes de conductivité thermique ; en raison d'une trop faible sensibilité à la diffusivité thermique (Figure 61). Comme le matériau est très transparent, on fait le choix de faire calculer par le modèle un thermogramme qui est une combinaison linéaire des températures face avant T_{av} et face arrière T_{ar} tel que : $T(t) = K_2 * T_{av} + (1 - K_2) * T_{ar}$

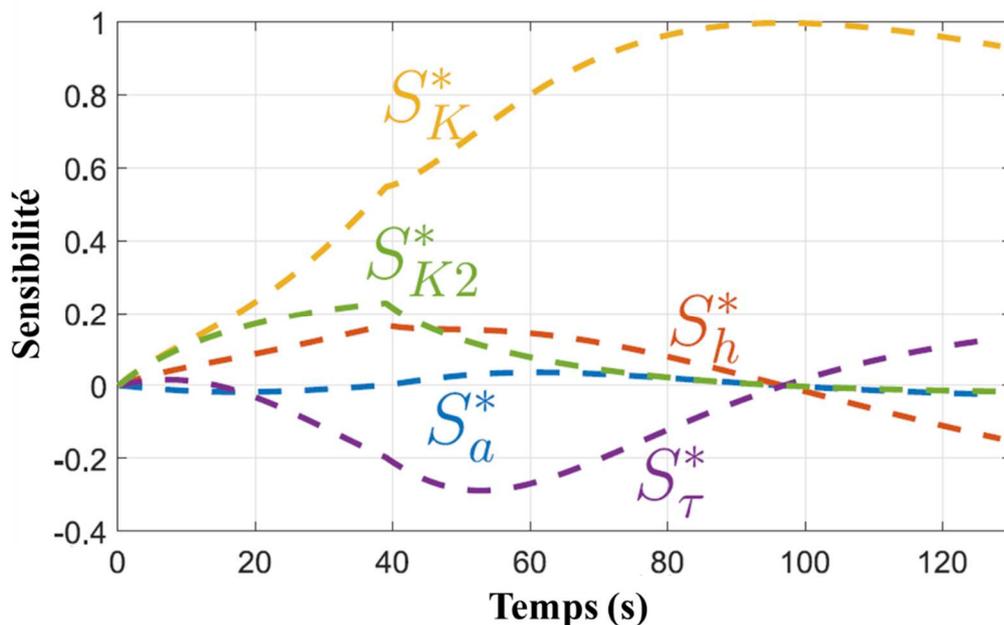


Figure 61 : Analyse de sensibilités d'un thermogramme d'une mousse M2 de Zircone (avec K le maximum du thermogramme K_2 le ratio température avant/arrière, h le coefficient de perte global, a , la diffusivité thermique et τ l'épaisseur optique).

Il serait possible d'améliorer la sensibilité aux propriétés thermiques en diminuant la part du rayonnement dans la mousse. Pour cela, il faudrait diminuer l'émissivité des plaques entourant la mousse en les remplaçant par des plaques de platine comme dans l'étude sur les liquides silicatés.

- Pour les estimations réalisées précédemment, on a supposé la diffusion nulle car les mousses céramiques à bases de SiC sont très absorbantes dans l'infrarouge. Mais même si l'albédo de diffusion est très faible, il est possible de l'estimer, ce que nous avons fait (voir Figure 62). On remarque qu'il est trop faible sur ce type de matériau. Il serait intéressant de réaliser une étude de ce type sur des mousses métalliques non oxydées qui présentent un plus fort coefficient de diffusion.

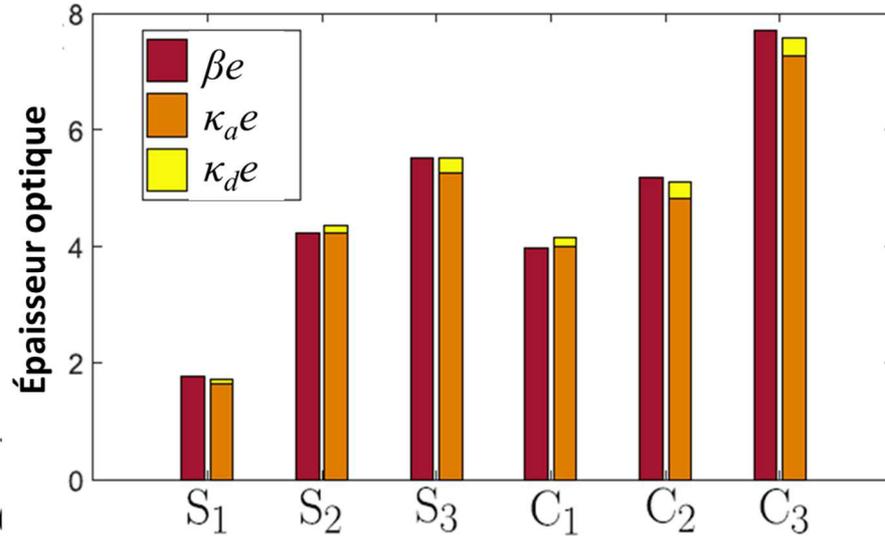


Figure 62 : Estimation du coefficient d'extinction ou des coefficients d'absorption et de diffusion pour les mousses S1, S2, S3, C1, C2 et C3

Cette méthode a inspiré la mise au point d'un outil d'optimisation du design des mousses en termes de propriétés thermiques et optiques basé sur une méthode flash numérique dont le détail est donné en annexe 2. L'idée est de générer, à l'aide d'un outil de CAO (GENMAT dans notre cas [89]), un motif de base d'une mousse (par exemple une cellule de Kelvin comme montré sur la Figure 63) et d'appliquer un modèle Monte Carlo Complet pour la résolution de l'équation de la chaleur et de l'équation du transfert radiatif. Par modèle complet, on entend résolution du problème conductif et radiatif par Monte Carlo (et non plus par méthode volume finie pour la conduction). Ce modèle permet de générer un thermogramme flash face arrière synthétique sur lequel on peut ajuster un modèle, tel que celui présenté en section 4.5.3, avec un algorithme de Levenberg Marquardt pour déterminer les caractéristiques thermiques et optiques de la mousse ainsi générée.

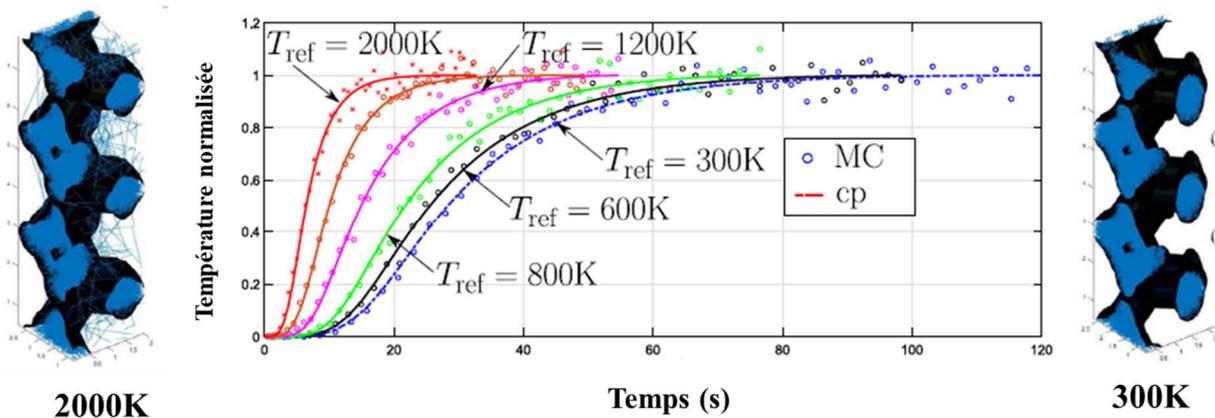


Figure 63 : Vue schématique de la résolution du transfert thermique couplé par méthode Monte Carlo (MC) sur un motif en cellules de Kelvin et génération de thermogrammes(cp) associés à ce motif à différentes températures

Pour valider cette approche, nous avons comparé les conductivités thermiques apparentes estimées par expérience numérique sur les mousses S1, S2 et S3, et les résultats issus du diffusivimètre présentés dans la section précédente. Ces résultats présentés en Figure 64 semblent prometteurs. Le développement de ce type d'outil Monte Carlo complet ouvre la voie à la caractérisation de matériaux non gris, diffusants et très peu participants en termes de part des transferts radiatifs.

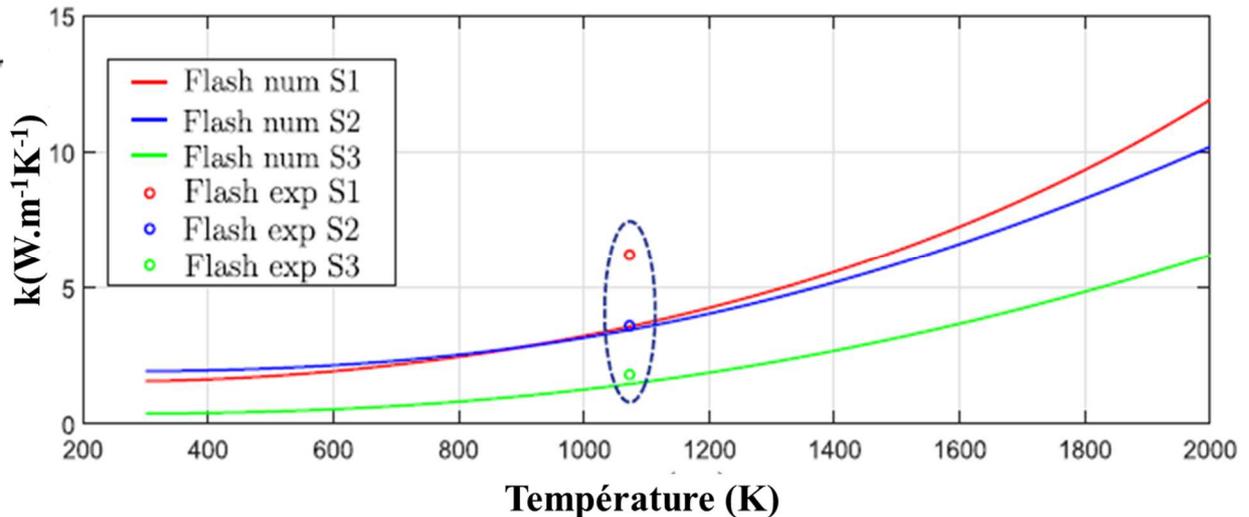


Figure 64 : Comparaison des estimations sur thermogrammes synthétiques numériques issues du modèle Monte Carlo complet et ceux expérimentaux issus du diffusivimètre à 800°C.

La production scientifique associée à ce travail est de deux articles publiés dans des revues [P16-P26], 2 actes de conférences internationales [CI10-11] et 2 actes de conférences nationales [CF11-CF16]. Lors de cette étude, nous avons aussi mis au point un banc d'estimation des coefficients de dispersion thermique de mousses céramiques [CF16] qui ouvre la voie à l'étude de ces matériaux sur des échangeurs capteurs de rayonnement et à la résolution de problèmes de transferts advecto-radiato-convectifs[90]. Ce problème a commencé à être traité dans la thèse de Raj KONDURU et va être poursuivi dans le cadre d'une thèse CIFRE (collaboration LEMTA - Saint Gobain avec le support du Laboratoire CANOPEE). On espère ainsi dans ce projet pouvoir résoudre le problème couplé uniquement avec un outil Monte-Carlo. Dans le cadre de ce laboratoire commun, il est aussi à long terme, envisagé la mise en place d'un système de captage de la chaleur sur l'évacuation des fumées d'une maquette de four verrier chez Saint Gobain au centre de recherche d'Aubervillers.

4.6 Bilan et perspectives : vers de plus hautes températures ?

Les études présentées ci-dessus se sont déroulées sur une dizaine d'années entre 2012 et 2022. Durant cette période, il a été mis en place au LEMTA des installations expérimentales permettant de caractériser thermiquement des échantillons ayant des volumes allant de pastilles de quelques millimètres d'épaisseurs et de diamètres à des échantillons plus massifs de $300*300*30$ mm³ de volume pour des températures allant de la température ambiante jusqu'à 1500°C dans un environnement à atmosphère contrôlée ou sous vide. Il est ainsi possible sur la plateforme de caractérisation thermique et optique du LEMTA d'obtenir une conductivité, capacité, diffusivité ou effusivité thermique à hautes températures couvrant un très grand nombre de configurations particulières (minces, hétérogènes, anisotrope, liquide, semi-transparent...).

La philosophie du développement de ces méthodes de mesures repose sur le duo modèle/expérience où l'on adapte l'un et l'autre à la configuration expérimentale non pas en développant des expériences ou modèles nouveaux mais en combinant les outils de pointe existants pour créer une méthode de caractérisation thermique innovante. Ainsi, en fonction de la physique des transferts, on cherche dans la boîte à outils des modèles existants ce qui semble le plus adapté à la physique des transferts au sein du matériau au cours de la mesure. En fonction de la nature de l'échantillon on choisit le jeu de propriétés thermiques à identifier le plus adéquat. La meilleure illustration est l'utilisation croissante dans nos travaux de méthodes stochastique type MMC (méthode des chemins Monte Carlo [90]) plutôt que des méthodes déterministes numériques et analytiques, cela étant rendu possible par les moyens de calcul actuels.

Ce travail s'inscrit pleinement dans les thématiques historiques du laboratoire LEMTA. Dans les années 90, on s'y est intéressé aux propriétés thermiques de matériaux complexes de l'ambiante jusqu'à 500°C grâce au développement de Degiovanni, Maillet, Andre et Lazard [91], puis dans les années 2000, grâce aux travaux de N'Guyen, Souhar et Pierre [92], on a pu réaliser un banc de mesure et des caractérisations jusqu'à 1000°C environ. La décade 2010-2020, grâce aux travaux de Jannot, Bernard, Meulemans, Sans et Rodiet [93] a permis d'atteindre les 1500°C. L'objectif logique de la décennie 2020-2030 semble donc être la mise en œuvre au sein du LEMTA de nouvelles méthodes théoriques et expérimentaux permettant la caractérisation thermique des matériaux complexes au-delà des 1500°C.

5. Projet de recherche

Au sein du LEMTA j'ai intégré l'OS GC appartenant au groupe Vecteur Energétique. Il a pour objectif d'améliorer les performances des systèmes énergétiques, d'optimiser leur intégration au sein de systèmes multi-physiques plus globaux, ainsi que d'étudier des architectures systémiques afin de récupérer et de valoriser la chaleur fatale. Ces activités expérimentales et de modélisation s'appuient plus particulièrement sur des études thermiques spécifiques :

- La caractérisation thermique des matériaux complexes (anisotropes, poreux, semi-transparents ...) et dans des conditions thermiques extrêmes, où les modes de transfert de la chaleur sont fortement couplés ;
- L'analyse scientifique et/ou technico-économique de systèmes innovants de valorisation énergétique (ORC, Stirling ...), de stockage/déstockage de la chaleur (thermocline, mines ennoyées ...), et de contrôle thermique (échangeurs, caloducs ...) ;
- Le développement de modélisations analytiques ou numériques des objets étudiés, directes ou par méthodes inverses, associées aux travaux expérimentaux, afin d'élaborer entre autres des outils de diagnostic

L'ensemble des travaux de recherche de l'OS Gestion de la Chaleur (GC) s'inscrit ainsi dans une démarche globale de développement d'outils expérimentaux (plateforme de caractérisation thermique, équipements de pointe de mesures thermiques ...) et numériques (capteurs virtuels, ...) afin d'appréhender l'étude des systèmes énergétiques de demain, au sein de systèmes multi-physiques plus complexes.

Mon projet scientifique s'inscrit dans une démarche non seulement en phase avec les objectifs de l'OS GC mais aussi sur le long terme, ayant débuté au moment de mon stage de master à l'Université de Bordeaux, et ayant pris corps lors de mon recrutement en 2011 au LEMTA, au sein de l'opération scientifique gestion de la chaleur. Il s'agit du développement de **méthodes d'identification des paramètres thermiques d'un matériau ou d'un système**. Cette thématique de recherche peut être découpée en trois axes dont je vais présenter succinctement les possibilités d'évolution :

- Axe 1 : Caractérisation thermique des matériaux complexes à hautes températures.
- Axe 2 : Identification de modèles paramétriques pour l'optimisation énergétique des procédés hautes températures.
- Axe 3 : Captage/stockage de la chaleur fatale industrielle à hautes températures.

Le travail autour de ces trois axes est intimement lié au développement de la plateforme de caractérisation thermique et optique du LEMTA que j'ai intégrée pour laquelle j'ai la responsabilité de la composante métrologie thermique.

Enfin, un de mes objectifs est l'épanouissement du partenariat ambitieux qu'est le laboratoire commun CANOPEE CNRS/UL/Saint Gobain dont la création découle en partie des travaux menés au LEMTA depuis 2011.

5.1 Plateforme de caractérisations thermique et optique à hautes températures

Depuis 2011 le LEMTA s'est doté de moyens expérimentaux importants de métrologie thermique et optique. La plateforme développée permet la mesure de températures et de propriétés thermophysiques (conductivité thermique, capacité thermique, émissivité...) de matériaux, de la température ambiante jusqu'à 1500°C. En plus de permettre des caractérisations en conditions extrêmes, les méthodes utilisées permettent d'obtenir des propriétés sur des éléments complexes tels que des poreux, des isolants, des liquides, des semi-transparents, des anisotropes, voire même des matériaux ayant plusieurs de ces caractéristiques. Les applications sont nombreuses : industries verrière, sidérurgique, aéronautique ou nucléaire. A l'avenir, cette plateforme doit s'étoffer en permettant d'atteindre des niveaux de températures plus élevés (jusqu'à 3000°C), ce qui présente des défis scientifiques et technologiques de taille. Pour cela, un banc de caractérisation avec laser de forte puissance, four à induction et imageur thermique multispectral doit être installé sur la plateforme en 2023-2024 (Figure 65). Ces éléments sont déjà en notre possession ou leur achat est programmé. L'objectif est de réaliser des mesures de propriétés thermophysiques de matériaux tels que des céramiques électrofondues ou des verres (Saint Gobain), des métaux (sidérurgie), et potentiellement des matériaux de réacteur nucléaire en conditions accidentelles.

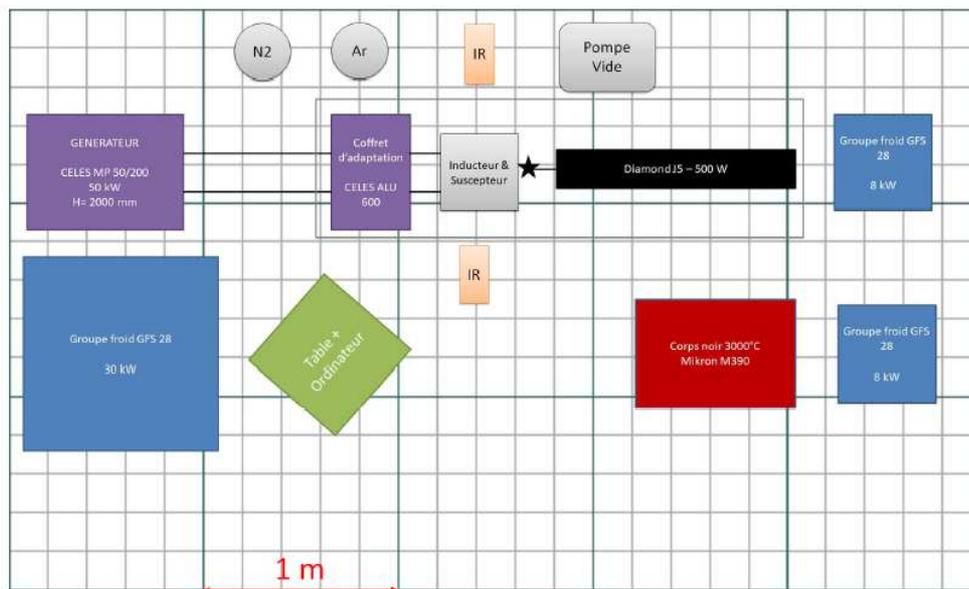


Figure 65 : Projet de banc de mesures des propriétés thermophysiques à hautes températures

Les méthodes de caractérisation envisagées sont basées sur l'analyse de la réponse thermique d'un échantillon à une perturbation thermique. L'excitation se fera via l'utilisation d'une excitation photothermique sur un échantillon placé dans une enceinte chauffante et l'acquisition de la réponse thermique se fera en utilisant la thermographie infrarouge.

Les équipements nécessaires à la mise en place de ce banc expérimental ont été achetés au cours des dernières années et doivent être implémentés (Figure 65). A l'heure actuelle nous disposons des éléments suivants :

- *Un système de maintien des échantillons à hautes températures.* Un inducteur Fives CELES MP 50/200 régulé par pyromètres délivrant une puissance entre 1,6 et 50 kW sur suscepteur ayant une forme cylindrique de 80 mm de hauteur pour un diamètre de 200mm. Ce dispositif doit permettre de porter jusqu'à environ 2500°C les échantillons à caractériser.

- *Un système d'acquisition des thermogramme par voie optique.* Caméra multispectrale Telops MS M1K possédant un capteur InSb MWIR 640×512 avec des pixels de $25 \mu\text{m}$, une bande spectrale large de $1,5$ à $5 \mu\text{m}$ et une fréquence d'acquisition de 1000 Hz en pleine fenêtre. Cet imageur est complété par une caméra InGaAs Flir Cedip Titanium $0,3\text{-}2,5\mu\text{m}$ SWIR 640×512 pixels pour une acquisition. L'utilisation d'imageur thermique à haute résolution est fondamentale pour caractériser des matériaux anisotropes et pour bien délimiter les zones de mesure.
- *Un système d'étalonnage des moyens de mesures par voie optique.* Un corps noir à cavité Mikron M390- B2 opérant de 600°C à 2600°C .
- *Un système d'excitation apportant la perturbation thermique nécessaire à la caractérisation.* un Laser cohérent Diamonds J5 CO_2 fournissant un rayon laser continu de longueur d'onde $10,6\mu\text{m}$ et d'environ 8 mm de diamètre.

Il reste cependant à développer deux points importants : l'enceinte de confinement de l'échantillon permettant de maintenir celui-ci dans un environnement adapté (atmosphère neutre ou vide) et le porte échantillon. Pour l'enceinte de confinement, on s'inspirera de dispositifs existants développés au LIMATB à Lorient ([94], Figure 66).

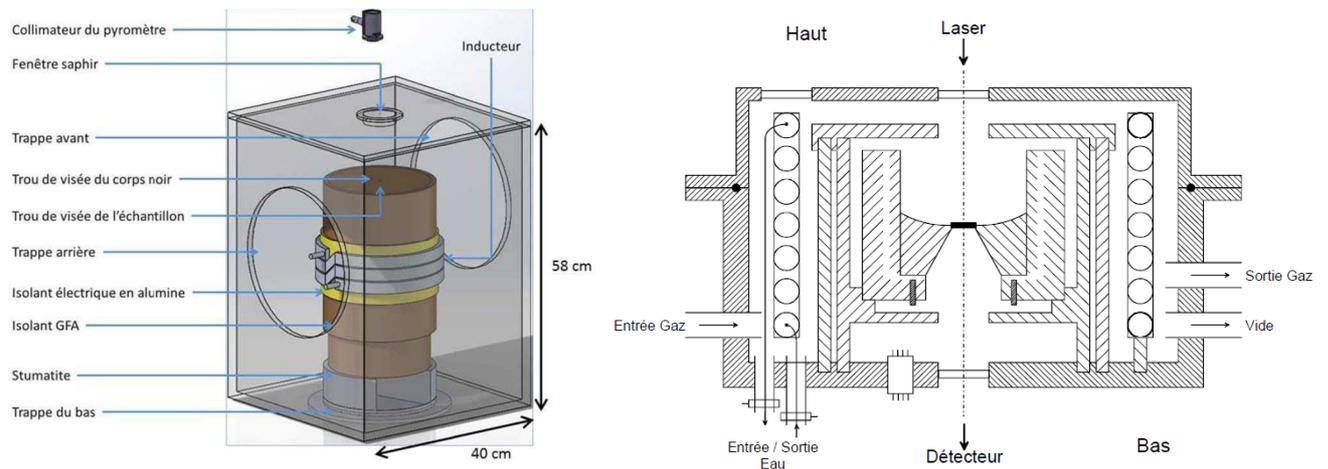


Figure 66 : Représentation schématique de l'enceinte support du système inducteur/suscepteur (à droite) et du suscepteur/porte échantillon (à gauche)

Pour le porte échantillon, la solution la plus simple est d'utiliser un suscepteur de graphite contenant une cellule en matériau réfractaire (ex : Nitrure de Bore). Cependant, à hautes températures, il est possible que les interactions entre matériau à analyser et cellule de mesures soient problématiques. Pour cela, il faudra probablement envisager la mise en place de moyens de lévitation (électromagnétique, acoustique ou aérodynamique) et d'enceintes spécifiques adaptées à ces conditions extrêmes. Cette plateforme ainsi montée permettra de réaliser les caractérisations de matériaux ou de composants de systèmes nécessaires aux travaux menés dans les trois axes de recherche que je propose.

5.2 Axe 1 : Caractérisation thermique des matériaux complexes à très hautes températures

Cet axe de recherche est ma thématique de travail principale et la plus aboutie. A l'heure actuelle, nous sommes capables de déterminer les diffusivités thermiques, les capacités thermiques des conductivités thermiques de dépôt minces, de matériaux semi-transparents, de matériaux poreux, de liquides, de matériaux anisotropes ou de matériaux isolants, sur une plage de températures allant de l'ambiante à 1500°C sous différentes atmosphères. Sur cette plage de températures, il y a peu de cas de figure où nous n'arrivons pas à estimer, par nos méthodes de caractérisations thermiques, des propriétés thermophysiques fiables pour un matériau complexe. Ces mesures sont possibles grâce à la mise au point de dispositifs dérivés de méthodes classiques type flash ou fil chaud, méthodes adaptées au caractère particulier des matériaux à caractériser. Ces dispositifs permettent d'acquérir l'évolution temporelle en un ou plusieurs points d'une température. Conjointement, un modèle de transferts thermiques spécifique aux matériaux simule cette température. La propriété thermique souhaitée est déterminée en ajustant la température simulée par le modèle sur le thermogramme expérimental grâce à la minimisation d'une fonction (ex : critère des moindres carrés) en faisant varier un vecteur de paramètres contenant les grandeurs que l'on souhaite identifier.

Mon objectif est donc de dépasser ce palier de température et de mettre en place des méthodes et dispositifs permettant la mesure des propriétés thermophysiques des matériaux au-delà de 1500°C. Le principal verrou à lever sur cette thématique concerne la mise au point des modèles permettant la résolution des transferts couplés à hautes températures. En effet au-delà de 1500°C quatre problèmes se posent :

1. *La mesure au-delà de la température de fusion : prise en compte de la convection.* La solution à apporter à ce premier problème est de travailler sur le design de la cellule de mesure pour limiter les transferts par convection aux temps courts et réaliser des mesures ultra-rapides. Les rapports hauteur sur largeur peuvent être optimisés pour éviter ces problèmes [55]. On peut aussi envisager d'utiliser la méthode de l'autocreuset par chauffage avec une source externe [96]. Cependant, cela peut entraîner une complexification de la géométrie des échantillons qui doit être prise en compte dans la modélisation des transferts thermiques.
2. *Les puissances de chauffage à fournir limitent le volume des échantillons, on peut avoir un fort couplage des transferts entre le porte échantillon et le matériau à analyser.* Dans les méthodes basses températures, les modèles permettant l'estimation des paramètres reposent sur l'hypothèse que les transferts peuvent être considérés unidimensionnels, mais on est obligés de prendre en compte le caractère hétérogène de l'ensemble porte échantillon/ matériau à analyser. Les matériaux constituant le suscepteur et le porte échantillon sont susceptibles d'être plus conducteurs de chaleur que le matériau à analyser. Ce court-circuit rend impossible les hypothèses simplificatrices géométriques des transferts. C'est pourquoi, la résolution numérique 2D Axisymétrique voire 3D couplée à une routine d'estimation des paramètres doit être envisagée comme dans nos précédents travaux sur la mesure de conductivité des liquides silicatés [96].
3. *La différence entre la température de l'échantillon et celle de l'extérieur entraîne de forts gradients de températures et de fortes pertes thermiques.* L'utilisation d'un suscepteur en graphite de forte conductivité peut entraîner une difficulté à garder un échantillon à température constante ou homogène. La gestion des pertes à hautes températures est

primordiale et ne peut se résoudre qu'avec un design de sucepneur et d'échantillon qui limitent les pertes par limitations des contacts (voir Figure 66). Nous avons déjà une expérience similaire au LEMTA pour l'étude de l'évaporation de micro-gouttelettes [97]. Eventuellement à long terme, il pourra être envisagé de mettre en place des systèmes de lévitation aérodynamique, acoustique ou magnétique pour une meilleure gestion des transferts échantillon-environnement [98].

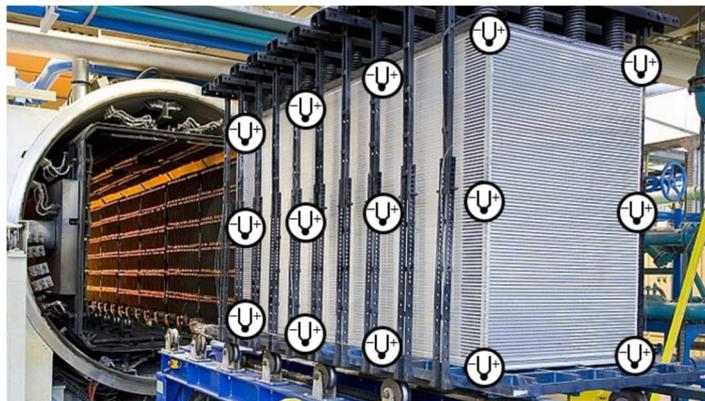
4. *Le rayonnement est le mode de transfert prépondérant à ces températures.* Concernant la prise en compte du rayonnement, les méthodes numériques de résolution de l'ETR (approche Rosseland et méthode P1 notamment) utilisées pour les applications en dessous de 1500°C montrent leur limite à plus hautes températures qui plus est pour des matériaux céramiques complexes (poreux et structure optimisée) et transparentes aux rayonnements visibles plus présents à ces niveaux de température. En effet, compte tenu des très faibles épaisseurs optiques dans ces milieux, il faudra développer une méthode de résolution de l'équation des transferts radiatifs par une méthode de Monte Carlo qui devra être couplée avec les codes numériques évoqués précédemment.

Les dispositifs de mesure des propriétés thermiques décrits dans ce document et opérant en dessous de 1000°C, reposent sur des méthodes analytiques pour calculer les thermogrammes simulés et réaliser l'identification des paramètres thermiques. Au vu des points déjà évoqués, cela n'est plus possible au-delà de 1500°C ; il faut donc développer des modèles numériques (volumes/différences fini(e)s ?) prenant en compte le caractère tridimensionnel des transferts, l'hétérogénéité de l'ensemble cellule de mesure/échantillon et les transferts couplés conducto-advecto-radiatifs. La grande difficulté est que plus le design du porte échantillon est compliqué, plus le risque d'erreur lié à une mauvaise prise en compte de la géométrie par le modèle est important. Il y a donc un compromis à trouver entre le design de la cellule et le modèle numérique à développer. Cela est bien évidemment directement lié à la complexité du matériau à étudier.

Un point intéressant est que le développement de ces méthodes est destiné à la caractérisation des propriétés de conduction thermique du matériau. Du fait du caractère prépondérant du rayonnement dans les transferts à ces températures, on peut aussi envisager dans des conditions très particulières, d'estimer des propriétés optiques, objet difficile en spectroscopie sur les mousses poreuses céramiques par exemple. Les applications de cet axe sont nombreuses notamment dans des matériaux, dans les procédés hautes températures : verrerie, métallurgie, cimenterie, céramique composite... d'autant qu'avec la décarbonatation de l'industrie, beaucoup des matériaux utilisés dans les process ne sont plus adaptés à ces nouvelles technologies (utilisation des flammes à hydrogène), ce qui augmente le besoin.

5.3 Axe 2 : Identification de modèles paramétriques pour l'optimisation énergétique des procédés hautes températures

Depuis 2013, l'OS GC a mis en place un partenariat avec la société Fives Cryo qui fabrique des échangeurs à plaques et ondes. Le procédé de fabrication de ces dispositifs se fait par brasage sous vide à 600°C d'un empilement de plaques et ondes. Afin de garantir l'homogénéité en température de cette charge, celle-ci est instrumentée par de nombreux thermocouples (entre 50 et 100) qui fournissent les données à une centrale de régulation qui assure le pilotage de plusieurs dizaines de panneaux radiants. Comme toute instrumentation, celle-ci peut être défaillante et entraîner une anomalie dans la chauffe et une inhomogénéité qui, par effet thermomécanique, conduit à rebuter la pièce. Pour répondre à cette problématique, nous envisageons d'implémenter dans la régulation du procédé, des fonctions de transferts des différents éléments de l'ensemble four-charge via des modèles paramétriques de type ARX. Ces modèles sont identifiés sur des données réelles provenant de précédents brasages ou sur des données issues de simulations fines des transferts thermiques entre le four et sa charge.



$$y[k] = - \sum_{\substack{i=1 \\ i < k}}^{n_a} a_i y[k-1] + \sum_{\substack{i=1 \\ i \leq k}}^{n_b} b_i u[k-i-n_k]$$

Figure 67 : Charge instrumentée en entrée de four de brasage (en haut), modèle ARX discret (en bas)

A l'heure actuelle, nous avons montré la possibilité d'identifier ces fonctions de transfert de façon fiable en prenant en compte le transfert radiatif entre un panneau et l'échangeur. Nous avons montré qu'il était possible d'identifier et valider un modèle paramétrique linéaire, sous réserve que l'on reste dans une plage de fonctionnement proche de celle de l'identification. Actuellement, nous essayons d'estimer des fonctions de transfert à partir des données issues d'un jumeau numérique du procédé. En utilisant ces données numériques et des données mesurées lors de réelles opérations de brasage, la grande précision des modèles ARX est constatée vis-à-vis des mesures de deux thermocouples d'une matrice donnée. Nous envisageons une implémentation de ces modèles dans la régulation du four. L'objectif ultime de ce type de méthode serait de s'affranchir de toute instrumentation sur la charge. Le projet Projet JUMBRAS, présenté en section 3.8.1 va servir de base à cela en mettant en place un jumeau numérique fiable de leur procédé. En effet Fives Cryo souhaite changer d'échelle dans la production des échangeurs en augmentant la taille de ceux-ci d'un ordre de grandeur. Un procédé de si grande taille ne peut être régulé comme son prédécesseur, il faut une technologie de rupture que seraient les modèles prédictifs obtenus par identification de système. Une fois JUMBRAS achevé et le Jumeau numérique disponible, nous pourrions

poursuivre cette approche innovante par de nouveaux projets visant à monter au TRL 8-9 dans l'utilisation de modèle paramétriques pour définir des capteurs virtuels de flux et de températures. A partir de modèles identifiés sur le jumeau numérique, on mettrait en œuvre une solution de régulation prédictive sur le four et sa charge ne nécessitant pas ou peu de capteur physique.

La validation de cette approche sur un procédé hautes températures où le flux radiatif est important [99], nous encourage à viser d'autres applications comme l'identification des paramètres de fonctionnement d'un échangeur à hautes températures. On identifierait une impédance plutôt qu'un coefficient d'échange [100] à partir d'un champ de température simulé ou des mesures sur un échangeur pilote. L'approche serait d'identifier à partir des températures et flux de parois calculées grâce à des mesures de plusieurs températures dans l'épaisseur de la paroi, une fonction de transfert, un modèle paramétrique de type ARX [102] ou d'autre type de méthode [101]. L'objectif, ici aussi, est de pouvoir développer des solutions de capteurs virtuels pour accéder à des grandeurs thermiques in situ et in operando. Plusieurs industriels ont déjà manifesté leur intérêt pour cela (Airbus, Pochet de Courval, Safran et bien sûr Saint Gobain).

Un autre débouché de ce type de méthodes pourrait être l'estimation d'une distribution de flux thermiques à partir de mesures de température. Une des applications que nous étudions actuellement est celle de la trempe métallurgique. Cependant, du fait des fortes non linéarités (transition de phase notamment, propriétés physiques thermodépendantes), les modèles ARX semblent inadaptés. C'est pourquoi nous envisageons un autre type de modèle dit IARX [103]. Nous souhaitons tester une nouvelle technique inverse basée sur le modèle polynomial ARX qui permet l'estimation d'une entrée inconnue (comme une chaleur imposée sur une frontière) en utilisant une sortie (mesure de température). C'est ce que nous avons notamment utilisé lors des projet IMASQUE et IMOX (voir Section 4).

$$u[k] = - \sum_{\substack{i=1 \\ i < k}}^{n_a} a_i u[k-i] + \sum_{\substack{i=1 \\ i \leq k}}^{n_b-1} b_i y[k-i] + \sum_{\substack{i=1 \\ i \leq k}}^{n_c} c_i y[k+i]$$

La différence entre IARX et ARX réside dans la présence de futurs paramètres exogènes, qui ont été déduits à l'aide de la forme discrète initiale du modèle ARX. L'intérêt de ces approches est que l'impédance thermique représentée par un modèle convolutif ou paramétrique est indépendante des conditions limites thermiques du système.

5.4 Axe 3 : Captage/stockage de la chaleur à hautes températures

La problématique actuelle de décarbonation de l'industrie passera par un gain d'efficacité au niveau de la gestion de la chaleur dans les procédés hautes températures fortement carbonées (métallurgie, cimenterie, verre...). En effet, certaines étapes de ces process laissent s'échapper de grandes quantités de chaleur (en grande partie sous forme de rayonnement thermique) qui ne peuvent pas être valorisées facilement à cause, entre autres, de l'intermittence du process, ou de distances importantes entre les parties du process. Une des solutions semble donc le captage de ce surplus de chaleur perdu puis son stockage pour une réutilisation ultérieure. C'est dans cette objectif que l'OS GC a été créé.

Concernant le captage de la chaleur hautes températures, une des solutions serait d'utiliser des mousses céramiques à forte porosité, déjà envisagées pour une utilisation dans des applications solaires thermodynamiques. Ces mousses céramiques ou métalliques, de par leur grande surface d'échanges et leur résistance à hautes températures, permettraient de capter la chaleur perdue sous forme de rayonnement dans les procédés hautes températures.

Le travail de thèse de Morgan SANS (Section 4.5) a permis de mettre au point un modèle de transfert conducto-radiatif au sein de ces mousses basées sur une MMC. A partir du motif de base et des propriétés thermophysiques de la mousse, nous sommes capables de prédire des propriétés thermiques équivalentes du milieu.

Suite à cette étude, une collaboration avec le centre de fonderie du CTIF nous a permis de mettre au point un dispositif de caractérisation des mousses métalliques à cellules de Kelvin parcouru par un flux d'air. Cela s'est fait lors de la thèse de Raj Narayan KONDIRU. A l'issue de ce travail, nous disposons d'un outil qui permet de déterminer les champs de température (par méthode Monte Carlo) et le champ de vitesses par une méthode déterministe au sein d'un cylindre de mousse à hautes températures balayé par un flux d'air. Cet outil a fait l'objet d'une validation expérimentale par la mise en place d'un banc (Figure 68) permettant de chauffer un cylindre de mousse métallique parcouru par un flux d'air entrant à température ambiante et chauffé jusqu'à 800°C.

Fort de ces outils et dans le cadre du laboratoire commun CANOPEE, une collaboration a été lancée sous forme d'une thèse CIFRE dans le cadre d'un partenariat LUE avec l'Université de Lorraine. A partir des outils développés lors des travaux précédents, nous allons mettre en place une méthode numérique permettant de résoudre les transferts couplés conducto-advecto-radiatif par Méthode Monte Carlo. Cet outil doit nous permettre ensuite de pouvoir lancer un projet à moyen terme pour déterminer numériquement et de valider expérimentalement sur un prototype de laboratoire, un design de mousse optimal pour le captage de la chaleur.

Il est ensuite envisagé à long terme, de développer un récupérateur pilote sur les maquettes de four verrier chez Saint Gobain Recherche à Aubervilliers. En effet, Saint Gobain Recherche Paris dispose d'une cellule de combustion représentative de la chambre de combustion d'un four verrier à échelle réduite, qui fonctionne en continu pendant plusieurs mois de l'année pour une puissance totale d'environ 100 kW. Les fumées chaudes (> 1000°C) sont ensuite évacuées à l'extérieur à l'air libre par convection naturelle et pourraient servir de source chaude à un système de captage.

Cet axe intègre des travaux sur une large gamme d'échelles. Son objectif ultime est de prédire les propriétés de captage d'une mousse à partir d'une géométrie pour concevoir les échangeurs qui capteront les chaleurs fatales industrielles.

Pour réaliser tout cela, il est prévu de mettre en place une plateforme expérimentale (sur le modèle de celle de caractérisation thermique des matériaux) pour étudier le captage de la chaleur via nos échangeurs poreux en utilisant les moyens hautes températures dont nous disposons (moyen de chauffage résistif et induction notamment). Cette plateforme aura aussi pour vocation d'étudier le stockage de cette chaleur.

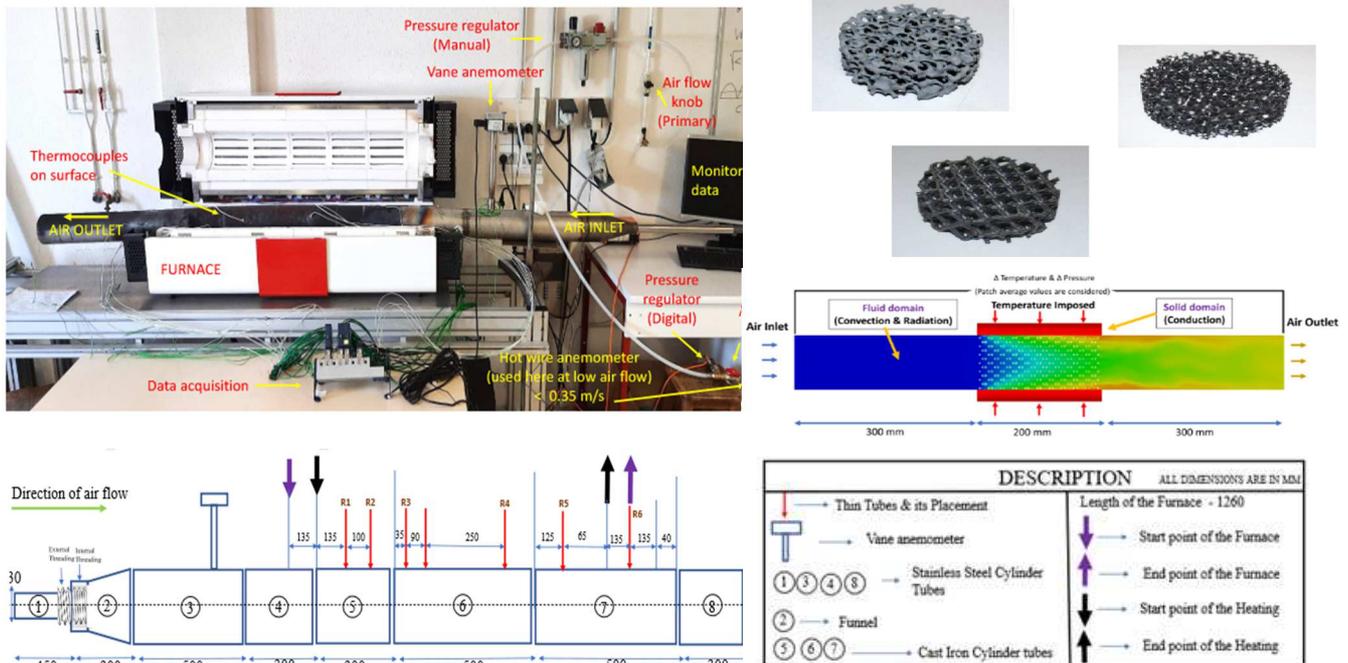


Figure 68 : Dispositif instrumenté de caractérisation des propriétés de captage des mousses volumiques poreuses

Concernant le stockage de la chaleur, on envisage l'utilisation des matériaux poreux à faible valeur ajoutée (sables, granulats ou résidus recyclés) via la technologie des lits fluidisés (Figure 69) pour stocker la chaleur captée par les mousses.

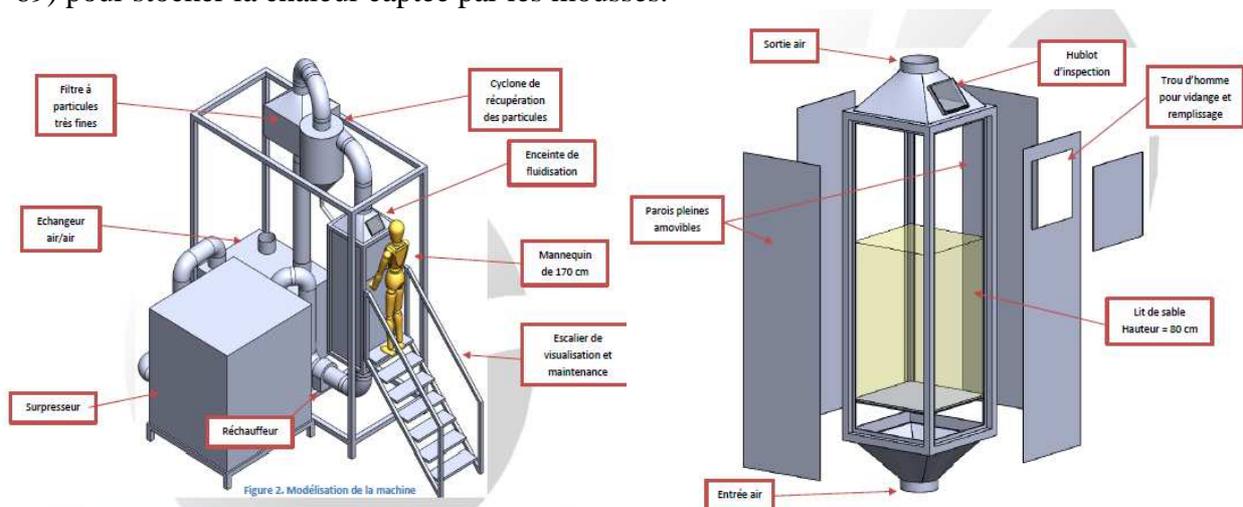


Figure 69 : Dispositif de lits fixes ou fluidisés

Ce dispositif a été acquis récemment au LEMTA et doit être instrumenté pour évaluer différentes configurations d'échanges et de matériaux de stockage, pour déterminer les performances globales (capacité, dynamique de stockage/déstockage de la chaleur dans le lit en fonction de la vitesse surfacique, de la vitesse de fluidisation, etc.) et locales (corrélations de transfert de chaleur air chargé/paroi). Plusieurs configurations de diffuseur d'air dans le lit seront aussi évaluées. L'idée serait d'utiliser pour cela les résidus de matière produit par ces procédés (laitier, calçin...)

Le développement des C-TES (Compact Thermal Energy Storage) et des matériaux associés fait partie des axes prioritaires de l'Agence Internationale de l'Energie (au travers de la tâche « Compact Thermal Energy Storage - Materials within Components within Systems », Technology collaboration programme, Task 40 currently running, <https://iea-es.org/task-40/> et Solar Heating and Cooling programme, Task 67, currently running, <https://iea-es.org/task-67/>).

L'objectif à terme est l'intégration de ces solutions technologiques sur des pilotes industriels tels que ceux qui pourraient être utilisés dans le cadre des projets portés par le LABORatoire COMMun CANOPEE.

5.5 Laboratoire commun CANOPEE

Créé en 2021, CANOPEE (enjeu CARbone :matériaux inNOvants pour des Procédés Économes en Énergie) est un laboratoire commun entre Saint Gobain, le CNRS de l'Université de Lorraine (via le LEMTA) et l'Université d'Orléans (via le CEMHTI). Ce laboratoire a pour ambition de construire une meilleure compréhension des transferts thermiques, depuis l'échelle du matériau jusqu'à l'échelle de l'installation industrielle, de développer des méthodes précises de mesure en conditions extrêmes, des propriétés des matériaux et des grandeurs physiques caractérisant les procédés. L'objectif ultime est de fournir des outils pour contribuer à la décarbonation industrielle.

Mise en place par l'impulsion conjointe de Saint Gobain recherche Paris et des membres du groupe de métrologie thermique du LEMTA, CANOPEE est une structure permettant un partenariat académie/industrie qui doit permettre de faire émerger de gros projets en coopération industrielle ou internationale autour des thématiques de caractérisation thermique à hautes températures. CANOPEE est ainsi un moyen de développer les thématiques évoquées dans cette question. Plusieurs projets en lien avec celle-ci sont envisagés dans un futur proche :

- Mise en place d'outils de mesure de température par pyrométrie multispectrale via l'utilisation d'imageurs infrarouges dans des matériaux semi-transparents pour obtenir un champ de températures en surface et en profondeur.
- Mesure des propriétés thermiques des céramiques et réfractaires au-delà de 1500°C.
- Mise en place de démonstrateurs de captage de la chaleur industrielle sur des fours pilotes de Saint Gobain Recherche Paris via l'utilisation des mousses céramiques ou métalliques à fortes porosités.
- Couplage de ces démonstrateurs avec un dispositif de stockage de la chaleur (éventuellement par lit fluidisé)

Ces projets seraient financés soit par une réponse commune des protagonistes de CANOPEE à des appels à projet (ANR, Région), soit par financement via des programmes internes aux entités (LUE pour l'Université de Lorraine).

6. Production scientifique

Ma production scientifique débute en 2010. Elle compte 28 articles dans des revues à comité de lecture. Les revues ciblées sont celles portant sur les études des transferts thermiques :

- Applied Thermal Engineering (Impact factor : 6,4)
- International Journal of Thermal Sciences (Impact factor : 4,5)
- International Journal of Heat and Mass Transfer (Impact factor : 5,2)

Les communications de conférences visent principalement l'International Heat Transfer Conference (**IHTC**) au niveau mondial, l'European Thermal Sciences Conference (**Eurotherm**) au niveau continental et le congrès de la société française de thermique au niveau national (**SFT**). On compte 23 communications nationales, 15 communications internationales et 3 séminaires invités.

La métrique Scopus fait état de 32 documents (dont 15 sur les 5 dernières années) avec 428 citations pour un H index de 8. 45,5% des publications sont cosignées avec des partenaires industriels et 22,7% des publications sont issues de collaborations internationales.

Dans cette partie, le nom des personnes que j'ai co-encadrées est souligné, les collaborations internationales apparaissent en italique et mon nom apparaît en gras pour faciliter la lecture.

6.1 Articles publiés avec comité de lecture

[P28] Hassan Flity, Yves Jannot, Lucas Terrei, Paul Lardet, **Vincent Schick**, Zoubir Acem and Gilles Parent. Thermal conductivity parallel and perpendicular to fibers direction and heat capacity measurements of eight wood species up to 160 °C. International Journal of Thermal Science, 195, 108661, 2024

[P27] Arthur Oliveira, Julien Teixeira, **Vincent Schick**, David Marechal, Michel Gradeck and Sabine Denis. Using a linear inverse heat conduction model to estimate the boundary heat flux with a material undergoing phase transformation. Applied Thermal Engineering, 219 : 119406, Part A, 2023

[P26] Morgan Sans, Olivier Farges, Gilles Parent and **Vincent Schick**. Solving transient coupled conductive and radiative transfers in porous media with a Monte Carlo Method: characterization of thermal conductivity of foam . International Journal of Thermal Sciences, 179, :107656, 2022.

[P25] Lea Penazzi, Yves Jannot, Johann Meulemans, Olivier Farges, and **Vincent Schick**. Influence of radiation heat transfer on parallel hot-wire thermal conductivity measurements of semi-transparent materials at high temperature. International Journal of Thermal Sciences, 179, 107690 , 2022.

[P24] Arthur Oliveira, David Marechal, Jean-Luc Borean, **Vincent Schick**, Julien Teixeira, Sabine Denis, and Michel Gradeck. Experimental study of the heat transfer of single-jet impingement cooling onto a large heated plate near industrial conditions. International Journal of Heat and Mass Transfer, 184:121998, 2022.

[P23] Benoit Pfortner, Waseem Al Hadad, **Vincent Schick**, Denis Maillet, Célien Zacharie, and Benjamin Remy. Transient detection of either maldistribution or flowrate change in a counter current plate-fin heat exchanger using an ARX model. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 182:121987, 2022.

[P22] Arthur Oliveira, Célien Zacharie, Benjamin Remy, **Vincent Schick**, David Marechal, Julien Teixeira, Sabine Denis, and Michel Gradeck. Inverse ARX (IARX) method for boundary specification in heat conduction problems. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 180:121783, 2021.

[P21] Yves Jannot, Alain Degiovanni, **Vincent Schick**, and Johann Meulemans. Apparent thermal conductivity measurement of anisotropic insulating materials at high temperature by the parallel hot-wire method. *International Journal of Thermal Sciences*, 160:106672, 2021.

[P20] Benjamin Remy, Célien Zacharie, **Vincent Schick**, Gaetan Bergin, Thierry Mazet, and Renaud Egal. Identification of Transfer Functions in a Vacuum Brazed Load with ARX Models. *Instrumentation, Measure, Metrologie*, 19(3):229–234, 2020.

[P19] Yves Jannot, Johann Meulemans, **Vincent Schick**, Maxime Capp, and Isabelle Bargain. A Comparative Fluxmetric (CFM) Method for Apparent Thermal Conductivity Measurement of Insulating Materials at High Temperature. *International Journal of Thermophysics*, 41, 2020

[P18] Ting. Ding, Yves Jannot, **Vincent Schick**, and Alain Degiovanni. Analysis of the non-linearity of the heat transfer equation in case of a time-dependent heat source: application to the 3 omega method. *Journal of Engineering Mathematics*, 121(1):85–99, 2020.

[P17] Yves Jannot, Alain Degiovanni, **Vincent Schick**, and Johann Meulemans. Thermal diffusivity measurement of insulating materials at high temperature with a four-layer (4L) method. *International Journal of Thermal Sciences*, 150:106230, 2020

[P16] Morgan Sans, **Vincent Schick**, Gilles Parent, and Olivier Farges. Experimental characterization of the coupled conductive and radiative heat transfer in ceramic foams with a flash method at high temperature. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 148:119077, 2020

[P15] Waseem Al Hadad, **Vincent Schick**, and Denis Maillet. Fouling detection in a shell and tube heat exchanger using variation of its thermal impulse responses: Methodological approach and numerical verification. *Applied Thermal Engineering*, 155:612–619, 2019.

[P14] Waseem Al Hadad, Denis Maillet, Yves Jannot, **Vincent Schick**, Inverse conduction and advection in a flat Channel with transient external thermal excitation and observation, *International Journal of heat and mass transfer*, 127, 2018

[P13] Thomas Loussouarn, Denis Maillet, Benjamin Rémy, **Vincent Schick**, Diane Dan., Indirect measurement of temperature inside a furnace, ARX model identification *Journal of Physics Conference Series* 1047(1):012006, 2018

[P12] Benjamin Bernard, Aurélie Quet, Luc Bianchi, Aurelien Joulia, Aandré Malie, **Vincent Schick**, Benjamin Remy. Thermal insulation properties of YSZ coatings: suspension plasma spraying (SPS) versus electron beam physical vapor deposition (EB-PVD) and atmospheric plasma spraying (APS). *Surface & Coatings Technology*, 318, p122-128, 2017

[P11] **Benjamin Bernard**, Aurélie Quet, Luc Bianchi, **Vincent Schick**, Aurélien Joulia, André. Malié. YSZ columnar suspension plasma spraying coatings: a way to improve next generation thermal barrier coatings, , Journal of thermal spray coating and technology, 2017

[P10] **Benjamin Bernard**, Aurélie Quet, Luc Bianchi, **Vincent Schick**, A. Joulia, A. Malie, B. Remy, Effect of Suspension Plasma-Sprayed YSZ Columnar Microstructure and Bond Coat Surface Preparation on Thermal Barrier Coating Properties, 26, 6, Journal of thermal Spray technology, 2017

[P9] **Benjamin Bernard**, **Vincent Schick**, Benjamin Remy, Aurélie Quet, Luc Bianchi. High Temperature Thermal Properties of Columnar Yttria Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coating Performed by Suspension Plasma Spraying. Journal of Physics: Conference Series, 745, 032012, 2016

[P8] *Jean-Luc Battaglia, **Vincent Schick**, Clément Rossignol, Andrzej Kusiak, Isabelle Aubert, Alessio Lamperti and Claudia Wiemer, Thermal resistance at Al-Ge₂Sb₂Te₅ interface , Applied Physic Letter, 102, 181907, 2013*

[P7] *Andrea Cappella, Jean-Luc Battaglia, **Vincent Schick**, Andrzej Kusiak, Alessio Lamperti, Claudia Wiemer and Bruno Hay, High temperature thermal conductivity of amorphous Al₂O₃ thin films grown by low temperature ALD, Advanced Engineering Materials, 15(11):1046-1050, 2013*

[P6] **Vincent Schick**, Benjamin Remy, Alain Degiovanni, Franck Demeurie, Johann Meulemans and Pierre Lombard, Measurement of Thermal Conductivity of Liquids at High Temperature, Journal of Physics: Conference Series, 395-1, 012078, 2012

[P5] *Jean-Luc Battaglia, **Vincent Schick**, Andrzej Kusiak, Clément Rossignol, Olivier Fudym, Helcio Orlande, and Pablo Nobrega. Global estimation of thermal parameters from a picoseconds thermoreflectometry experiment, International Journal of Thermal Sciences, 57, 17-24, 2012*

[P4] **Vincent Schick**, Jean-Luc Battaglia, Clement Rossignol, Andrzej Kusiak, Claudia Wiemer. Temperature dependant thermal and mechanical properties of a metal-phase change layer interface using the time resolved pump probe technique, Journal of Physics : Conference Series 278 , art. no. 012024, 2011

[P3] *Jean-Luc Battaglia, **Vincent Schick**, Rossignol C, Andrzej Kusiak, Claudia Wiemer and Alessio Lamperti. Temperature dependent thermal boundary resistance at a metal-phase change material using the time resolved pump probe technique, Inverse Problems in Science and Engineering, 20 (7), 941-950, 2011*

[P2] *Jean-Luc Battaglia, Andrzej Kusiak, **Vincent Schick**., Andrea Cappella, Claudia Wiemer, Massimo Longo, Enrico Varesi. Thermal characterization of the SiO₂-Ge₂Sb₂Te₅ interface from room temperature up to 400 °C, Journal of Applied Physics, 107 (4), art. no. 044314, 2010*

[P1] *Jean-Luc Battaglia, Andrea Cappella, Enrico Varesi, **Vincent Schick**, Andrzej Kusiak, Claudia Wiemer, Massimo Longo and Bruno Hay. Temperature-dependent thermal characterization of Ge₂Sb₂Te₅ and related interfaces by the photothermal radiometry technique, Journal of Physics: Conference Series 214, art. no.012102, 2010*

6.2 Conférences Internationales

[CI15] Léa Penazzi, Olivier Farges, **Vincent Schick**, Johann Meulemans and Yves Jannot. Resolution of conductive-radiative heat transfer in a semitransparent medium: functional estimation of the radiative source term with monte carlo method. IHTC 2023

[CI14] Kamal Ennass, Benjamin Rémy, **Vincent Schick** et Johann Meulemans, Measurements of temperature and emissivity of opaque materials using multi-spectral methods. IHTC 2023

[CI13] Adrien Barthelemy A., Benjamin Rémy, **Schick V.**, Zacharie C., Transfer function identification of a brazing furnace and its load using autoregressive parametric models. IHTC 2023

[CI12] Arthur Oliveira, Soumaya Sokakini, David Marechal, Teixeira Julien, **Vincent Schick**, Sabine Denis, and Michel Gradeck. Instrumentation study for aspersion cooling experiments aiming optimal estimation of the heat flux dissipation by 2D inverse heat conduction problems. In ECHT 2021 and QDE 2nd International Conference on Quenching and Distortion Engineering, Online, Germany, 2021. AWT Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik.

[CI11] Morgan Sans, Olivier Farges, **Vincent Schick**, Christian Moyne and Gilles Parent. Modeling the Flash Method by using a Conducto-Radiative Monte-Carlo Method: Application to Porous Media. In 9th International Symposium on Radiative Transfer (RAD-19), Proceedings of the 9th International Symposium on Radiative Transfer, RAD-19, 319-326, Athenes, Greece, 2019.

[CI10] Morgan Sans, Olivier Farges, **Vincent Schick** and Gilles Parent, Characterization of thermal properties of ceramic foams by a numerically simulated Flash method, CTRMP VI, Lisboa 2018

[CI9] Wasem Al Hadad, Yves Jannot, **Vincent Schick**, Benjamin Rémy and Denis Maillet, Transient characterization of a heat exchanger through identification of its transfer functions, IHTC 16 Beijing 2018

[CI8] Thomas Loussouarn, Denis Maillet, Benjamin Rémy, **Vincent Schick** and Diane Dan, Indirect measurement of temperature inside a furnace, ARX model identification, communication at 9th International Conference on Inverse Problems in Engineering ICIPE 2017, Waterloo, Ontario, Canada 2017.

[CI7] Johann Meulemans, **Vincent Schick** and Benjamin Rémy. measurement of thermal and radiative properties of liquids at high temperature, Graz, ECTP 2017

[CI6] **Vincent Schick**, Benjamin Rémy and Alain Degiovanni. Mesure de la conductivité thermique de liquide à haute température, 16ème Journées Internationales de Thermique , Marrakech 2013

[CI5] **Vincent Schick**, Benjamin Rémy, Alain Degiovanni, Johann Meulemanns and Pierre Lombard, Measurement of the phonic thermal conductivity of molten glass, 23rd International Congress on Glass, Prague 2013

[CI4] **Vincent Schick**, Jean-Luc Battaglia, Clément Rossignol, Andrzej Kusiak and Claudia Wiemer, *Temperature dependant thermal and mechanical properties of a metal-phase change layer interface using the time resolved pump probe technique*, Laser Ultrasonics 2010

[CI3] Jean-Luc Battaglia, **Vincent Schick**, Andrzej Kusiak, Clement Rossignol and Claudia Wiemer, *Temperature dependant thermal and mechanical properties of a metal-phase change layer interface using the time resolved pump probe technique*, IPDO 2010

[CI2] Andrea Cappella, Jean-Luc Battaglia., **Vincent Schick**, Andrzej Kusiak, Claudia Wiemer, Massimo Longo and Bruno Hay, *Photothermal Radiometry applied in nanoliter melted tellurium alloys*, WMRIF 2010

[CI1] Jean-Luc Battaglia, Andrzej Kusiak, **Vincent Schick**, Claudia Wiemer and Clement Rossignol, *Temperature-dependent thermal characterization of thin films and related interfaces*, COBEM 2009

6.3 Conférences nationales

[CF23] Kamal Ennass, Benjamin Remy, **Vincent Schick** et Johann Meulemans. Mesure de la température par méthodes multi-spectrales de matériaux métalliques à haute température. Congrès de la société française de thermique Reims 2023

[CF22] Léa Penazzi, Olivier Farges, Yves Jannot, Johann Meulemans et **Vincent Schick**. Estimation fonctionnelle de la température avec la méthode Monte Carlo : vers la caractérisation des propriétés thermiques et application à la méthode flash. Congrès de la société française de thermique Reims 2023

[CF21] Adrien Barthélémy, Benjamin Rémy, **Vincent Schick** et Celien Zacharie. Identification de modèles paramétriques tridimensionnels d'un four de brasage et de sa charge. Congrès de la société française de thermique Reims 2023

[CF20] Adrien Barthélémy, Benjamin Rémy, **Vincent Schick**, Thierry Mazet, Gaetan Bergin et Celien Zacharie. Identification de modèles paramétriques monodimensionnels d'un four de brasage et de sa charge. Congrès de la société française de thermique Valenciennes 2022

[CF19] Raj Konduru, Olivier Farges, **Vincent Schick**, Yves Gaillard, Patrick Hairy et Gilles Parent. Modelling of coupled Heat transfer - Application to Porous media at high temperatures. Congrès de la société française de thermique Valenciennes 2022

[CF18] Kamal Ennass, Benjamin Rémy, **Vincent Schick** et Johann Meulemans. Mesure de températures sur des corps opaques à hautes températures par méthodes multi-spectrales. Congrès de la société française de thermique Valenciennes 2022

[CF17] Benoit Pfortner, Celien Zacharie, **Vincent Schick**, Denis Maillet et Benjamin Rémy. Détection d'encrassement au sein d'échangeurs à plaques et ailettes brasées à partir de modèles ARX .Congrès de la société française de thermique Belfort 2020

[CF16] Morgan Sans, Christian Moyne, **Vincent Schick**, Olivier Farges, Gilles Parent et Denis Maillet. Caractérisation des coefficients de dispersion thermique de mousse céramique de type SiC à température ambiante. Congrès de la société française de thermique Belfort 2020

[CF15] Waseem Al Hadad, **Vincent Schick**, Benoit Pfortner, Denis Maillet. Identification expérimentale des réponses impulsionnelles en sortie d'un échangeur à une variation de température d'entrée d'un des fluides Congrès de la société française de thermique Nantes 2019

[CF14] Badre Sahnoun, Benjamin Rémy, **Vincent Schick**, Antoine Lopez et Romuald Guilbaut. Modélisation et simulation du transfert thermique verre-moule dans un procédé de soufflage verrier Congrès de la Société Française de thermique, Nantes, 2019

[CF13] Celien Zacharie, **Vincent Schick**, Benjamin Rémy, Gaëtan Bergin, Renaud Egal et Thierry Mazet, Identification de fonctions de transfert dans une charge brasée sous vide à partir de modèles ARX, Congrès C2i Bordeaux 2019

[CF12] Celien Zacharie, **Vincent Schick**, Benjamin Remy, Gaetan Bergin, Renaud Egal et Thierry Mazet. Identification de fonctions de transfert pour un four de brasage sous vide et sa charge, Congrès français de Thermique, SFT 2018

[CF11] Morgan Sans, **Vincent Schick**, Olivier Farges et Gilles Parent, Caractérisation des propriétés thermophysiques de mousses céramiques par méthode Flash, Congrès français de Thermique, SFT 2018

[CF10] Waseem Al Hadad, **Vincent Schick**, Denis Maillet et Yves Jannot. Identification d'un système convolutif par moindres carrés ordinaires et totaux régularisés, Congrès français de Thermique, SFT 2017

[CF9] Waseem Al Hadad, **Vincent Schick** et Denis Maillet, Caractérisation transitoire d'un échangeur de chaleur à tubes et calandre par identification de ses fonctions de transfert, Congrès français de Thermique, SFT 2017

[CF8] Thomas Loussouarn, Denis Maillet, Benjamin Rémy, **Vincent Schick** et Diane Dan, Mesure indirecte de température dans un four par identification de modèle ARX, Congrès Français de Thermique, SFT 2017

[CF7] Johann Meulemans, Benjamin Rémy et **Vincent Schick**, Estimation des propriétés thermiques et radiatives de liquides à haute température par méthode inverse, Congrès français de Thermique, SFT 2017

[CF6] **Vincent Schick**, Benjamin Rémy, Alain Degiovanni, Johann Meulemanns et Pierre Lombard, Mesure de la conductivité thermique de verre de silice liquide, Congrès de la société française de thermique, SFT 2013

[CF5] **Vincent Schick**, *Andrea Cappella, Jean-Luc Battaglia, Andrzej Kusiak, Lucas Mamagna et Claudia Wiemer. Mesures des propriétés thermiques d'un dépôt submicrométrique d'Al₂O₃ amorphe déposé par ALD, Congrès de la société française de thermique, SFT 2012*

[CF4] *Battaglia J.-L., Vincent Schick, Andrzej Kusiak, Clément Rossignol et Claudia Wiemer, Comportement thermo – acoustique d'une interface métal – semiconducteur à changement de phase, Congrès de la société française de thermique, SFT 2011*

[CF3] *Vincent Schick, Jean-Luc Battaglia, Andrzej Kusiak et Clément Rossignol. Caractérisation thermique d'une couche mince de $Ge_2Sb_2Te_5$ en fonction de la température dans une expérience pompe-sonde résolue en temps, Congrès de la société française de thermique, SFT 2010*

[CF2] *Vincent Schick, Andrea Cappella, Jean-Luc Battaglia, Kusiak. Caractérisation thermique des matériaux pour mémoires à changement de phase à haute température et échelle sub micrométrique, Congrès de la société française de thermique, SFT 2009*

[CF1] **Vincent Schick**, Jean-Luc Battaglia et Andrzej Kusiak. Caractérisation thermique à haute température par radiométrie photothermique ; Application aux mémoires couches minces à changement de phase, Congrès de la Société Française d'Acoustique Arcason 2008

6.4 Séminaires invités

[S-INV3] Conductivité thermique : Mesure de propriétés thermiques de solides et de liquides silicatés à hautes températures Atelier USTV 2023, Avignon

[S-INV2] Mesure des propriétés thermiques des céramiques, Journée REVELOR 2021, Nancy

[S-INV1] Mesure des propriétés thermiques du verre et du liquide à haute température, école d'été GDR Verres, 2015, Fréjus

Conclusion

Depuis le début de mes travaux de recherches en 2007, j'ai développé des techniques de caractérisations thermiques de matériaux et systèmes complexes à hautes températures. Cela s'est fait par une approche très pragmatique, simple et efficace qui consiste à réaliser une veille technique puis à agréger des outils existants et innovants de mesure, d'identification de paramètres ou de systèmes et de modélisations des transferts pour fournir un outil original et adapté à chaque défi de caractérisation thermique. A l'heure actuelle au LEMTA, grâce à cette approche, nous pouvons déterminer les propriétés thermophysiques d'une gamme exhaustive de matériaux de 20 à 1500°C pour des échelles allant du micron au décimètre.

Pour résumer cela en chiffre, depuis 2012, début de ma carrière universitaire, j'ai co-dirigé ou co-encadré 7 stagiaires, 3 ingénieurs, 8 doctorants et 4 postdoctorants dans le cadre de 12 projets financés s'articulant autour d'une grande plateforme de métrologie thermique et avec plus d'une dizaine de partenaires industriels. Cela s'est conclu par le lancement du formidable outil collaboratif qu'est le laboratoire commun de recherche CANOPEE, structure commune avec le plus grand groupe français de production de matériaux pour l'industrie et l'habitat qu'est Saint Gobain.

Les résultats de mes travaux de recherches sont aussi le fruit d'une synergie avec mes activités d'enseignements dans le domaine des transferts thermiques, notamment grâce aux étudiants que j'ai accompagnés lors de leur scolarité à Mines Nancy et qui ont poursuivi en doctorat sur les thématiques que je couvre (Célien Zacharie et Adrien Barthélémy). Mais aussi grâce aux projets industriels menés par nos étudiants issus des collaborations avec nos partenaires industriels dont Fives Cryo et Saint Gobain.

A l'avenir, en plus de faire encore monter en gamme nos outils de caractérisations thermiques et optiques des matériaux, j'aimerais mettre en place une plateforme expérimentale ambitieuse sur le captage et le stockage des chaleurs industrielles issues de procédés hautes températures fortement carbonés et la faire rayonner en mettant en avant cette thématique autour de cours sur la décarbonation de l'industrie et l'habitat au sein des écoles de l'université de Lorraine, et plus particulièrement à l'école des Mines de Nancy.

Références bibliographiques

- [1] D Maillet and D Petit. *Techniques inverses et estimation de paramètres*. Partie 1 et 2, Technique de l'ingénieur, (2019).
- [2] B Hay, J Filtz and J Batsale. *Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash* Technique de l'ingénieur,(2004).
- [3] J Rouquerol, F Rouquerol, P Llewellyn and R Denoyel. *Calorimétrie : principes, appareils et utilisation*, Technique de l'ingénieur (2023).
- [4] *Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method*, ASTM E1461-13,(2022).
- [5] V Schick. *Caractérisation d'une mémoire à changement de phase Mesure de propriétés thermiques de couches minces à haute température*, Thèse de l'Université de Bordeaux, (2011), <https://www.theses.fr/2011BOR14280/document>
- [6] S Ovshinsky. *Reversible electrical switching phenomena in disordered structures*. Physical Review Letter, 21, (1968), 1450.
- [7] M Wuttig. *Towards a universal memory ?*. Nature Materials, 4, (2005), 265–266.
- [8] R Cowan. *Proposed method of measuring thermal diffusivity at high temperatures*. Journal of Applied Physics, 32, (1961), 1363–1370.
- [9] E Nordal and O Kanstad. *Photothermal-radiometry*. Physica Scripta, 20, (1979) 659–662.
- [10] A Degiovanni. *Diffusivité et méthode flash*, Revue Générale de Thermique, 185, (1977) 420–441.
- [11] E Amin-Chalhoub, N Semmar, L Coudron, G Gautier, C Boulmer-Leborgne, A Petit, M Gaillard, J Mathias and E. Million. *Thermal conductivity measurement of porous silicon by the pulsed-photothermal method* Journal of Physics D: Applied Physics, 44, (2011),35, 355401
- [12] J Gardarein, F Rigollet, C Le Niliot and R. Reichle. *Caractérisation des propriétés thermiques des couches de carbone déposées dans le tokamak Tore Supra*. Congrès de la société française de thermique (2008).
- [13] S Brahim, J Bodnar, and P Grossel. *Thermal diffusivity measurement by photothermal radiometry under random excitation and parametric analysis*. Journal of Physics: Conference Series, (2010), 214 :012065.
- [14] J Beck, B Blackwell, and C St. Clair. *Inverse Heat Conduction, Ill-posed problems*. AWiley-Interscience Publication, (1985).
- [15] A Mandelis, J Batista, and D. Shaughnessy. *Infrared photocarrier radiometry of semiconductors: Physicals principles, quantitative depth profilometry and scanning imaging of deep subsurface electronic defects*. Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics, 67, (2003),205-208.
- [16] J Battaglia and A Kusiak. *Thermophysical characterization of a CuO thin deposit*. International Journal of Thermophysics, 28, (2007),1563–1577.
- [17] C Martinsons and M Heuret. *Recent progress in the measurement of the thermal properties of hard coatings*. thin solid films, 317, (1998) :455–457.
- [18] C Paddock and G Eesley. *Transient thermorefectance from thin metal films*. Journal of Applied Physics, 60, (1986), 285.
- [19] J Rampnoux. *Développement de bancs d'acoustique picoseconde pour la caractérisation sans contact par impulsion Laser ultracourtes de couches micrométriques et sub-*

- micrométriques de composants microélectroniques*. Thèse de l'Université Bordeaux 1 (2003), <https://www.theses.fr/2003BOR16014>.
- [20] D Maillet, S André, J Batsale, A Degiovanni, and C Moyne. *Thermal quadrupoles. Solving the heat equation through integral transforms*, JohnWiley and Sons, (2000).
- [21] H Lyeo, D Cahill, B Lee, J Frederick-Seitz, M Kwon, K Kim, S Bishop, and B Cheong. *Thermal conductivity of phase-change material Ge₂Sb₂Te₅*. Applied Physics Letter, 89, (2006) :151904.
- [22] B Bernard. *Barrières thermiques par projection plasma de suspensions : développement et caractérisation de microstructures à faible conductivité thermique* Thèse de l'Université de Lorraine, (2016), <https://www.theses.fr/2016LORR0212/document>.
- [23] M Prevost. *Etude de nouvelles céramiques pour barrière thermique*. Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie, (2007), <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00809130>.
- [24] J Grenet and B Legendre. *Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)*. *Techniques de l'ingénieur*, P1205, (2010), 1-27.
- [25] B Legendre. *Détermination des capacités thermiques spécifiques en fonction de la température*. *Techniques de l'ingénieur R2970-v2*, (2011), 1-15.
- [26] M Chase. *NIST-JANAF Thermochemical Tables*, Fourth Edition, Journal of physical and chemical reference data, Monograph 9, (1998), 1-1951.
- [27] W Parker, R Jenkins, C Butler and G Abbot. *Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity*. Journal of Applied Physics, vol. 32, no 9, (1961), 1679-1684.
- [28] A Godin, E Palomo del Barrio J Morikawa and M Duquesne. *Microscopic infrared thermography for fast estimation of the thermal properties of thin films*; Journal Of Applied Physics, 124, (2018), 085111.
- [29] Y Souhar. *Caractérisation thermique de matériaux anisotropes à hautes températures*. Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine, (2011), <https://www.theses.fr/2011INPL029N/document>.
- [30] F de Hoog, J Knight, and A. Stokes. *An improved method for numerical inversion of Laplace transforms*. SIAM Journal on Scientific and Statistical Computing, (1982), 3 :357.
- [31] R Mévrel, J Laizet, A Azzopardi, B Leclercq, M Poulain, O Lavigne and D Demange. *Thermal diffusivity and conductivity of Zr_{1-x}Y_xO_{2-x/2} (x=0, 0.084 and 0.179) single crystals*. Journal of the European Ceramic Society, 24, (2004),3081-3089.
- [32] A Delmas, F Andre, *Identification of radiative properties for heterogeneous materials at high temperature*, International Journal of Thermal Sciences,120 (2017),314-320.
- [33] A Delmas, L Robin-Carillon, F Oelhoffen and T Lanternier . *Experimental and Theoretical Characterization of Emission from Ceramics at High Temperature: Investigation on Ytria-Stabilized Zirconia and Alumina*. *International Journal of Thermophysic* **31**, (2010), 1092–1110.
- [34] J Meulemans. *Caractérisation des propriétés thermiques de liquides semi-transparents à haute température. Application aux liquides silicatés*. Thèse de l'Université de Lorraine 2018 <https://www.theses.fr/2018LORR0134/document>.
- [35] F Champonier. *Mesures de la conductivité et de la diffusivité thermique d'un verre float entre 0 et 550 °C environ*. Rapport technique n 4253/76, Saint-Gobain Recherche, 1976.

- [36] R. Gardon. *Review of thermal conductivity data - Part I : Thermal conductivity at low and moderate temperatures*. Review of thermal conductivity data. Institut National du Verre, Charleroi, Belgique, 1983.
- [37] J Henriques. *Etude de la méthode du fil chaud – Modélisation des transferts de chaleur à l'aide du quadripôle thermique et application de la méthode d'identification des paramètres*. Rapport technique n_ 4265/89 - SGR/PR - JCH/SL, Saint-Gobain Recherche, 1989.
- [38] J Colas. *Etude et mise en œuvre de la méthode de la variation de la résistance électrique du fil chaud pour des verres solides et en état de fusion – Modélisation des transferts thermiques par analogie quadripolaire et identification des paramètres*. Rapport technique n 4273/91 - SGR/PR - JRC/AC, Saint-Gobain Recherche, 1991.
- [39] G McCauley. *Fundamentals of heat flow in molten glass and in walls for use against glass*. *Journal of the American Ceramic Society*, 8(1925) :493–504.
- [40] S Kruszewski. *Total Heat-Transmission Coefficients of Amber and Green Glasses in Temperatures of Melting Range*, *Journal of the American Ceramic Society*, 44,(7) :333– 339, 1961.
- [41] J Endrýs, A Blažek, and J Ederova. *Experimental determination of the effective thermal conductivity of glass by steady-state method*. *Glastechnische Berichte*, 66, (1993) : 151–157.
- [42] A Blažek and J Endrýs. *Review of thermal conductivity data - Part II : Thermal conductivity at high temperatures*. In *Review of thermal conductivity data*. Institut National du Verre, Charleroi, Belgique, 1983.
- [43] J van den Brink and M Rongen. *Thermal conductivity of glasses at high temperatures*. *Thermal Conductivity*, 22, (1997) 70–79.
- [44] H Kiyohashi, N Hayakawa, S Aratani, and H Masuda. *Thermal Conductivity Measurements of Float Glass at High Temperatures by Needle Probe Method*. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 108, (2000),381–386.
- [45] H Ohta, G Ogura, Y Waseda, and M Suzuki. *Thermal diffusivity measurements of molten salts using a three-layered cell by the laser flash method*. *Review of Scientific Instruments*, 61,(1990):2645–2649.
- [46] Y Maeda, H Sagara, R P. Tye, M Masuda, H Ohta, and Y Waseda. *A high temperature system based on the laser flash method to measure the thermal diffusivity of melts*. *International Journal of Thermophysics*, 17,(1996) :253–261.
- [47] Y Tada, M Harada, M Tanigaki, and W Eguchi. *Laser flash method for measuring thermal conductivity of liquids – application to low thermal conductivity liquids*. *Review of Scientific Instruments*, 49,(1978) :1305–1314.
- [48] Y Tada, M Harada, M Tanigaki, and W Eguchi. *Laser flash method for measuring thermal conductivity of liquids. application to molten salts*. *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals*, 20,(1981) :333–336,.
- [49] H Ohta, H Shibata, A Suzuki, and Y Waseda. *Novel laser flash technique to measure thermal effusivity of highly viscous liquids at high temperature*. *Review of Scientific Instruments*,72,(2001):1899.
- [50] S André and A Degiovanni. *A theoretical study of the transient coupled conduction and radiation heat transfer in glass : phonic diffusivity measurements by the flash technique*. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 38,(1998):3401–12.

- [51] M Lazard, S André, and D Maillet. *Diffusivity measurement of semi-transparent media : Model of the coupled transient heat transfer and experiments on glass, silica glass and zinc selenide*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 47(2004) :477– 87.
- [52] B Remy, D Maillet, S André Laser-flash *diffusivity measurement of diamond films* International journal of thermophysics 19, (1998), 951-959.
- [53] H. Q. Nguyen, B. Rémy, and A. Degiovanni. *Fast and Accurate Simplified Radiative Model for Modeling Coupled Heat Transfers in Glass Forming Process*. Advanced Materials Research, 39–40,(2008) : 575–578.
- [54] B Rémy and A. Degiovanni. *Parameters estimation and measurement of thermophysical properties of liquids*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 48,(2005),4103–4120.
- [55] B Remy and A Degiovanni. *Measurements of the Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity of Liquids. Part II: “Convective and Radiative Effects”*, International Journal of Thermophysics 27,(2006), 949-969.
- [56] H. Scholze. *Le verre : nature, structure et propriétés*. Institut du verre, Paris, France, 2ème édition,1980.
- [57] J Barton and C Guillemet. *Le verre – Science et technologie*. EDP Sciences, 2005.
- [58] R Marshak . *Note on the Spherical Harmonic Method As Applied to the Milne Problem for a Sphere*, Physical Review. 71,(1947), 443-446.
- [59] P Liley. *Thermophysical Properties of Ice/Water/Steam from –20°C to 50°C*. International Journal of Mechanical Engineering Education 32, (2006), 45-50.
- [60] H Liu, R Kitamura, X Xia, and L Pilon. *Conductive and Radiative Properties of Soda-Lime Silicate Glassmelts with Different Iron Contents from 1100 °CC to 1500 °C*. Journal of the American Ceramic Society, 99,(2016) :1271–1279.
- [61] Y Jannot, A Degiovanni and G Payet. *Thermal conductivity measurement of insulating materials with a three layers device*. 52, (2009), 1105-1111.
- [62] *Isolation thermique : Détermination de la résistance thermique et des propriétés connexes en régime stationnaire : Méthode de la plaque chaude gardée* ISO 8302:1991,(1991).
- [63] D Salmon. *Thermal conductivity of insulations using guarded hot plates, including recent developments and sources of reference materials*, Measurement Science and Technology. 12, 12 (2001).
- [64] B Hay, J Hameury, J Filtz, F Haloua, R Morice. *The metrological platform of LNE for measuring thermophysical properties of materials* High Temp. High Press. 39, 3 (2010).
- [65] *Isolation thermique : Détermination de la résistance thermique et des propriétés connexes en régime stationnaire : Méthode fluxmétrique*, Norme ISO 8301:1991 1991.
- [66] H Ebert and F Hemberger. *Intercomparison of thermal conductivity measurements on a calcium silicate insulation material* ,50, 2011, 1838-1844.
- [67] S Rosseland. *Theoretical Astrophysics ; Atomic Theory and the Analysis of Stellar Atmopsheres and Envelopes*. Clarendon Press, Oxford, 1936.
- [68] D Marquardt. *An algorithm for least squares estimation of non-linear parameters*. J. Soc.Ind. Appl. Math. 11 (1963) 431–41.
- [69] Y. Jannot and A. Degiovanni, *An improved model for the parallel hot wire: Application to thermal conductivity measurement of low density insulating materials at high temperature*, International Journal of Thermal Science 142 (2019) 379–391.
- [70] D Legendre, D De Girolamo and P Le Parlouer, *Détermination des capacités thermiques en fonction de la température par calorimétrie de chute*, Revue Francaise de Métrologie (2006).

- [71] M Roger, A Delmas and M Galthier. *Symbolic Monte Carlo method applied to the identification of radiative properties of a heterogeneous material*, Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer 249 (2020):107019.
- [72] S Mey-Cloutier. *absorbeur solaire volumique haute température à propriétés optiques contrôlées*. Thèse de l'Université de Perpignan, 2009 <https://www.theses.fr/2016PERP0014/document>.
- [73] M Sans, *Caractérisation des propriétés thermophysiques de mousses céramiques à haute température*, Thèse de l'Université de Lorraine, 2019 <https://www.theses.fr/2019LORR0192/document>.
- [74] M Boucher and F Streiff. *La chaleur fatale : Faits et chiffres*. Technical Report 8821, Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Énergie, 2017.
- [75] R Coquard, D Rochais and D Baillis. *Experimental investigations of the coupled conductive and radiative heat transfer in metallic/ceramic foams*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 52(2009):4907–4918.
- [76] C Zhao, T Lu, H Hodson, and J Jackson. *The temperature dependence of effective thermal conductivity of open-celled steel alloy foams*. Materials Science and Engineering : A, 367(2004) :123–131.
- [77] T Fiedler, E Solórzano, F Garcia-Moreno, A Öchsner, I Belova, and G Murch. *Lattice monte carlo and experimental analyses of the thermal conductivity of random-shaped cellular aluminum*. Advanced Engineering Materials, 11(2009) :843–847.
- [78] R Wulf, M Mendes, V Skibina, A Al-Zoubi, D Trimis, S Ray, and U Gross. *Experimental and numerical determination of effective thermal conductivity of open cell fecral-alloy metal foams*. International Journal of Thermal Sciences,(2014) 86 :95–103.
- [79] M Fetoui, F Albouchi, F Rigollet, and S Nasrallah. *Highly porous metal foams : effective thermal conductivity measurement using a photothermal technique*. Journal of Porous Media,2009, 12(10).
- [80] J Howell. *Application of monte carlo to heat transfer problems*. In Advances in heat transfer, 5(1969), 1–54.
- [81] H Bal, Y Jannot, N Quenette, A Chenu, and S Gaye. *Water content dependence of the porosity, density and thermal capacity of laterite based bricks with millet waste additive*. Construction and Building Materials, 31, 2012 :144–150.
- [82] Tancrez and J Taine. *Direct identification of absorption and scattering coefficients and phase function of a porous medium by a Monte Carlo technique*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 47(2004) :373–383.
- [83] Y Dauvois. *Modélisation du transfert thermique couplé conductif et radiatif au sein de milieu fibreux portés à haute température*. Thèse de doctorat, École Centrale Supélec, 2016.
- [84] M Modest. *Radiative Heat Transfer*. Academic press. (2013)
- [85] Y Zhang, O Gicquel, and J Taine. *Optimized Emission-based Reciprocity Monte Carlo Method to speed up computation in complex systems*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 55(2012) :8172–8177, 2012.
- [86] R Viskanta and R Grosh. *Heat transfer by simultaneous conduction and radiation in anabsorbing medium*. Journal of Heat Transfer, 84(1962) :63–72.
- [87] S Mishra, A Lankadasu, and K Beronov. *Application of the lattice Boltzmann method for solving the energy equation of a 2-D transient conduction–radiation problem*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 48(2005) :3648–3659.

- [88] F Asllanaj, G Parent, and G Jeandel. Transient Radiation and Conduction Heat Transfer in a Gray Absorbing-Emitting Medium Applied on Two-Dimensional Complex-Shaped Domains. *Numerical Heat Transfer, Part B : Fundamentals*, 52(2007):179–200.
- [89] S Guévelou. *Caractérisation des propriétés thermo-radiatives de mousses à structure numériquement contrôlée : vers le design d'absorbeurs solaires*. Thèse de doctorat, Université de Nantes Angers Le Mans, 2015. <https://archive.bu.univ-nantes.fr/pollux/show/show?id=c466828e-38ff-4587-93c6-fb3b0099a5f0>.
- [90] L Ibarrart. *Description en espaces de chemins et méthode de Monte Carlo pour les transferts thermiques couplés dans les structures fluides et solides, une approche compatible avec l'informatique graphique*, Thèse de l'école des Mines d'Albi Carmaux, 2020 <https://www.theses.fr/2020EMAC0009/document>.
- [91] S Andre, *Identification de la diffusivité phonique du verre par méthode flash de 20°C à 500°C*, Thèse de l'institut Polytechnique Nationale de Lorraine. 1992 http://docnum.univ-lorraine.fr/public/INPL_T_1992_ANDRE_S.pdf.
- [92] T Pierre. *Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible*, Thèse de l'Université de Lorraine 2007 <https://www.theses.fr/2007INPL096N/document>.
- [93] C Rodiet. *Mesure de Température par Méthodes Multi-Spectrales et Caractérisation Thermique de Matériaux Anisotropes par Transformations Intégrales : « Aspects Théoriques et Expérimentaux »*, Thèse de l'Université de Lorraine 2014 <https://www.theses.fr/2014LORR0283/document>.
- [94] L Dejaeghere, T Pierre, M Carin, P Le Masson, M Courtois. *Design and development of an induction furnace to characterize molten metals at high temperatures*. *High Temperatures--High Pressures*, 47(1) (2017), 23–49.
- [95] M Sheindlin, D Staicu, C Ronchi, L Game-Arnaud, B Remy, A Degiovanni, *Experimental determination of the thermal conductivity of liquid UO₂ near the melting point*, *J. Appl. Phys.* 101 (2007) 0–9.
- [96] V Schick, B Remy, A Degiovanni, F Demeurie, J Meulemans and P Lombard. *Measurement of Thermal Conductivity of Liquids at High Temperature*, *Journal of Physics: Conference Series*, (2012), 395-1, 012078.
- [97] W Chaze. *Transferts de chaleur et de masse lors de l'impact d'une goutte sur une paroi chaude en régime d'ébullition en film : application de diagnostics optiques et modélisation* Thèse de l'Université de Lorraine, (2017).
- [98] L Henet, D Holland, M Weber and A Meyer. *Chapter 10 - High-Temperature Levitated Materials* *Experimental Methods in the Physical Sciences* 49, (2017), 583-636.
- [99] T Loussouarn. *Maîtrise de la thermique des fours de maintien en fonderie* Thèse de l'Université de Lorraine, (2018).
- [100] B Remy, A Degiovanni. *International Journal of Thermal Science An alternative to heat transfer coefficient: A relevant model of heat transfer between a developed fluid flow and a non-isothermal wall in the transient regime* 102, (2016), 62-77.
- [101] J Gardarein, J Gaspar, Y Corre, S Devaux, F Rigollet, G Arnoux, C Le Niliot. *Inverse heat conduction problem using thermocouple deconvolution: application to the heat flux estimation in a tokamak*. 21(2013), :854-864.
- [102] B Sahnoun, B Rémy, V Schick, A Lopez and R Guilbaut. *Modélisation et simulation du transfert thermique verre-moule dans un procédé de soufflage verrier* Congrès de la Société Française de thermique, Nantes, (2019).
- [103] A Oliveira, C Zacharie, B Remy, V Schick, D Marechal, J Teixeira, S Denis, and M Gradeck. *Inverse ARX (IARX) method for boundary specification in heat conduction problems*. *International Journal of Heat and Mass Transfer*,(2021), 180:121783.

Annexe 1

Experimental characterization of the coupled conductive and radiative heat transfer in ceramic foams with a flash method at high temperature

Morgan Sans, Vincent Schick, Gilles Parent, Pr*, Olivier Farges

Laboratoire Energies et Mécanique Théorique et Appliquée (LEMTA), Université de Lorraine - CNRS, UMR 7563, Vandoeuvre-lès-Nancy 54505, France

ARTICLE INFO

Keywords:

Monte-Carlo method
Heat conduction
Thermal radiation
Flash method measurement
Equivalent thermal conductivity
Ceramic foams
Equivalent optical thickness

ABSTRACT

During recent decades, numerous studies on ceramic foams improved their efficiency and made their use possible in a myriad of engineering applications. Some studies showed that a good understanding of the link between structural parameters (porosity, pore diameter, or tortuosity) and thermal properties could lead to a better system performance. Ceramic foams are often used at high temperatures, where radiation plays an important role. This paper explores, both conductive and radiative heat transfers in such media, using a flash method experiment. The direct model developed is based on the resolution of the Energy Balance Equation (EBE), solved by a Finite Volume Method and the Radiative Transfer Equation (RTE), computed with an Optimized Emission Reciprocity Method (OERM). An inversion procedure made it possible to simultaneously characterize both equivalent conductivity for conduction and equivalent optical thickness for radiation of structured and random foams with different pore size distributions at 800 °C. Results showed that the influence of each heat transfer mode can be characterized separately with single experiment and a good agreement was found between the developed model and the experimental measurements. Radiative transfers can be described by a single equivalent, Beerian and gray extinction coefficient dependings strongly on the size of the cells and the organization of the solid matrix. The equivalent conductivity depends on the porosity, the ceramic constituting the solid matrix, the organization of the porous medium and the internal porosity. We estimated the associated equivalent total and radiative conductivities, allowing the quantification of the conduction/radiation ratio, for a wide variety of structures.

1. Introduction

Due to their numerous interesting thermal, mechanical and optical properties, open-cell foams are commonly used in different engineering applications [1]. A wide diversity of materials, geometries and structural parameters makes it possible to cover many processes, such as porous burners [2,3], insulators [4,5], heat exchangers [6–8], volumetric solar absorbers [9,10], catalysis [11,12] or gas-phase heat recovery [13].

Many coupled physicals phenomena, such as conduction, convection, transport, radiation or chemical reaction depend on the geometry of the foam, which can play an important role in the efficiency of the system. For example, Chavez et al. [14] showed that higher porosities lead to a higher temperature and thus better energy conversion, while [15] demonstrated that low cell sizes

improve convective exchanges within the foam. In order to design and study a system that includes a porous medium with a complex geometry, a numerical solver can be used. However, the computation time needed to obtain a precise solution can be lengthy. Nevertheless, this problem can be simplified by considering foam as a homogeneous medium with equivalent properties.

Equivalent Thermal Conductivity (ETC) represents the overall thermal diffusion through the media, which includes conduction and radiation in the solid phase and conduction, convection and radiation in the fluid phase. ETC estimation was widely studied in the literature [16]. Models developed provide analytical solutions, essentially based on the structural parameters, empirical analysis and numerical computations.

Theoretically, in the simplest case, assuming that the fluid and solid phase are parallel or perpendicular to the heat flux, two asymptotic models are written as:

$$\lambda_{\perp} = \epsilon \cdot \lambda_f + (1 - \epsilon) \cdot \lambda_s \quad \frac{1}{\lambda_{\parallel}} = \frac{\epsilon}{\lambda_f} + (1 - \epsilon) \frac{1}{\lambda_s} \quad (1)$$

* Corresponding author.

E-mail address: gilles.parent@univ-lorraine.fr (G. Parent).

Nomenclature

Latin Symbols

ΔR	distance traveled through an element(m)
C_p	specific heat (J Kg ⁻¹ K ⁻¹)
K	adjustment parameter (–)
P_q	power carried by the quantum(W)
S	surface(m ²)
S_r	radiative volumic source term (W m ⁻³)
V	volume(m ⁻³)
DL	digital levels (–)
D_{cell}	cell size of the foam (m)
T	temperature (K)
t	time (s)
\bar{q}	heat flux density (W m ⁻²)
I	radiant intensity (W m ⁻² sr ⁻¹ Hz ⁽⁻¹⁾)
\vec{R}	vector coordinate (m)
r	radial coordinate (m)
z	axial coordinate (m)
\vec{n}	unit normal vector (–)
h	convective heat transfer coefficient (W m ⁻² K ⁻¹)
R	radius of the sample (m)
L	thickness of the system (m)
Δt	interval of time (s)
Δr	size of the discretised volume along the radial dimension (m)
Δz	size of the discretised volume along the axial dimension (m)
N	number of element
P	radiative power (W)
J	cost function
N_r	number of spatial discretization along the radial axis
N_z	number of spatial discretization along the axial axis
N_t	number of time discretization
\underline{D}	diagonal matrix
\bar{S}	sensitivity
\bar{T}	space averaged temperature (K)
a	thermal diffusivity (m ² s ⁻¹)
e	thickness of the soleplate (m)
e_{foam}	thickness of the foam sample (m)

Greek Symbols

α	structural parameter of the inversion
λ	thermal conductivity (W m ⁻¹ K ⁻¹)
σ_b	standard deviation of the noise
ρ	density (Kg m ⁻³)
$\vec{\Omega}$	direction (–)
ν	frequency (Hz)
κ_a	absorption coefficient (m ⁻¹)
κ_d	scattering coefficient (m ⁻¹)
β	extinction coefficient (m ⁻¹)
Ω	solid angle (sr)
ϕ	excitation heating power (W m ⁻²)
σ	Stefan-Boltzmann constant (W m ⁻² K ⁻⁴)
ε	emissivity (–)
Γ	domain
$\partial\Gamma$	contour
Φ	scattering phase function (–)
μ	relaxation coefficient (–)
ϵ	foam porosity (–)
θ	normalized temperature (–)
τ	optical thickness ($\tau = \beta \cdot e_{foam}$) (–)

Subscripts

eff	effective
c	conduction
r	radiation
ν	spectral
s	solid
wa	wall
f	fluid
sp	specular
ref	reference
ext	external part of the sample
t	total
tot	equivalent total (conduction and radiation) property
foam	equivalent property of the foam
sole	soleplate
∞	environment
i	computed volume or surface elements
j	other volume or surface elements of the domain
max	maximum
opt	optimal
min	minimum
n	n th parameter of the inversion
exp	from experiment
mod	from model
bulk	struts
conv	convection

Superscripts

bb	blackbody
k	at k th iteration in time
e	emitted
ea	emitted and absorbed
p	at p th iteration of the inversion
OERM	Optimized Emission Reciprocity Method
exch	exchanged
r, z	radial and axial

On the one hand, Miller [17] proposed an extension of this asymptotic approach in the case of a discontinuous phase. Moreover, Hashin et al. [18] suggested an equivalent mathematical model (i.e., an upper and lower bound model), which is more realistic for an isotropic two-phase material. However, both models assume that one of the dispersed phases is not inter-connected. Landauer's Effective Medium Theory [19], which considers a two-phase randomly distributed situation, proposed a more general formulation. Yet, these models are still not applicable to an open-cell medium.

On the other hand, many authors presented models based on a unit-cell approach. In these models, the structure of the foam is assumed ideal and is described with a unitary pattern, which is repeated infinitely. Hence, slice by slice, the effective thermal resistance of the foam is computed as the sum of all the equivalent thermal resistances. This principle was developed for many different unit-cell geometries. For example, a 3-D cubic cell unit study was proposed by Paek et al. [20], while Hsu et al. investigated a packed bed sphere [21]. Moreover, it was widely demonstrated that an open-cell foam can be represented by a polyhedron, such as a tetrakaidecahedron. In 2-D geometry, Calmidi et al. [22] and Bhattacharya et al. [23] proposed a semi-analytical model with either square nodes or spherical nodes, joined by a solid ligament. Similarly, Boomsma and Poulikakos [24] extended the resolution to three dimensions with cubic nodes, joined by cylindrical struts. This last model was found to be in good agreement with experimental data for high porosity aluminum foams, filled with air or water. Moreover, the analysis demonstrated that cell size has no influence on the ETC. The conductivity of the solid phase and the

shape of the struts are the two parameters with the most important roles.

Experimental and numerical studies at ambient temperature were then performed to explore the validity of the theoretical models described above. An empirical correlation was suggested by fitting either numerical computation data or experimental data. Singh and Kasana [25] used the data from Boomsma et al. [24] and expressed effective thermal conductivity as a product of serial and parallel conductivities: $\lambda_{\text{eff}} = \lambda_{\parallel}^F \cdot \lambda_{\perp}^{(1-F)}$. The empirical constant F adjusts the fraction of solid in the direction of the heat flux and depends on the fluid phase. However, it would be relevant to determine the range of applicability and the possible discrepancies. Coquard and Bailly [26] developed a numerical finite volume method, in order to compute the thermal behavior of open or closed 3-D structures from a tomographic image. This study showed that the shape of the cell and the shape of the cross section have no influence on the heat transfer. However, it confirmed the findings of the previous studies suggesting that the ETC is not only dependent on porosity. In view of the above, a very great deal of literature is available on the study of equivalent thermal properties of heterogeneous media. Interested readers can refer to [16] a recent review of the subject, which gives a broad overview of the studied geometries in different scopes of validity.

Applications of ceramic and metal foams often involve high temperatures, at which radiative transfer plays a leading role. The description of radiative transfer in such media has mostly been studied independently of the other physical phenomena. The identification of the equivalent optical properties can be computed by analytical method, projection method or Monte Carlo Method [27,28]. Tancrez and Taine [29] proposed the Radiative Distribution Function Identification (RDFI), which allows the determination of the equivalent radiative properties of the medium. For this purpose, rays are drawn randomly into the medium and a mean free path is deduced from it. With the same objective, Guévelou et al. [30] used a Monte Carlo Ray Tracing (MCRT) method to compute the normal spectral emittance of numerically-generated α -SiC foams. Loretz et al. [31] proposed a numerical method based on transmittance, absorbance and reflectance measurement to calculate the equivalent radiative properties.

In addition, the characterization of radiative transfers in porous media and the associated modelling are often handled separately from other modes of heat transport. However, the experimental methods currently used for high temperature characterization on these media do not allow the separation of conduction transfers from radiation transfers. This is due to the stationary aspect of these methods such as the hot guarded plate or hot plane. Only an equivalent total conductivity could be estimated. The estimation of the influence of each transfer mode requires the use of an approximation such as Rosseland's. As highlighted by Mendes et al. [32], such an approximation is not always valid and a significant bias can be observed. These authors identified an equivalent extinction coefficient using a ray-tracing method and showed that the radiative conductivity according to Rosseland overestimates the experimentally measured radiative conductivity. This type of observation was also observed by the same authors by applying a hot plate method using a complete numerical approach [33]. Hence, as explained by Baillis et al. [34], the experimental characterization of the conductive and radiative properties of solid foams at high temperature remains an unsolved problem and an interesting scientific challenge.

Transient characterization methods such as the flash method appear a potentially interesting way forward thanks to their ability to identify several parameters describing different heat transfer modes. The characterization procedure requires the use of a fast and accurate coupled model. Concerning characterization of semi-transparent media, Lazard et al. [35] first proposed a com-

plete procedure to estimate the so-called phononic conductivity of silica glass. Moreover, Schick et al. [36] investigated properties of liquid glass at high temperatures with a 3-D model. Niezgodá et al. [37] applied the method more specifically to the study of a silica aerogel and other thermal insulators. However, the possibility of accurately identifying conductive and radiative transfers depends on the experimental and on the different parameters of the problem. These latest studies have shown that the identification of radiative properties was difficult due to a lack of sensitivity or to correlations between parameters. However, for the first time, Coquard et al. [38] characterized both equivalent conductivity and optical thickness simultaneously using a flash method. This work investigated metallic/ceramic foams (NiCrAl, Fecralloy, Mullite and Zirconia) with small cell sizes (< 1.4 mm) over a temperature range of 296 K–673 K.

In the present paper, we applied a flash method for different ceramic foams up to 1073 K. A wide variety of geometries (structured and random) or structural parameters (cell size, porosity or organization of the solid matrix) were investigated. Moreover, a direct model, which solves Radiative Transfer Equation (RTE) using an Optimized Emission Reciprocity Method (OERM) was developed and allowed a fast and accurate calculation of the solution.

2. Methods

We assumed that the thermal and optical properties of the foam can be homogenized. Hence, the foam is comparable to a semi-transparent medium characterized by an equivalent conductivity and an equivalent extinction coefficient. The characterization procedure and the experimental set up were based on the flash method. The studied foam was placed between two opaque soleplates inside a furnace at a given temperature. A CO₂ laser provided a heat excitation on the front face of the sample, while the temporal evolution of the temperature on the rear face (thermogram) was measured with an infrared camera. The inversion procedure estimates the set of parameters which minimizes the discrepancy between the model and the experiment.

The next part of this paper details, governing equations and boundary conditions. We then explain the numerical model that allows the physical problems to be solved. Finally, the principle of the inversion technique and identifiability of parameters are presented.

2.1. Governing equations

Their good mechanical, thermal and optical properties of ceramic foams mean that they are often used for high temperature applications (800 K to 1300 K). At such high temperatures, radiation becomes the dominant heat transfer mode. Thus, we consider that a foam is a participating medium where absorbing, emitting and possibly scattering phenomena occur. During a flash method experiment, only a very low increase of the equilibrium temperature T_{∞} on the rear face (1 K to 2 K) is necessary. We can therefore assume that there is no thermal dependence of the parameters in this small temperature range. The first soleplate, which is opaque and grey, absorbs the excitation and homogenizes the heat flux. The second one, made of the same medium, makes it possible to measure the space averaged temperature of the rear face. Heat conduction through the soleplates is described by the Energy Balance Equation (EBE), with the assumption that their properties are homogeneous and isotropic:

$$(\rho C p)_{\text{sole}} \frac{\partial T}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{q}_c \quad (2)$$

The conductive flux is related to the temperature according to the well-known Fourier's law:

$$\vec{q}_c = -\lambda \vec{\nabla} T \quad (3)$$

In order to describe a participating medium, the radiative transfer is taken into account through the divergence of the radiative flux \vec{q}_r . In this case, the EBE becomes:

$$(\rho C p)_{\text{foam}} \frac{\partial T}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot (\vec{q}_c + \vec{q}_r) = -\vec{\nabla} \cdot \vec{q}_c + S_r \quad (4)$$

where $S_r = -\vec{\nabla} \cdot \vec{q}_r$ is the radiative volumetric source term. Let us note that no heat flux through air, due to convection or conduction, is considered because the experiment is performed in a vacuum.

The divergence of the radiative flux term is equivalent to an internal source, which quantifies gain/loss of energy due to radiative exchanges. According to the vector coordinate \vec{R} , the radiative heat flux corresponds to the integration of the intensity $I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega})$ over all wavelengths and directions:

$$\vec{q}_r(\vec{R}) = \int_{\nu} \int_{\Omega=4\pi} I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega}) \vec{\Omega} d\Omega d\nu \quad (5)$$

The divergence of \vec{q}_r is computed as:

$$S_r = \vec{\nabla} \cdot \vec{q}_r = \vec{\nabla} \cdot \int_{\nu} \int_{\Omega=4\pi} I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega}) \vec{\Omega} d\Omega d\nu \quad (6)$$

$$= \int_{\nu} \kappa_{\text{av}} \left(4\pi I_\nu^{\text{bb}}(T) - \int_{\Omega=4\pi} I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega}) d\Omega \right) d\nu \quad (7)$$

The intensity is determined with the Radiative Transfer Equation (RTE) [39]:

$$\vec{\Omega} \cdot \vec{\nabla} I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega}) = -\beta_\nu I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega}) + \kappa_{\text{av}} I_\nu^{\text{bb}}(T(\vec{R}, t)) + \frac{1}{4\pi} \int_{\Omega'=4\pi} \kappa_{\text{dv}} \Phi_\nu(\vec{\Omega}' \rightarrow \vec{\Omega}) I_\nu(\vec{R}, \vec{\Omega}') d\Omega' \quad (8)$$

where κ_{dv} , κ_{av} and β_ν are the spectral scattering, absorption and extinction coefficients, respectively. Because of the high speed interaction of the radiative transfer compared with conductive transfer, intensity is not dependent on time explicitly but implicitly via the temperature field $T(\vec{R}, t)$.

In the case of an opaque wall, the radiative boundary condition is written as:

$$I_\nu(\vec{R}_{\text{wa}}, \vec{\Omega}) = \varepsilon_\nu I_\nu^{\text{bb}}(T(\vec{R}_{\text{wa}})) + \rho_{\text{sp}} I_\nu(\vec{R}_{\text{wa}}, \vec{\Omega}') + \frac{\rho_{\text{d}}}{\pi} \int_{\Omega' \cdot \vec{n} < 0} I_\nu(\vec{R}_{\text{wa}}, \vec{\Omega}') |\vec{\Omega}' \cdot \vec{n}| d\Omega' \quad (9)$$

where ε_ν , ρ_{sp} , ρ_{d} and \vec{n} are the spectral emissivity, specular reflectivity, scattering reflectivity and the outward unit normal vector of the surface, respectively.

This transient problem requires an initial condition. At the beginning ($t = 0$), the sample is at thermal equilibrium at the desired temperature T_∞ :

$$T(\vec{R}, 0) = T_\infty \quad \forall \vec{R} \quad (10)$$

Then, the CO₂ laser generates a time and space-dependent excitation, entirely absorbed by the first soleplate. All external surfaces exchange with the environment. At high temperature, the major heat loss is due to radiative transfer. In the case of a slight increase in temperature, radiative losses are linearized:

$$\varepsilon \sigma (T_{\text{ext}}^4 - T_\infty^4) \simeq 4\varepsilon \sigma T_{\text{ref}}^3 (T_{\text{ext}} - T_\infty) = h_r (T_{\text{ext}} - T_\infty) \quad (11)$$

Hence, the boundary condition is defined with a total exchange coefficient $h_t = h_r + h_{\text{conv}}$, including both transfers and $T_{\text{ref}} = (T_{\text{ext}} + T_\infty)/2$ the reference temperature.

The investigated samples were cylindrical (see Fig. 1). Assuming invariance along the angle coordinate, we solved the system

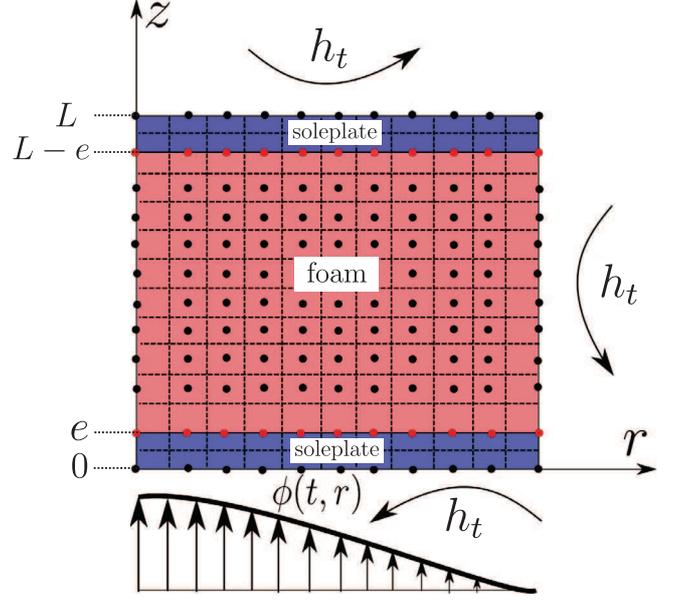


Fig. 1. Flash method multilayer 2-D in cylindrical coordinates system.

of equations in a cylindrical coordinate system with $\vec{R} = r\vec{e}_r + z\vec{e}_z$ where r is the radial coordinate and z the axial coordinate. At both horizontal interfaces between the soleplates and the environment, the heat flux balance leads to

$$-\lambda_{\text{sole}} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)_{z=0} = h_t (T(r, 0, t) - T_\infty) + \phi(r, t) \quad \forall r \quad (12)$$

$$-\lambda_{\text{sole}} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)_{z=L} = -h_t (T(r, L, t) - T_\infty) \quad \forall r \quad (13)$$

At the interfaces between the soleplates and the foam, we assumed that there was no thermal contact resistance. Heat flux continuity is then written as:

$$-\lambda_{\text{sole}} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)_{\text{sole}, z=e} = -\lambda_{\text{foam}} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)_{\text{foam}, z=e} + (\vec{q}_r \cdot \vec{n})_{z=e} \quad \forall r \quad (14)$$

and:

$$-\lambda_{\text{sole}} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)_{\text{sole}, z=L-e} = -\lambda_{\text{foam}} \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right)_{\text{foam}, z=L-e} + (\vec{q}_r \cdot \vec{n})_{z=L-e} \quad \forall r \quad (15)$$

At the lateral side of the cylinder, boundary conditions for the soleplates at the radius $r = R$ are as follows:

$$-\lambda_{\text{sole}} \left(\frac{\partial T}{\partial r} \right)_{r=R} = -h_t (T(R, z, t) - T_\infty) \quad \forall z \in [0; e] \cup [L-e; L] \quad (16)$$

and for the foam:

$$\begin{aligned} -\lambda_{\text{foam}} \left(\frac{\partial T}{\partial r} \right)_{r=R} \\ = -h_t (T(R, z, t) - T_\infty) + (\vec{q}_r \cdot \vec{n})_{r=R} \quad \forall z \in [e; L-e] \end{aligned} \quad (17)$$

2.2. Models

The set of equations described above is solved with two different methods. The first one, applied to the EBE, is deterministic,

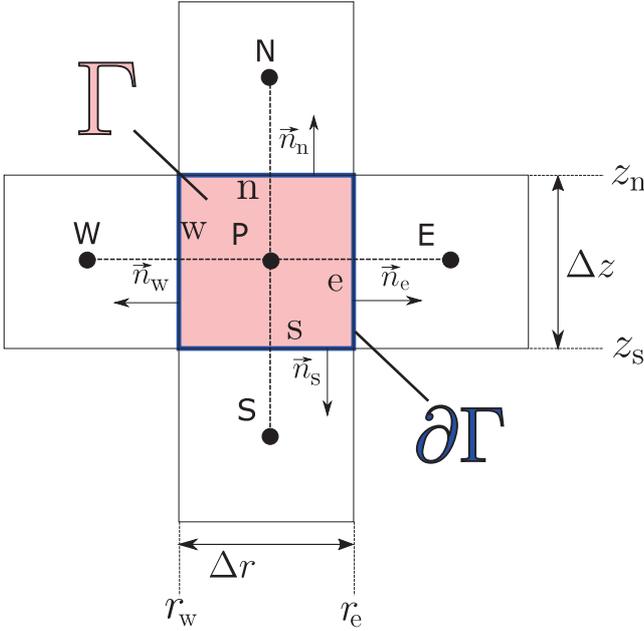


Fig. 2. Control Volume for volumic nodes.

while the second one, applied to the RTE, is stochastic. The principle is to compute the temperature field at a discretized time t^k with a finite volume method. Then, the temperature field is transmitted as an input to the RTE solver. A Monte-Carlo method estimates the energy exchanges due to the radiative interaction and returns the radiative source term for all volume and surface elements. Finally, the temperature is computed at a new time step t^{k+1} . This procedure, which aims to evaluate a radiation intensity field from the previous time step, corresponds to a weak coupling between EBE and RTE is a commonly made assumption [40].

2.2.1. Solving the energy balance equation

In order to solve the EBE, the domain Γ is discretized into $N_r \times N_z$ control volume nodes. As shown in Fig. 2, we developed a cell-centered scheme based on a structured mesh. The temperature is assumed constant in the control volume. The Finite Volume Method is based on the calculation of the EBE at each node. For the nodes included in the semi-transparent medium, Eq. (4) is rewritten as:

$$\int_{\Gamma} \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} d\Gamma = - \left(\int_{\Gamma} \vec{\nabla} \cdot \vec{q}_c d\Gamma - \int_{\Gamma} S_r d\Gamma \right) \quad (18)$$

and with the application of Green-Ostrograski theorem:

$$\int_{\Gamma} \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} d\Gamma = - \left(\int_{\partial\Gamma} \vec{q}_c \cdot \vec{n} d(\partial\Gamma) - \int_{\Gamma} S_r d\Gamma \right) \quad (19)$$

where $\partial\Gamma$ is the contour of the elementary domain Γ . If we integrate over the surface, we obtain:

$$\pi (r_e^2 - r_w^2) \Delta z \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = 2\pi (r_w q_w^r - r_e q_e^r) \Delta z + \pi (r_e^2 - r_w^2) (q_s^z - q_n^z) + \pi (r_e^2 - r_w^2) \Delta z S_{r,p} \quad (20)$$

All boundary conditions appear in the heat flux term q_m^l with $l = (r, z)$ and $m = (w, e, n, s)$. The detailed set of equations is not given for the sake of readability. Then, a first order backward time-step discretization (Implicit Euler scheme) was chosen. For an in-

ternal node with no boundary condition, the following relation can be written:

$$\frac{T_P^{k+1} - T_P^k}{\Delta t} = \frac{2a}{\Delta r (r_e^2 - r_w^2)} (r_e (T_E^{k+1} - T_P^{k+1}) - r_w (T_P^{k+1} - T_W^{k+1})) + a \left(\frac{T_N^{k+1} - T_P^{k+1}}{\Delta z^2} - \frac{T_P^{k+1} - T_S^{k+1}}{\Delta z^2} \right) + \frac{1}{\rho C_p} S_{r,p}^k \quad (21)$$

where $a = \lambda / \rho C_p$ is the thermal diffusivity. Hence, all nodes are scanned and the associated thermal value (soleplate or foam) is attributed. Finally, the temperature field at the time step $k+1$ is estimated by solving the set of equations such as Eq. (21) at each node.

2.2.2. Solving the radiative transfer equation

The term $S_{r,i}$, quantifying the radiation interaction in the cell i , is computed using an improved Monte-Carlo Method (MCM). During the past decade, the MCM appeared to be one of the reference methods for solving the RTE. The main idea of this method is to send a large amount of "Energy carriers", called quanta, to compute the radiative exchange between the cells. In Eq. (7), the first term represents the energy sent from a cell i to the rest of the domain (emission of radiation by the cell) while the second term corresponds to the energy provided to the cell i (absorption of radiation by the cell). For the sake of simplicity, the spatial discretization is the same as that described in the previous section (Section 2.2.1). Moreover, if i is the cell in which the radiative source term is computed, j represents all the other cells of the domain. Hence, the energy balance of a cell i of volume V_i is determined as:

$$S_{r,i} V_i = \sum_{j=0}^N \int_{\nu_{\min}}^{\nu_{\max}} (P_{ij,\nu}^{ea} - P_{ji,\nu}^{ea}) d\nu = P_i^e - \sum_{j=0}^N \int_{\nu_{\min}}^{\nu_{\max}} P_{ji,\nu}^{ea} d\nu \quad (22)$$

where $P_{ij,\nu}^{ea}$ is the spectral radiative power emitted by the cell i and absorbed by the cell j , and P_i^e is the total radiative power, emitted by the cell i . The frequencies ν_{\min} and ν_{\max} were chosen to take into account 99% of the emission of the blackbody. Eq. (22) simply expresses the balance between the energy emitted and absorbed in one cell. For a boundary element of surface S_i , the net radiative flux exchanged at the interface is computed as:

$$(\vec{q}_r \cdot \vec{n})_i S_i = \sum_{j=0}^N \int_{\nu_{\min}}^{\nu_{\max}} (P_{ij,\nu}^{ea} - P_{ji,\nu}^{ea}) d\nu = P_i^e - \sum_{j=0}^N \int_{\nu_{\min}}^{\nu_{\max}} P_{ji,\nu}^{ea} d\nu \quad (23)$$

The emission power of a volume element i is computed as:

$$P_{iV}^e = \int_0^{+\infty} \int_V 4\pi \kappa_{av} I_v^{bb}(T_i) dV d\nu \quad (24)$$

whereas the power emitted at a boundary element is expressed as:

$$P_{iS}^e = \int_0^{+\infty} \int_S \pi \varepsilon_v I_v^{bb}(T_i) dS d\nu \quad (25)$$

Each quantum carries the same fraction of this power, and is attenuated in the medium according to the Beer-Lambert law. Hence, the power exchanged between the nq^{th} quantum emitted by i and the crossed cell j is:

$$P_{ij,\nu,nq}^{\text{exch}} = P_q(\vec{R}_1) - P_q(\vec{R}_2) = P_q(\vec{R}_1) (1 - \exp(-\kappa_{av} \Delta R)) \quad (26)$$

where \vec{R}_1 and \vec{R}_2 are the entry and exit position of the crossed cell, respectively, P_q is the carried power, and ΔR is the distance travelled through the cell j . The power lost by the nq^{th} quantum corresponds to a power gain for the cell j . Let us note that in such a cylindrical coordinates system, a cell takes the form of a ring with a square section.

This approach is called Forward Method (FM). Improved Monte-Carlo Methods make it possible to greatly reduce the number of quanta needed to achieve a given precision. Hence, based on the radiation reciprocal principle, which includes aspect ratio and radiative energetic exchange, Absorption Reciprocity Method (ARM) and Emission Reciprocity Method (ERM) were proposed [41]. However, it was demonstrated that some discrepancies are possible while computing the divergence term in cold regions of the domain. Hence, Zhang et al. [42] proposed an extended method, named Optimized Emission Reciprocity Method (OERM), based on a preferential random sampling of the spectral distribution of the hottest cell of the domain. We chose this formulation for our study. Then, the divergence of the radiative flux can be computed according to:

$$S_{r,i}^{\text{OERM}} V_i = P_i^e(T_{\text{max}}) \sum_{j=0}^N \int_{v_{\text{min}}}^{v_{\text{max}}} \left(1 - \frac{I_v^{\text{bb}}(T_j)}{I_v^{\text{bb}}(T_i)}\right) \left(\frac{I_v^{\text{bb}}(T_i)}{I_v^{\text{bb}}(T_{\text{max}})}\right) dv \quad (27)$$

where $P_i^e(T_{\text{max}})$ is the total power, emitted by the highest temperature of the domain. The methods based on the emission are very convenient. Indeed the term $S_{r,i}$ can be computed with quanta sent from i alone. Unlike methods based on absorption, it is no longer necessary to scan all the cells, to compute all the radiative source, each can be calculated one after the other. Moreover, we can impose a convergence criterion for each cell, in order to control the accuracy of the estimated value. Hence, the number of realizations is not fixed. When this criterion is reached, the algorithm evaluates the radiative source term in the next cell. The procedure ends when the radiative source term is computed in all cells.

2.2.3. Inversion method: Levenberg-Marcquardt algorithm

The inversion method principle is based on the fitting of the temporal evolution of the temperature $T_{\text{mod}}(t)$ on the rear face ($z = L$), given by the model, and the corresponding data $T_{\text{exp}}(t)$ measured experimentally. The main idea is to minimize the cost function J , which quantifies the sum of the quadratic differences between the two curves:

$$J = \sum_{k=1}^{N_t} (T_{\text{exp}}(t^k) - T_{\text{mod}}(t^k))^2 \quad (28)$$

The temporal evolution given by the model depends on a set of parameters $\alpha = [\alpha_1, \dots, \alpha_n, \dots, \alpha_N]$. Hence, any of the quantities defining the geometry, properties of the media and all predisposed assumptions have an impact on the final result. The principle of the inversion is to determine the optimal set of parameters, which provides the best match:

$$J_{\text{min}} = J(\alpha_{\text{opt}}) = \sum_{k=1}^{N_t} (T_{\text{exp}}(t^k) - T_{\text{mod}}(\alpha_{\text{opt}}, t^k))^2 \quad (29)$$

The system to solve in order to optimize the set of parameters is:

$$\frac{\partial J_{\text{min}}}{\partial \alpha_n}(\alpha_{\text{opt}}) = \sum_{k=1}^{N_t} \left[(T_{\text{exp}}(t^k) - T_{\text{mod}}(\alpha_{\text{opt}}, t^k)) \frac{\partial T_{\text{mod}}}{\partial \alpha_n} \right] = 0 \quad (30)$$

which can also be written as:

$$\alpha_{\text{opt}} = (\underline{\underline{S}}^T \underline{\underline{S}})^{-1} \underline{\underline{S}}^T (T_{\text{exp}} - T_{\text{mod}}) \quad (31)$$

where $\underline{\underline{S}}$ is the sensitivity matrix. The sensitivity of a parameter α_n is computed with a centered scheme:

$$S(\alpha_n, t) = \frac{\partial T_{\text{mod}}(\alpha_1, \dots, \alpha_n, \dots, \alpha_N, t)}{\partial \alpha_n} \sim \frac{T_{\text{mod}}(\alpha_1, \dots, \alpha_n + d\alpha_n, \dots, \alpha_N, t) - T_{\text{mod}}(\alpha_1, \dots, \alpha_n - d\alpha_n, \dots, \alpha_N, t)}{2d\alpha_n} \quad (32)$$

However, due to the non-linearity of the studied problem, the computation of the optimum set of parameters is obtained iteratively.

Eq. (31) then becomes:

$$\alpha^{p+1} = \alpha^p + (\underline{\underline{S}}^T(\alpha^p) \underline{\underline{S}}(\alpha^p) + \mu^p \underline{\underline{D}}^p)^{-1} \underline{\underline{S}}^T(\alpha^p) (T_{\text{exp}} - T_{\text{mod}}(\alpha^p)) \quad (33)$$

where μ^p is a relaxation coefficient, $\underline{\underline{D}}^p$ is a diagonal matrix and p the iteration index of the inversion procedure. Eq. (33) is known as the Levenberg-Marcquardt method [43].

The inversion algorithm is stopped when the cost function between two iterations $|J^{p+1} - J^p|$ is lower than the convergence criterion.

2.2.4. Parameters selection

At each iteration, the so-called information matrix ($\underline{\underline{S}}^T(\alpha^p) \underline{\underline{S}}(\alpha^p)$) is inverted. Moreover, when the algorithm has converged, the uncertainty on the estimated red value is given by:

$$\sigma_b^2 (\underline{\underline{S}}^T \underline{\underline{S}})^{-1} = \begin{pmatrix} \text{var}(\alpha_1) & \text{cov}(\alpha_1, \alpha_2) & \dots & \text{cov}(\alpha_1, \alpha_N) \\ \text{cov}(\alpha_1, \alpha_2) & \text{var}(\alpha_2) & \dots & \text{cov}(\alpha_2, \alpha_N) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \text{cov}(\alpha_1, \alpha_N) & \text{cov}(\alpha_2, \alpha_N) & \dots & \text{var}(\alpha_N) \end{pmatrix} \quad (34)$$

where σ_b is the standard deviation of the noise, $\text{var}(\alpha_n)$ is the variance of the n^{th} structural parameter of the model and cov is the covariance between two parameters. Hence, a low sensitivity or correlation between two parameters could lead to a bad conditioning of the matrix. This phenomenon causes high uncertainties about results. The strategy in the choice of the set of parameters is thus very important.

In order to avoid multiple correlations, the number of parameters has to be as low as possible. Geometric properties, such as the radius and the thickness of the sample and of the soleplates were precisely measured. Moreover, thermal properties of the soleplates were also characterized with complementary methods. Thermal diffusivity a_{sole} was measured with an adapted flash method, and $(C_p)_{\text{sole}}$ with a Differential Scanning Calorimetry (DSC) apparatus (multi-HTC 96 from Setaram®). Moreover, a sensitivity analysis showed that the heat capacity of the foam is strongly correlated with its equivalent diffusivity. $(C_p)_{\text{bulk}}$ was also measured with the DSC method. All of these properties were estimated for a wide range of temperature (293 K to 1373K). The equivalent heat capacity of the foam is related to the heat capacity of the ceramic $(C_p)_{\text{bulk}}$, according to:

$$(\rho C_p)_{\text{foam}} = (1 - \epsilon)(\rho C_p)_{\text{bulk}} \quad (35)$$

where ϵ is the foam porosity. Thus, this porosity must also be known as well. In order to measure it precisely, we used a pycnometer [44], which allows measurement of open porosity.

Concerning the equivalent radiative properties of the foam, it should be noted that the proposed procedure does not investigate the validity of the Beerian behavior of the equivalent porous medium. Indeed, it should be remembered that the idea of this study is to experimentally estimate Beerian radiative properties that are apparent or effective. Moreover, the RDFI method [29] was applied to a few samples and the results (not shown) indicated that the assumption of the Beerian behavior seems satisfactory as long as the heterogenous medium is composed of an opaque phase and a transparent phase. This part of our experimentation is not presented here for the sake of brevity and will be the subject of future studies.

Estimation of equivalent wavelength-dependent radiative properties seems very complicated to perform because the number of parameters would become too large, even using of a physical law such as Drude-Lorentz. Therefore, we considered one global radiative property. This does not mean that the radiative property is in-

dependent on the wavelength, but that the estimated value represents an equivalent grey medium and its radiative behavior. This assumption was widely investigated by Coquard et al. [38], who showed that, using a simulated process, a non-grey medium can be considered as a grey medium.

Several studies [37,45] have previously demonstrated that scattering effects could have the same influence on the final result as absorption/emission effects. It thus becomes difficult to separate the influence of absorption phenomena from that of scattering phenomena (correlation of the two parameters), so we instead identified only the equivalent optical thickness related to the extinction coefficient and to the thickness of the medium such as $\tau = \beta e_{\text{foam}}$. Furthermore, considering an equivalent homogeneous medium, scattering events are only due to the reflectivity of the bulk such as $\rho_{\text{bulk}} = \kappa_d/\beta$ [33]. An analysis of the optical surface properties of the SiC revealed that this material is highly absorbing. An estimation of the scattering coefficient and the phase function parameter $\Phi_v(\vec{\Omega}' \rightarrow \vec{\Omega})$ is impossible due to the low influence of scattering phenomena. Hence, we set the value of the scattering coefficient to zero.

The spatial and time dependence of the excitation could introduce large uncertainties about the result. Hence, the duration of the excitation was measured. Simulations, taking into account several widths of collimated beams, showed that the excitation can be assumed to be spatially homogeneous due to the high diffusivity of the soleplates. We also precisely identified the maximum of the experimental curve T_{max} by fitting it with a polynomial. The maximum temperature therefore corresponds to the maximum of the fitted curve. Moreover, a normalized temperature, that avoids knowing what energy is brought to the system (sample + soleplates) by the laser, is defined according to:

$$\theta_{\text{mod}}(t) = K \left(\frac{\bar{T}(t) - \bar{T}_{\text{min}}}{\bar{T}_{\text{max}} - \bar{T}_{\text{min}}} \right) \quad (36)$$

where \bar{T} is the spatial average of the rear surface temperature and K is an adjustment parameter. Very close to unity, the latter makes it possible to correct the maximum of the curve obtained by the model and thus decreases the discrepancies due to experimental noise. Moreover, for the same reasons, working from an average temperature in space logically allows better performance than from a single spatial value.

In summary, we kept a set of four parameters [a_{foam} , h_t , K , τ], which correspond to the equivalent diffusivity of the foam due only to conduction transfers, the total convection coefficient, the adjustment parameter and the optical thickness, respectively. Thus just one thermal a_{foam} and one radiative parameter τ are sufficient to reproduce the thermogram obtained with the foams. The two other parameters are simply extrinsic parameters.

From the identified equivalent diffusivity we extract the equivalent conductivity:

$$\lambda_{\text{foam}} = a_{\text{foam}} (1 - \epsilon) (\rho C_p)_{\text{bulk}} \quad (37)$$

Additionally we made some adjustments using a purely conductive model with only one thermal parameter, which thus gives an equivalent total conductivity including an apparent radiative conductivity: $\lambda_{\text{tot}} = \lambda_{\text{foam}} + \lambda_{\text{rad}}$. When the optical thickness of the sample is not too large, the inversion with the two-parameter model (a_{foam} , τ) is better than the one-parameter model (only a_{tot}). In this case the sensitivity to the optical thickness is sufficient to identify it. On the contrary, for high optical thicknesses, the radiation transfer can be modelled by a simple diffusion like the thermal transfer (Rosseland model). Due to correlation effect, it becomes difficult to separate the conduction from the radiation.

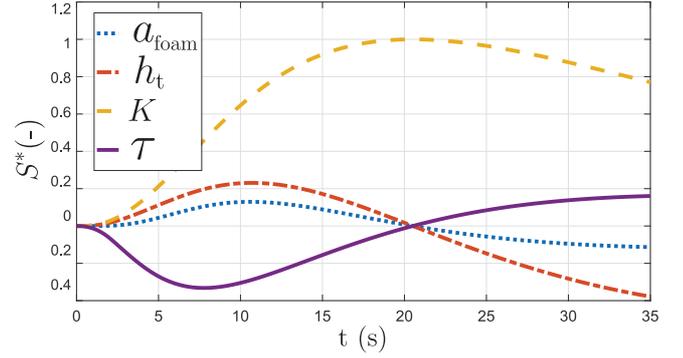


Fig. 3. Sensitivity analysis for $\tau = 2.5$.

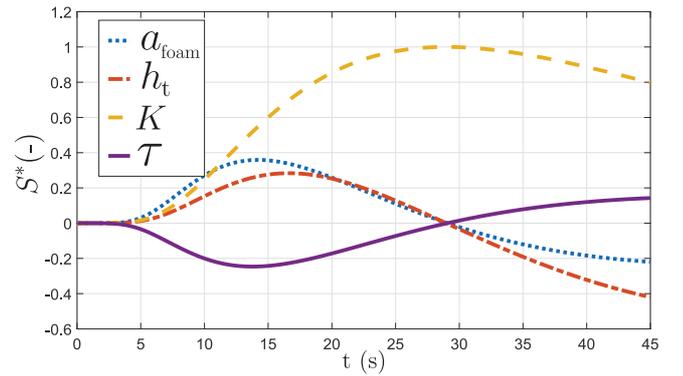


Fig. 4. Sensitivity analysis for $\tau = 10$.

2.2.5. Parameter identifiability

In order to verify the impact of the different parameters and to quantify the error of the estimation due to experimental noise, it is common to simulate fictive experiments. We investigated cases of optically thin (Case 1: $\tau = 2.5$) and thick (Case 2: $\tau = 10$) media. The size of the sample and the temperature were set at $R = 25$ mm, $e = 20$ mm and $T_{\infty} = 1073$ K. The diffusivity of the foam, total convection coefficient and normalization parameter were set at: $a_{\text{foam}} = 3$ mm²s⁻¹, $h_t = 150$ W m⁻² K⁻¹, $K = 1$. The corresponding thermal conductivity was that of an insulating foam with $\lambda_{\text{foam}} = 1$ W m⁻¹ K⁻¹. A white noise with a standard deviation of $\sigma_b = 0.5\%$ was added. Results of the inversion are given in the Table 1.

In both thin and thick examples, the inversion algorithm retrieves the chosen parameters well. In Figs. 3 and 4 the reduced sensitivities $S_n^* = \alpha_n (\partial\theta/\partial\alpha_n)$ are represented according to time. These make it possible to compare the influence of the different parameters. In case 1, one can see (see Fig. 3) that the sensitivity associated with optical thickness reaches its maximum before the sensitivity of diffusivity. This difference is explained by a higher speed of propagation of radiation through the sample compared with conduction. Both conductive and radiative sensitivities are non-zero and each of them acts at a different time. However, this does not guarantee the accurate estimation of all parameters in the case of the optically thick foam (see Fig. 4). The radiative transfer plays the same role as the conductive transfer. Therefore, both transfers have the same impact on the final curve and it becomes difficult to separate one from the other during the inversion process. This introduces uncertainties about the correlated parameters. Thus, using Eq. (34) we find uncertainties of 3.3% for the diffusivity and 5.8% for the optical thickness. For case 1, there is no correlation, however, since the radiative transfer is dominant, the accuracy obtained for the conductive parameter is lower than that of the optical thickness. We note an uncertainty of 1.34% for

Table 1
Cases investigated.

Case	a_{foam} (mm ²)	h_t (W m ⁻² K ⁻¹)	$K(-)$	$\tau(-)$
1	2.996 (± 1.34%)	149.99 (± 1.4%)	2.497 (± 0.23%)	1.000 (± 0.03%)
2	2.943 (± 3.3%)	150.56 (± 0.63%)	9.771 (± 5.8%)	1.000 (± 0.03%)

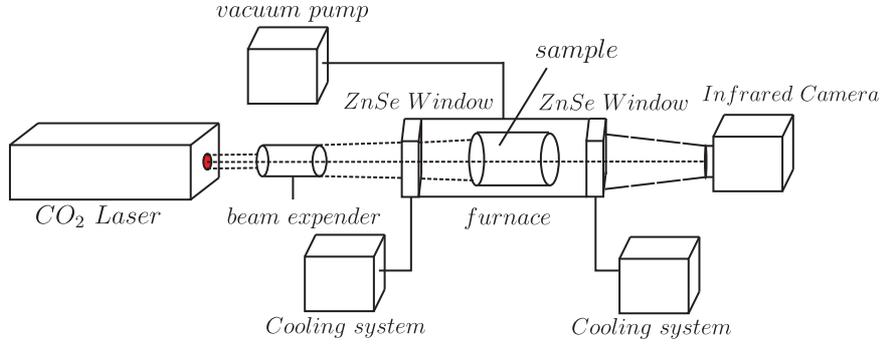


Fig. 5. Experimental apparatus.

the first parameter and 0.23% for the optical thickness. We should draw attention to the fact that this uncertainty represents only the part coming from the inversion process itself and is therefore not a total uncertainty. There are other sources of uncertainty such as the accuracy associated with the model, the assumptions made, the experimental implementation or the parameters assumed to be known and fixed.

3. Experimental investigations

3.1. Experimental set-up

The experimental set-up is close to the flash method experiment, explained by Shick et al. [46]. Some modifications were made in order to enable the study of foams. A diagram showing the different parts of the experimental apparatus is shown in Fig. 5. The source is a CO₂ laser (130 W Synrad) with a wavelength of 10.6 mm. This emits a beam of 2.1 mm diameter which is expanded to 8.4 mm by using a two-lens afocal optical system. The laser emits at a constant power over a fixed time duration. Two ZnSe windows are positioned at the entrance and exit of the furnace. The first of these windows has an anti-reflective coating, which improves the heat flux transmitted to the sample. Both windows are cooled with a water system at ambient temperature. A vacuum pump maintains a pressure of 9.10^{-3} mbar, measured at the pump inlet. An infrared InSb camera (Flir SC7000 Titanium) with a broadband sensor (1.5 μm to 5.1 μm) records the temperature field of the rear face of the sample. More precisely, the camera records the intensity emitted here. The so-called ‘‘Digital Level (DL)’’ given by the camera is linear with the radiant intensity. Because the temperature variation of the sample is very small in a flash experiment (only a few K), it can be also assumed that the Digital Level given by the camera is also linear with the sample temperature. Because only the temporal shape of temperature variation of the sample is necessary in the flash method, the normalized temperature θ_{exp} is used:

$$\theta_{\text{exp}}(t) = \frac{\bar{T}(t) - \bar{T}_{\text{min}}}{\bar{T}_{\text{max}} - \bar{T}_{\text{min}}} = \frac{\overline{DL}(t) - \overline{DL}_{\text{min}}}{\overline{DL}_{\text{max}} - \overline{DL}_{\text{min}}} \quad (38)$$

In this way no temperature calibration of the camera is necessary. At each time step, we computed the space averaged temperature. Then, we obtained the normalized temperature used for the inversion procedure. A tubular Carbolite TZF600 furnace provides a homogeneous temperature in the enclosure. The sample holder is

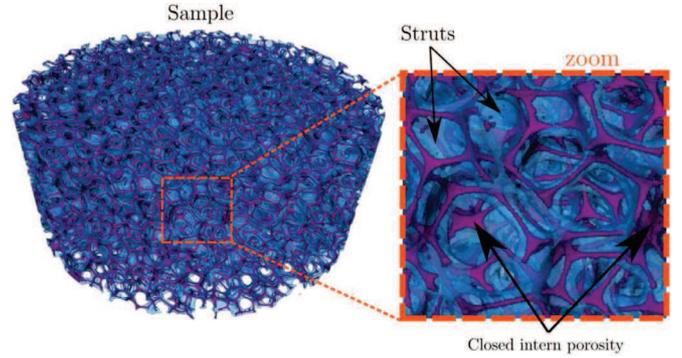


Fig. 6. Tomography-X analysis applied to a random foam, solid is slightly transparent and internal void is opaque.

made of a piece of stumatite. It is composed of two stackable parts and allows a good thermal contact between the two soleplates and the foam. Two different types of soleplates were used: Titanium Ta6V and SiC. Samples were chosen in order to investigate three different aspects:

- Influence of the pore diameter
- Difference between structured and random foams
- Influence of the strut material

All the foams studied and their corresponding properties are listed in Table 2. Silicon carbide (SiC) and infiltrated silicon carbide (SiSiC) were considered. Moreover, we studied three different geometries. The fabrication process consists of impregnating a polyurethane foam (PU) with a polysilane slip (ceramic slurry). Then, during sintering, the polymer foam is destroyed and a ceramic skeleton is obtained. It is well-known that the removal of the PU matrix by heat treatment causes a closed porosity to form in the struts. Moreover, this was clearly highlighted with an X-ray tomography analysis. By making the solid slightly transparent, Fig. 6 shows this internal network. For a random foam, 4% of the measured porosity arises from the internal porosity, which is significant.

Random foams, are represented in Fig. 7 a). Structured (tetra) foams are based on a repetition of the well-known Kelvin-cell (Tetraikadehedron), shown in Fig. 7b). Strut length of the structured foams (cubic) is 7 mm with a pore diameter 10 mm (Fig. 7c)). In this latter foam, the small diameter ‘‘canal’’ due to

Table 2
Investigated foams.

Foam number	Solid phase	Geometry	Porosity	D_{cell} (mm)	PPI	e_{foam} mm
1	SiSiC	Structured (tetra)	0.84	10	/	20
2	SiSiC	Structured (tetra)	0.83	7.5	/	20
3	SiSiC	Structured (tetra)	0.89	5	/	20
4	SiSiC	Structured (cubic)	0.8	10	/	20
5	SiSiC	Structured (cubic)	0.8	10	/	15
6	SiC	Unstructured (random)	0.83	10	7	20
7	SiC	Unstructured (random)	0.82	5	15	20
8	SiC	Unstructured (random)	0.84	2.5	30	20
9	SiC	Unstructured (random)	0.89	1.8	40	20
10	SiC	Unstructured (random)	0.9	1.4	50	20

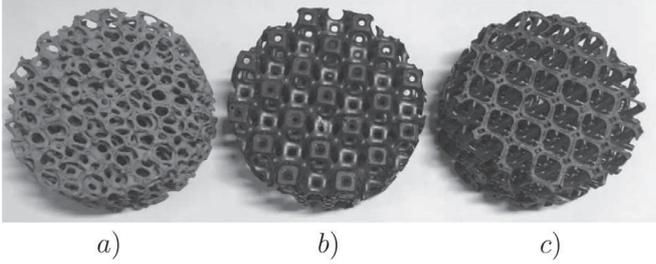


Fig. 7. (a) Random, (b) Structured (tetra) and (c) Structured (cubic) foams.

the manufacturing process is visible in the center of the struts. The structural property of the random foam is characterized by the number of Pores Per Inch (PPI), given by the manufacturer. Although the manufacturer also provided an average cell size of the foam cells associated with the number of PPI, this is not precisely measured. Structured foams, on the other hand, are simply defined by the size of the pore.

3.2. Experimental results

Knowing that ceramic foams are commonly used for high temperature applications, we chose to study their thermal behavior up to 1073 K. For each thermogram obtained, we applied the inversion procedure and estimated the set of parameters, as presented in Section 2.2.4. Figs. 8–10 show, for structured and random foams, the experimental thermograms along with results from the model. All the estimated values are presented in Table 3 and represented in Figs. 11 and 12. Foam number 5 was studied in a temperature range between [673 K;1073 K] and the associated results are represented in Fig. 13.

As explained above, the equivalent total conductivity λ_{tot} was obtained with a purely conductive model, and represents the to-

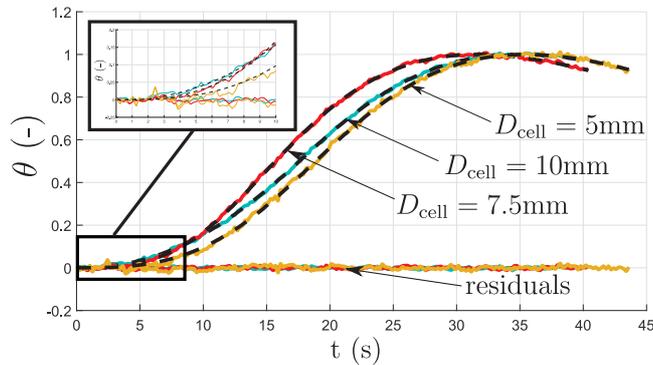


Fig. 8. Structured (tetra) foams at $T_{\infty} = 1073$ K; experimental results are shown with continuous lines and the model with dotted lines.

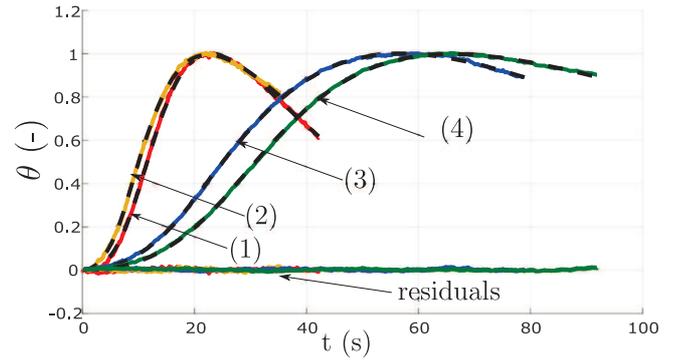


Fig. 9. Structured (cubic) foams: Impact of thickness and temperature, (1) $e = 20$ mm $T_{\infty} = 1073$ K, (2) $e = 15$ mm $T_{\infty} = 1073$ K, (3) $e = 15$ mm $T_{\infty} = 873$ K and (4) $e = 15$ mm $T_{\infty} = 773$ K; experimental results are shown with continuous lines and the model with dotted lines.

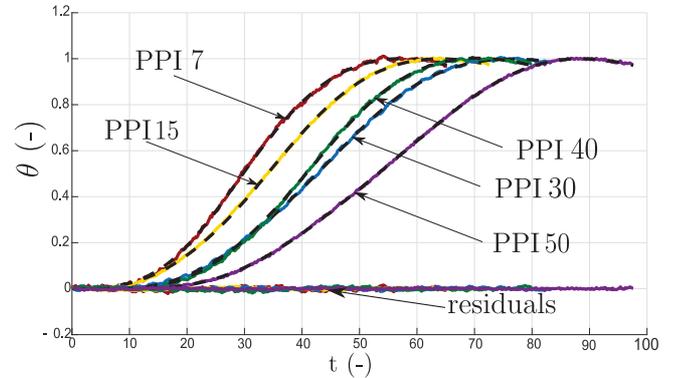


Fig. 10. Random foams at $T_{\infty} = 1073$ K; experiment in continuous lines and model in dotted lines.

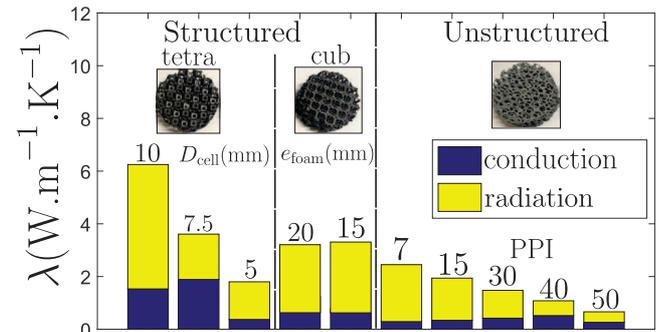


Fig. 11. Conductive and radiative heat transfer of all samples at $T_{\infty} = 1073$ K.

Table 3
Identified thermal properties.

Foam number	T_∞ (K)	λ_{tot} ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	λ_{foam} ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	λ_{rad} ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	β (mm^{-1})	τ (-)	$\lambda_{\text{foam}}/\lambda_{\text{tot}}$ (%)
1	1073	6.25	1.53	4.72	0.089	1.78	24.6
2	1073	3.61	1.89	1.72	0.212	4.24	52.4
3	1073	1.80	0.37	1.43	0.276	5.51	20.7
4	1073	3.21	0.51	2.69	0.160	3.20	15.9
5	1073	3.50	0.54	2.96	0.142	2.13	15.7
5	973	2.92	0.51	2.41	0.135	2.0	17.4
5	873	2.05	0.52	1.52	0.135	2.0	25.3
5	773	1.68	0.54	1.15	0.135	2.0	31.9
5	673	1.21	0.56	0.65	0.138	2.1	46.2
6	1073	2.45	0.29	2.16	0.199	3.98	12.1
7	1073	1.94	0.34	1.60	0.260	5.20	17.7
8	1073	1.58	0.41	1.17	0.386	7.71	17.6
9	1073	1.08	0.52	0.56	0.613	12.26	48.2
10	1073	0.66	0.26	0.40	0.852	17.04	39.4

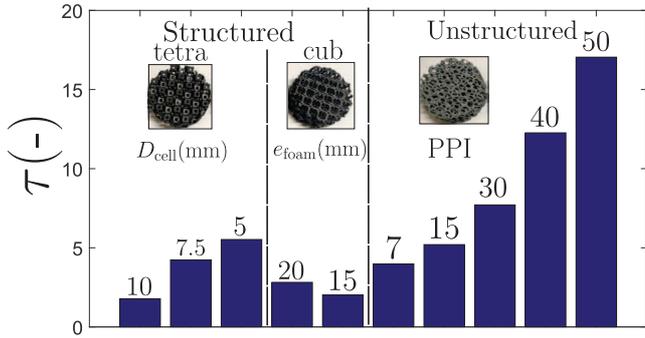


Fig. 12. Optical thickness of all samples at $T_\infty = 1073$ K.

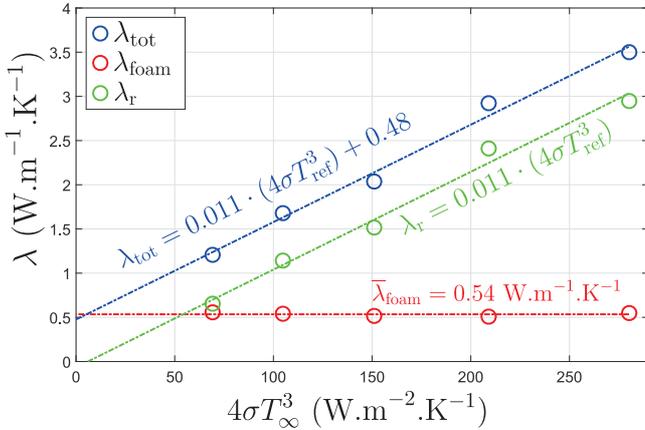


Fig. 13. Structured (cubic) foam $e = 15$ mm: equivalent total conductivity, equivalent radiative conductivity and equivalent thermal conductivity.

tal heat flux ($\lambda_{\text{foam}} + \lambda_{\text{rad}}$ the equivalent conductivity by conduction alone and the equivalent radiative conductivity respectively) through the media. Hence, the difference between the total conductivity and the equivalent conductivity λ_{foam} corresponds to the “radiative” conductivity λ_{rad} . The values, which quantify the conductive and radiative heat transfers for all samples at 1073 K are also represented in Fig. 11 while the estimated optical thickness is indicated in Fig. 12.

The comparisons between experimental and numerical results in Figs. 8–10 show how well the presented direct model agrees with the measurements. This is true when investigating the impact of pore diameter (Figs. 8 and 10), but also the effects of sample thickness and reference temperature (Fig. 9). As demonstrated by Coquard et al. [38], a model based on an effective optical thick-

ness describes the measured thermograms very well. The residuals $\theta_{\text{exp}}(t^k) - \theta_{\text{mod}}(t^k)$ are very small and random in all cases.

It should be noted that, as shown in the sensitivity analysis in Section 2.2.5, the smaller the optical thickness, the sooner the temperature rises. However, for the structured foam shown in Fig. 8, the thermogram corresponding to the foam with $D_{\text{cell}} = 7.5$ mm reaches its maximum before the thermogram associated with $D_{\text{cell}} = 10$ mm or $D_{\text{cell}} = 5$ mm. This phenomenon is easily explained by the difference of the excitation time. The longer the excitation time, the later the maximum temperature is reached. This is why the thermal excitation time was taken into account in the model. For a structured foam with $D_{\text{cell}} = (5, 7.5, 10)$ mm, we identified an optical thickness of $\tau = (1.78, 4.24, 5.51)$ (Fig. 12), respectively. It should be notable that the optical thickness increases threefold when the pore diameter decreases twofold.

More generally, regarding the radiative properties of all foams, the values obtained show that the radiative parameter is very strongly correlated with the pore diameter (see Fig. 12). These results are in good agreement with Coquard et al. [38]. As shown in Fig. 12, optical thickness increases with the number of pores per inch. In other words, optical thickness appears to be proportional to the inverse of the cell diameter. This result can be explained by the fact that the extinction coefficient represents the inverse of the mean free-path. Hence, it corresponds to the inverse of the distance travelled by the radiation before being absorbed. If the pore diameter decreases (increasing PPI), the corresponding optical thickness increases strongly. Hence, at high temperatures, the radiative transfer is so dominating that the increase of the optical thickness has a direct impact on the total equivalent thermal conductivity (see Fig. 11).

Concerning the estimated equivalent conductivity λ_{foam} shown in Fig. 11 and in Table 3, one can say that no clear trend can be seen with the pore diameter can be seen. This observation agrees with previous studies [24]. Indeed, according to these works, the cell size distribution should have no influence. Two aspects could explain the low equivalent conductivity of foam number 3 ($D_{\text{cell}} = 5$ mm). On the one hand, its porosity is higher. On the other hand, the internal porosity due to the fabrication process (Section 3.1 and Fig. 7 c) becomes very high relative to the size of the struts. This reduces the matter present in the bulk and thus reduces the equivalent conductivity of the solid matrix.

Concerning the influence of the geometry, we notice that strut organization and orientation have a significant influence. The measured optical thicknesses of foam number 1 ($D_{\text{cell}} = 10$ mm tetra) and of foam number 4 ($D_{\text{cell}} = 10$ mm cubic) are different because the organization of the solid matrices are different for these two samples.

Only the sample thickness is different between foams number 4 (cubic $e = 20$ mm) and 5 (cubic $e = 15$ mm). Thus, in Fig. 12, we note a logical decrease of optical thickness, proportional to the decrease of the thickness of the samples. We find an extinction coefficient equal to 0.16 mm^{-1} for foam number 4 and equal to 0.14 mm^{-1} for foam number 5. The values obtained are very similar and the difference can easily be explained by a slight difference of geometry due to the manufacturing process and the uncertainty due to a characterization at high temperature. The estimated equivalent radiative property seems to give a good description of the effective radiative transfer through the homogeneous media. Moreover, this confirms that the width of the investigated foams appears sufficient to consider the samples as an elementary volume representative of radiation transfers.

Fig. 9 shows the influence of the characterization temperature T_∞ on the thermograms. A decrease of 300 K has a strong influence on the speed of the heat transfers. However, in Table 3 we see that this has no consequences for the estimated optical thickness. The radiative parameter is not influenced by the temperature, nor is the equivalent conductivity λ_{foam} of the foam. A flash method experiment was applied on massive SiSiC discs. This additional thermal study revealed only a low variation of the thermal conductivity in this range of temperature. Moreover, an optical study of the ceramic showed that emissivity does not vary greatly in the range of wavelength where most of the radiative transfer takes place. Thus, Fig. 13 shows that the “radiative” conductivity λ_{rad} is simply proportional to the cubic temperature of characterization T_∞^3 . Moreover, if we extrapolate the equivalent total conductivity at $T_\infty = 0$ K (i.e., only conduction), the result ($\lambda_{\text{tot}}(T = 0) = 0.48 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) is very close to the equivalent conductivity estimated with the two-parameter model ($\lambda_{\text{foam}} \approx 0.54 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). This result shows the ability of the present coupled model to separately characterize the influence of conduction and radiation transfers.

When comparing the equivalent conductivity (that occurring only by conduction) of structured to random foams in Fig. 11, we can see that the latter are less conductive. This can be explained by two effects. On the one hand, the strut material is different between SiSiC and SiC. SiSiC is less conductive than the SiC. On the other hand, the struts of the random foams are smaller to the struts of the structured one. Hence, the closed porosity has a stronger impact on reducing the conduction heat within the solid matrix. This observation is in agreement with the findings of Coquard et al. [47] who demonstrated that conductivity is not only influenced by porosity but also by strut geometry.

The estimated equivalent conductivity λ_{foam} is not dependent on the number of pores per inch. In Fig. 11, it can be seen that, for foams number 9 (PPI = 40) and 10 (PPI = 50) there is a high uncertainty on the thermal diffusivity (about 20%) due to the correlation between the thermal and radiative parameters. When the equivalent optical thickness of the porous medium becomes too large, it gets difficult to separate the two transfer modes properly as shown above (see Section 2.2.5). In this case, we noticed an increase in the uncertainty associated with each of the estimated parameters. This is related to the fact that radiation transfer becomes similar to conduction transfer for high optical thicknesses (approximation of the diffusion resembles Rosseland’s approximation).

The total equivalent conductivity λ_{tot} , estimated with a purely conductive model, does not match most of the experimental curves perfectly. However, good agreement was found for foam number 2, which have a high $\lambda_{\text{foam}}/\lambda_{\text{tot}}$ (%) ratio, and a very good agreement was found for foams number 8, 9 and 10, which have a high optical thicknesses (PPI = (30, 40, 50)) and where approximation of the diffusion is valid as explained immediately above. More generally, a purely conductive model describes both conductive and

radiative heat transfers well for optical thicknesses above six. In such cases, the radiative transfer is thus comparable to a diffusive transfer.

For all cases, we noticed a better accuracy of the optical thickness than the equivalent conductivity λ_{foam} characterized during the inversion process, due to the preponderance of the radiative transfer. Thus, the sensitivity associated with the first of these parameters is higher and allows a lower uncertainty according to Eq. (34). For example, for foam number 7 (PPI = 15), the uncertainty due to the experimental noise introduces uncertainties of 4% for equivalent diffusivity (conduction only) and 0.65% for optical thickness.

4. Conclusion

The study of conduction and radiation occurring in heterogeneous media can be very complicated because of the coupling of the transfer modes. The main difficulty lies in the capacity to separate each heat transfer mode and to quantify their contribution. Usually, a single parameter is identified describing both conduction and radiation.

In order to get past this limitation, we developed a method based on a modified flash method experiment. The sample was placed between two soleplates and a constant heat flux was applied on the front face over a short time. The temporal evolution of the space-average temperature on the rear face was measured with an infrared camera. An inversion algorithm made it possible to identify both equivalent thermal conductivity and effective optical thickness. The procedure required a direct modeling of the problem. Hence, we developed a 2-D axisymmetric geometry, taking into account all three layers. The model describes the transient heat transfer of a system including one semitransparent and two opaque media across a wide range of thermal and radiative properties. The Radiative Transfer Equation was solved with an optimized Monte Carlo method (Optimized Emission Reciprocity Method) while the Energy Balance Equation was computed with a Finite Volume Method. In order to solve the radiative transfer accurately, an Optimized Emission Reciprocity Method was used.

Two parameters, namely equivalent thermal conductivity λ_{foam} and effective optical thickness τ , were identified for several SiC and SiSiC foams. Moreover, we studied different kinds of ceramic, different cell sizes and different organizations of the solid matrix at temperatures up to 800°C under vacuum. The link between structural properties and equivalent thermal properties of foams was investigated. Results showed that the equivalent thermal conductivity was strongly correlated with the strut material and with the internal porosity. Optical thickness depended on cell size and the shape of the cells. These results are in good agreement with observations made in previous studies. Thus, the proposed procedure appears to offer a notable improvement for research requiring an accurate and fast modeling of coupled transfers in complex porous geometries and by the ability to characterize the influence of each of the two heat transfer modes in a single experiment.

Declaration of Competing Interest

None.

CRediT authorship contribution statement

Morgan Sans: Conceptualization, Data curation, Formal analysis, Writing - original draft, Writing - review & editing. **Vincent Schick:** Data curation, Formal analysis, Writing - original draft, Writing - review & editing, Conceptualization. **Gilles Parent:** Conceptualization, Data curation, Formal analysis, Writing - original

draft, Writing - review & editing. **Olivier Farges**: Data curation, Formal analysis, Writing - original draft, Writing - review & editing, Conceptualization.

References

- [1] A. Sommers, Q. Wang, X. Han, C. T'Joen, Y. Park, A. Jacobi, Ceramics and ceramic matrix composites for heat exchangers in advanced thermal systems a review, *Appl. Therm. Eng.* 30 (11–12) (2010) 1277–1291, doi:10.1016/j.applthermaleng.2010.02.018.
- [2] J.R. Howell, M.J. Hall, J.L. Ellzey, Combustion of hydrocarbon fuels within porous inert media, *Prog. Energy Combust. Sci.* 22 (2) (1996) 121–145.
- [3] J. Randrianalisoa, Y. Bréchet, D. Baillis, Materials selection for optimal design of a porous radiant burner for environmentally driven requirements, *Adv. Eng. Mater.* (2009), doi:10.1002/adem.200900089.
- [4] R. Coquard, D. Baillis, Modeling of heat transfer in low-density EPS foams, *J. Heat Transf.* 128 (6) (2006) 538, doi:10.1115/1.2188464.
- [5] E. Placido, M. Arduini-Schuster, J. Kuhn, Thermal properties predictive model for insulating foams, *Infrared Phys. Technol.* 46 (3) (2005) 219–231, doi:10.1016/j.infrared.2004.04.001.
- [6] S. Ishiyama, S. Maruyama, Compact heat exchanger made of ceramics having corrosion resistance at high temperature, 2011, US Patent 7,981,168.
- [7] E. Velasco Gómez, F. Rey Martínez, F. Varela Díez, M. Molina Leyva, R. Herrero Martín, Description and experimental results of a semi-indirect ceramic evaporative cooler, *Int. J. Refrig.* 28 (5) (2005) 654–662, doi:10.1016/j.ijrefrig.2005.01.004.
- [8] R. Smyth, A proposal for the use of a very high temperature ceramic heat exchanger in gas turbine power production, in: *Energy Conversion Engineering Conference, 1997. IECEC-97., Proceedings of the 32nd Intersociety, 3, IEEE, 1997*, pp. 1696–1701.
- [9] Z. Wu, C. Caliot, G. Flamant, Z. Wang, Coupled radiation and flow modeling in ceramic foam volumetric solar air receivers, *Solar Energy* 85 (9) (2011) 2374–2385, doi:10.1016/j.solener.2011.06.030.
- [10] T. Fend, B. Hoffschmidt, R. Pitz-Paal, O. Reutter, P. Rietbrock, Porous materials as open volumetric solar receivers: experimental determination of thermophysical and heat transfer properties, *Energy* 29 (5–6) (2004) 823–833, doi:10.1016/S0360-5442(03)00188-9.
- [11] J. Lévêque, D. Rouzineau, M. Prévost, M. Meyer, Hydrodynamic and mass transfer efficiency of ceramic foam packing applied to distillation, *Chem. Eng. Sci.* 64 (11) (2009) 2607–2616, doi:10.1016/j.ces.2009.02.010.
- [12] T. Kim, Micro methanol reformer combined with a catalytic combustor for a PEM fuel cell, *Int. J. Hydrog. Energy* 34 (16) (2009) 6790–6798, doi:10.1016/j.ijhydene.2009.06.024.
- [13] E. Jahanshahi Javaran, S. Gandjalikhan Nassab, S. Jafari, Thermal analysis of a 2-D heat recovery system using porous media including lattice Boltzmann simulation of fluid flow, *Int. J. Therm. Sci.* 49 (6) (2010) 1031–1041, doi:10.1016/j.ijthermalsci.2009.12.004.
- [14] J.M. Chavez, C. Chaza, Testing of a porous ceramic absorber for a volumetric air receiver, *Solar Energy Mater.* 24 (1–4) (1991) 172–181.
- [15] T. Fend, B. Hoffschmidt, R. Pitz-Paal, O. Reutter, P. Rietbrock, Porous materials as open volumetric solar receivers: experimental determination of thermophysical and heat transfer properties, *Energy* 29 (5–6) (2004) 823–833.
- [16] P. Ranut, On the effective thermal conductivity of aluminum metal foams: review and improvement of the available empirical and analytical models, *Appl. Therm. Eng.* 101 (2016) 496–524, doi:10.1016/j.applthermaleng.2015.09.094.
- [17] M.N. Miller, Bounds for effective electrical, thermal, and magnetic properties of heterogeneous materials, *J. Math. Phys.* 10 (11) (1969) 1988–2004, doi:10.1063/1.1664794.
- [18] Z. Hashin, S. Shtrikman, A variational approach to the theory of the effective magnetic permeability of multiphase materials, *J. Appl. Phys.* 33 (10) (1962) 3125–3131, doi:10.1063/1.1728579.
- [19] R. Landauer, The electrical resistance of binary metallic mixtures, *J. Appl. Phys.* 23 (7) (1952) 779–784, doi:10.1063/1.1702301.
- [20] J.W. Paek, B.H. Kang, S.Y. Kim, J.M. Hyun, Effective thermal conductivity and permeability of aluminum foam materials, *Int. J. Thermophys.* 21 (2) (2000) 453–464.
- [21] C.T. Hsu, P. Cheng, K.W. Wong, Modified Zehner-Schlunder models for stagnant thermal conductivity of porous media, *Int. J. Heat Mass Transf.* 37 (17) (1994) 2751–2759.
- [22] V. Calmidi, R. Mahajan, The effective thermal conductivity of high porosity fibrous metal foams, *J. Heat Transf.* 121 (2) (1999).
- [23] A. Bhattacharya, V. Calmidi, R. Mahajan, Thermophysical properties of high porosity metal foams, *Int. J. Heat Mass Transf.* 45 (5) (2002) 1017–1031.
- [24] K. Boomsma, D. Poulikakos, On the effective thermal conductivity of a three-dimensionally structured fluid-saturated metal foam, *Int. J. Heat Mass Transf.* 44 (4) (2001) 827–836.
- [25] R. Singh, H. Kasana, Computational aspects of effective thermal conductivity of highly porous metal foams, *Appl. Therm. Eng.* 24 (13) (2004) 1841–1849.
- [26] R. Coquard, D. Baillis, Numerical investigation of conductive heat transfer in high-porosity foams, *Acta Mater.* 57 (18) (2009) 5466–5479, doi:10.1016/j.actamat.2009.07.044.
- [27] S. Cunsolo, R. Coquard, D. Baillis, N. Bianco, Radiative properties modeling of open cell solid foam: review and new analytical law, *Int. J. Therm. Sci.* 104 (2016) 122–134, doi:10.1016/j.ijthermalsci.2015.12.017.
- [28] B. Zeghondy, E. Iacona, J. Taine, Determination of the anisotropic radiative properties of a porous material by radiative distribution function identification (RDFI), *Int. J. Heat Mass Transf.* 49 (17–18) (2006) 2810–2819, doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2006.02.034.
- [29] M. Tancrez, J. Taine, Direct identification of absorption and scattering coefficients and phase function of a porous medium by a monte carlo technique, *Int. J. Heat Mass Transf.* 47 (2) (2004) 373–383, doi:10.1016/S0017-9310(03)00146-7.
- [30] S. Guévelou, B. Rousseau, G. Domingues, J. Vicente, C. Caliot, Representative elementary volumes required to characterize the normal spectral emittance of silicon carbide foams used as volumetric solar absorbers, *Int. J. Heat Mass Transf.* 93 (2016) 118–129, doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.09.069.
- [31] M. Loretz, R. Coquard, D. Baillis, E. Maire, Metallic foams: radiative properties/comparison between different models, *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.* 109 (1) (2008) 16–27.
- [32] M.A.A. Mendes, V. Skibina, P. Talukdar, R. Wulf, U. Gross, D. Trimis, S. Ray, Experimental validation of simplified conduction–radiation models for evaluation of effective thermal conductivity of open-cell metal foams at high temperatures, *Int. J. Heat Mass Transf.* 78 (2014) 112–120.
- [33] M.A. Mendes, P. Talukdar, S. Ray, D. Trimis, Detailed and simplified models for evaluation of effective thermal conductivity of open-cell porous foams at high temperatures in presence of thermal radiation, *Int. J. Heat Mass Transf.* 68 (2014) 612–624.
- [34] D. Baillis, R. Coquard, J.H. Randrianalisoa, L.A. Dombrovsky, R. Viskanta, Thermal radiation properties of highly porous cellular foams, *Spec. Top. Rev. Porous Media* 4 (2) (2013).
- [35] M. Lazard, S. André, D. Maillet, Diffusivity measurement of semi-transparent media: model of the coupled transient heat transfer and experiments on glass, silica glass and zinc selenide, *Int. J. Heat Mass Transf.* 47 (3) (2004) 477–487, doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2003.07.003.
- [36] V. Schick, B. Remy, A. Degiovanni, F. Demeurie, J. Meulemans, P. Lombard, Measurement of thermal conductivity of liquids at high temperature, *J. Phys.* 395 (2012) 012078, doi:10.1088/1742-6596/395/1/012078.
- [37] M. Niezgoda, D. Rochais, F. Enguehard, P. Echegut, B. Rousseau, Modeling of time-resolved coupled radiative and conductive heat transfer in multilayer semitransparent materials up to very high temperatures, *Appl. Phys. Lett.* 99 (22) (2011) 224101.
- [38] R. Coquard, D. Rochais, D. Baillis, Experimental investigations of the coupled conductive and radiative heat transfer in metallic/ceramic foams, *Int. J. Heat Mass Transf.* 52 (21–22) (2009) 4907–4918, doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2009.05.015.
- [39] M.F. Modest, *Radiative heat transfer*, Academic press, 2013.
- [40] B. Le Corre, A. Collin, L. Soudre-Bau, Y. Meshaka, G. Jeandel, Glass sagging simulation with improved calculation of radiative heat transfer by the optimized reciprocity monte carlo method, *Int. J. Heat Mass Transf.* 70 (2014) 215–223.
- [41] L. Tessé, F. Dupoirieux, B. Zamuner, J. Taine, Radiative transfer in real gases using reciprocal and forward monte carlo methods and a correlated-k approach, *Int. J. Heat Mass Transf.* 45 (13) (2002) 2797–2814.
- [42] Y. Zhang, O. Gicquel, J. Taine, Optimized emission-based reciprocity monte carlo method to speed up computation in complex systems, *Int. J. Heat Mass Transf.* 55 (25–26) (2012) 8172–8177.
- [43] J.J. Moré, The Levenberg-Marquardt algorithm: implementation and theory, in: *Numerical Analysis*, Springer, 1978, pp. 105–116.
- [44] H. Bal, Y. Jannot, N. Quenette, A. Chenu, S. Gaye, Water content dependence of the porosity, density and thermal capacity of laterite based bricks with millet waste additive, *Constr. Build. Mater.* 31 (2012) 144–150.
- [45] M. Lazard, S. Andre, D. Maillet, Modèle semi-analytique de couplage conduction rayonnement dans un milieu semi-transparent absorbant, émettant et diffusant de façon non isotrope., *Rayonnement et Milieux Semi-Transparents*. Journée, 2000.
- [46] V. Schick, B. Remy, A. Degiovanni, F. Demeurie, J. Meulemans, P. Lombard, Measurement of thermal conductivity of liquids at high temperature, in: *Journal of Physics: Conference Series*, 395, IOP Publishing, 2012, p. 012078.
- [47] R. Coquard, M. Loretz, D. Baillis, Conductive heat transfer in metallic/ceramic open-cell foams, *Adv. Eng. Mater.* 10 (4) (2008) 323–337.

Annexe 2



HAL
open science

Solving transient coupled conductive and radiative transfers in porous media with a Monte Carlo Method: Characterization of thermal conductivity of foams using a numerical Flash Method

Morgan Sans, Olivier Farges, Vincent Schick, Gilles Parent

► To cite this version:

Morgan Sans, Olivier Farges, Vincent Schick, Gilles Parent. Solving transient coupled conductive and radiative transfers in porous media with a Monte Carlo Method: Characterization of thermal conductivity of foams using a numerical Flash Method. *International Journal of Thermal Sciences*, 2022, 179, pp.107656. 10.1016/j.ijthermalsci.2022.107656 . hal-03681436v2

HAL Id: hal-03681436

<https://hal.science/hal-03681436v2>

Submitted on 2 Jun 2022

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.

Solving transient coupled conductive and radiative transfers in porous media with a Monte Carlo Method: Characterization of thermal conductivity of foams using a numerical Flash Method

Morgan Sans, Olivier Farges, Vincent Schick, Gilles Parent *

Université de Lorraine, CNRS, LEMTA, F-54000 Nancy, France

ARTICLE INFO

Keywords:

Monte-Carlo method
Heat conduction
Thermal radiation
Flash method
Equivalent thermal conductivity
Porous media

ABSTRACT

This paper presents a single Monte-Carlo algorithm used to solve transient conductive and radiative heat transfers in three-dimensional porous media. The complete methodology presented step by step herein enables practical and efficient study of geometrical and multiphysical complexities. The code was validated against results obtained by commercial software, analytical and semi-analytical solutions. Computation times were found to be greatly reduced when radiative transfer is predominant compared with those obtained using a deterministic solver. This kind of approach allows a probe calculation in the frame of linear thermal transfers and is well suited for the numerical characterization of heterogeneous media. In this work a numerical flash method was reproduced and enabled us to evaluate the effective total conductivity of the equivalent homogenized medium. The influence of various parameters such as porosity, size of the unit cell, bulk conductivity of the solid phase, reference temperature and emissivity was studied for a stack of Kelvin cells. This tool enables the parametric investigation of geometric and thermal properties. The results are in good agreement with those of the literature.

Nomenclature

Latin symbols

\mathcal{E}	Expectation of a random variable (-)
T	Temperature (K)
T_{ref}	Reference temperature (K)
T_{rad}	Averaged radiative temperature (K)
t	Time (s)
\mathbf{x}	Location (-)
N_{mc}	Number of Monte Carlo realization (-)
F	Cumulative density function of the azimuthal angle (-)
G	Cumulative density function of the polar angle (-)
H	Cumulative density function of the time (-)
p_X	probability density function of a random variable X (-)
\mathbf{n}	Unitary outward normal vector (-)

\mathbf{u}	Direction of conductive propagation (-)
\mathbf{v}	Direction of incident intensity (-)
\mathbf{v}_r	Direction of reflected intensity (-)
I	Radiant intensity ($\text{W m}^{-2} \text{sr}^{-1}$)
\mathcal{H}	Heaviside step function (-)
h_{rad}	Radiative exchange coefficient ($\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$)
p_{rad}	Probability of following a radiative path (-)
p_{cond}	Probability of following a conductive path (-)
S	Surface (m^2)
j	j^{th} interaction with the excited face (-)
i	i^{th} realization of the MC algorithm (-)
J_i	Number of excitation with the excited surface of the i^{th} realization (-)
S_i	Source term of the i^{th} realization (K)

* Corresponding author.

E-mail address: gilles.parent@univ-lorraine.fr (G. Parent).

D_s	Domain (-)
∂D_s	Contour (-)
∂D_ϕ	Contour with heat excitation (-)
∂D_{fs}	Fluid/solid contour (diffusive wall) (-)
∂D_{rf}	Contour of the rear face (-)
∂D_p	Contour with periodic condition (-)
T_{hot}	Imposed hot temperature (K)
T_{cold}	Imposed cold temperature (K)
Bi	Radiative Biot number (-)
H	Heaviside function (-)
Q	Constant heat flux deposited ($W m^{-2}$)
D_{cell}	Size of a unit cell (m)

Greek symbols

Φ	Transient heat excitation ($W m^{-2}$)
α	Thermal diffusivity ($m^2 s^{-1}$)
θ	Polar angle (rad)
φ	Azimuthal angle (rad)
θ_i	i^{th} realization of the MC algorithm (K)
τ	Time decrement (s)
δ	Space jump (m)
δ_b	Space jump at the boundary (m)
δ_w	Space jump to the boundary (m)
ϵ	Emissivity (-)
ϵ	Porosity (-)
λ_s	Bulk thermal conductivity ($W m^{-1} K^{-1}$)
σ	Stefan-Boltzmann constant ($5.67 \times 10^{-8} W m^{-2} K^{-4}$)
ρ'	directional-hemispherical reflectivity (-)

Superscripts

*	Relating to dimensionless quantities
0	Blackbody

Subscripts

I	Relating to the initial condition
b	Relating to the boundary
i	Relating to the intersection
γ	Relating to a given path
Γ	Relating to the space of the paths
rf	Relating to the rear face
cond	Relating to conductive heat transfer
rad	Relating to radiative heat transfer
eff	Relating to effective heat transfer
eq	Relating to total equivalent heat transfer
obs	Relating to the probe computation location
max	Relating to the maximum value

Other symbols

\bar{X}	Estimator of the quantity X
-----------	-------------------------------

1. Introduction

Ceramic and metallic foams are commonly used in many engineering applications because of their interesting thermal, mechanical and optical properties [1]. Improved manufacturing processes enable the production of porous media with a very wide range of structural parameters such as porosity, cell size distribution, geometries or materials used. These can thus be designed and used for several applications such

as catalysis, volumetric solar absorbers, insulators, heat exchangers or gas-phase heat recovery. The foam structural and thermal parameters play a key role in the efficiency of the studied systems because of the coupling between the different physical phenomena involved such as conduction in the fluid/solid phase, convection, transport, radiation or chemical reaction. Their optimization necessarily requires better knowledge of the link between the porous heterogeneous medium and the coupled heat transfer mechanisms and this can be achieved by using numerical and experimental tools.

Nowadays, combined heat transfers can be solved directly on complex geometry at the sample scale, i.e. at a scale equal to a few (dozen of) size of pores, but this becomes difficult at the scale of the system itself. Therefore, it is very common for the thermal problem to be simplified by considering foam as a homogeneous medium with equivalent thermal properties, which represents the overall thermal transport through the medium and has to be characterized. In this framework, a unique Equivalent Thermal Conductivity (ETC), which can include conduction, convection and radiation has been widely considered. Interested readers can refer to [2], which gives a broad overview of the studied geometries in different scopes of validity. Analytical solutions or numerical tools have been provided for the simplest geometries [3] while numerical or experimental characterization procedures have been developed to study 3D complex porous geometries. The thermal behavior of metallic foams at ambient temperature were studied by Coquard and Baillis [4] or by R. Wulf et al. [5] who used a numerical hot guarded plate method from tomographic images. Zhao et al. [6], Fend et al. [7] and Coquard et al. [8] used respectively an experimental guarded hot plane, a transient plan source and a flash method. Such studies can be used to explore the validity of the theoretical models described above, validate employed characterization procedures and highlight the main thermal or geometrical properties in heat transport.

Ceramic and metallic foams are particularly interesting for high-temperature applications in which radiation transfer plays a major role. The description of the radiative behavior in such media through the identification of equivalent optical properties has mostly been studied independently of the other modes of heat transport. Authors like Tancrez and Taine [9], Guévelou et al. [10] or Loretz et al. [11] proposed numerical methods based on ray-tracing approaches and provided correlations from tomographic images while authors like Hendricks and Howell [12] or Baillis et al. [13] performed a spectral estimation of equivalent radiative properties from spectrometric measurements. Characterization following an entirely numerical procedure requires efficient modeling of the coupled thermal transfers directly on the complex and 3D heterogeneous medium. Solving this problem can remain quite tricky and time-consuming because of the different nature of the two modes of heat transfer. Indeed, sufficiently finely resolved and realistic geometry and optimized solvers for each of the transport modes are required to achieve this. To our knowledge, very few studies have focused on the numerical identification of equivalent properties of foams with coupled conductive and radiative transfer. Some authors like Mendes et al. [14] have proposed using a numerical hot guarded plate applied to metallic foams at high temperature and demonstrated the limits of using the Rosseland approximation to describe the equivalent radiative conductivity. Subsequently, these same authors developed a complete numerical study [15] to determine the possible bias generated by simplified radiative modeling of the medium (heterogeneous, homogeneous, Rosseland...). Empirical laws were then provided to make modeling these heterogeneous environments easier. Very recently, Vignoles and Ortona [14] proposed an original stochastic method to model both conduction and radiation in ceramic/metallic foams and fibers and identified total equivalent properties.

Experimental measurements of the conductivity of foams at high temperature are not common at all. The characterization procedure requires the use of a fast and accurate coupled model. Zhao et al. [6], Coquard and Baillis [16] and Mendes et al. [17] used the method

involving a hot guarded plate while Coquard et al. [18] used the hot-wire to study coupled heat transfers in expanded polystyrene foams. Niezgoda et al. [19] applied the flash method to the study of a silica aerogel and other thermal insulators such as low density foams. However, due to a lack of sensitivity or to correlations between parameters, the identification of equivalent radiative properties was difficult and was performed separately. For the very first time, Coquard et al. [8] simultaneously characterized an equivalent conductivity and equivalent absorbing and scattering coefficients for metallic and ceramic foams (Zirconia, FeCr alloy, Mullite and NiCrAl) over a temperature range between 296 K and 673 K. The authors of the present paper recently reported this kind of characterization at temperatures up to 1000 K applied to SiC and SiSiC foams taking into account a wide variety of influential parameters such as the geometry of cells, pore diameter, bulk conductivity, the reference temperature and so on [20]. Nevertheless, this kind of experimental characterization is always time-consuming and costly, especially when aiming high temperatures. Moreover, the large number of possible combinations of intrinsic parameters makes a systemic parametric exploration difficult as this requires the right samples to be available. A numerical approach is thus necessary to assist with experimental characterization and anticipate needs.

As explained above, the numerical resolution of coupled heat transfers directly on complex geometry remains tricky and requires efficient numerical tools. To our knowledge, deterministic methods are commonly used such as the Finite Element Method (FEM) for conduction and the Discrete Ordinate Method for radiation [5,15,21,22]. Recently, Fournier et al. [23] suggested the idea of solving multi-physical phenomena with a single Monte-Carlo algorithm. They also showed that this kind of algorithm can be constructed if the set of considered equations can be written as a Fredholm equation of the second kind corresponding to the linear heat transfer framework. Based on an integral formulation, a recursive (backward in time) algorithm computes the temperature at a given time and at a given location (probe calculation) of a complex 3D geometry. The different heat transfer modes are solved at once so there is no need to couple two independent solvers. As this method requires only a surface mesh, it is very practical to use and convenient for dealing with geometric and multiphysical complexities. Moreover, coupling this with tools developed by the image synthesis community (such as hierarchical grids) means performance levels can be increased by reducing computation times and through a demonstrated insensitivity to the mesh refinement [24]. Caliot et al. [25] applied this algorithm in a stationary case involving a structured foam made of Kelvin cells. This approach has been validated for conductive and radiative transfers by comparison with a deterministic method. Ibarrart et al. [26] extended this to consider coupled conductive, advective and radiative heat transfers while Penazzi et al. [27] studied the case of a semi-transparent medium. Assuming the linearity of heat transfers is a not limiting factor because only a small increase of the equilibrium temperature of the medium is required in most of the characterization methods, including the flash method. Moreover, recent studies have shown that solutions can be found to manage nonlinear problems [28]. Finally, the Monte-Carlo algorithm and in particular its probe calculation aspect as proposed by Fournier et al. [23] appears highly suitable to use in the field of thermal characterization as it provides the solution to the direct model on the complex geometry. In this paper, we propose to apply the algorithm to the particular case of the flash method and to demonstrate the high potential of this approach for the study of coupled transfers in a heterogeneous medium.

In the following, we shall first describe the thermal problem and governing equations concerned by our work. Secondly, we shall go on to describe the generic principle of the Monte-Carlo algorithm, which allows geometrical and multiphysical complexities to be dealt with in a very practical and efficient way. The complete methodology and the particular configuration of the flash method are detailed. Compared to previous studies [25–27], the present problem requires a transient solution. Thus, a validation case is provided for a 3D geometry which could

be useful as a benchmark case for further algorithmic improvements. A comparison with a calculation performed by a commercial software based on deterministic methods also helps highlight the interests of our approach. Next the construction of the geometry of foams is presented and the identification procedure based on the numerically obtained thermograms is briefly described. Finally, a parametric study is presented. The influence of main parameters is studied including porosity, size of the cells, bulk conductivity of the foam struts, the bulk emissivity and the reference temperature on the total heat transfer.

2. Methods

As explained previously, the flash method is an efficient method for measuring the total equivalent conductivity of a semi-transparent medium. In addition, the transient nature of this characterization method means it is possible to separate different contributions and the authors successfully achieved this to characterize experimentally silicon carbide foams at high temperature [20]. The idea of the present paper is to replace an experimental flash method by an entirely numerical one. Although the guarded hot plate or hot wire methods appear as references and are also well suited for such an identification of thermal properties, only the flash method is discussed here to benefit from the previous experience developed and allow comparison. However, there is no limit to the extension of the methodology described in this section to other characterization techniques.

In the experimental flash method (cf. Fig. 1(a)), a sample at thermal equilibrium T_I is excited with a short duration heat flux $\Phi(t)$ on its front face. The transient evolution of the mean surface temperature of the rear face $T(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)$ is measured with an infrared detector or an infrared camera. It is common to place the sample between two soleplates or to cover each face with a black coating [8,20] Here this is necessary because of the semi-transparent nature of the sample and because of the experimental configuration used. The first soleplate absorbs the incident radiative heat flux and avoids the direct transmission of the laser excitation to the detector. The second is useful to avoid measuring volumetric emission. This means that a proper spatially averaged temperature can be measured. Finally, the porous medium is considered under vacuum, such that no natural convection or conduction through the fluid phase can occur. This choice was only made to isolate and identify conduction through the solid phase but no experimental or numerical limitations prevent such study of the influence of the fluid phase. After a presentation of the context of the study, the following section is dedicated to the description of the methodology used to provide the coupled direct model describing the heat transfer through the heterogeneous medium.

2.1. Monte-Carlo Method: General case

Fundamentally, the Monte Carlo (MC) method is a method that estimates integrals (and discrete sums) by interpreting them as expectations. Any quantity that can be expressed in an integral form can be estimated using a MC algorithm, including differential problems that are initially formulated outside the framework of stochastic processes [29,30]. In this paper, our work aimed to compute the temperature at location \mathbf{x}_{obs} and at time t , by following a large number of paths crossing the complex geometry. The temperature $T(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)$ is then the expectation of a random variable $\Theta(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)$:

$$\bar{T}(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t) = \mathcal{E}[\Theta(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)] \approx \frac{1}{N_{\text{mc}}} \sum_{i=1}^{N_{\text{mc}}} \theta_i \quad (1)$$

with $\bar{T}(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)$ the Monte-Carlo estimator of $T(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)$, Θ a random variable and θ_i the i th realization of this variable, which is determined from the i th path inside the calculation domain. A path starts at the location \mathbf{x}_{obs} and at the time t where and when the temperature needs to be computed. A path stops when a known temperature such as the initial condition or a Dirichlet boundary condition is reached. The achieved temperature is retained as the weight of the i th realization of the algorithm.

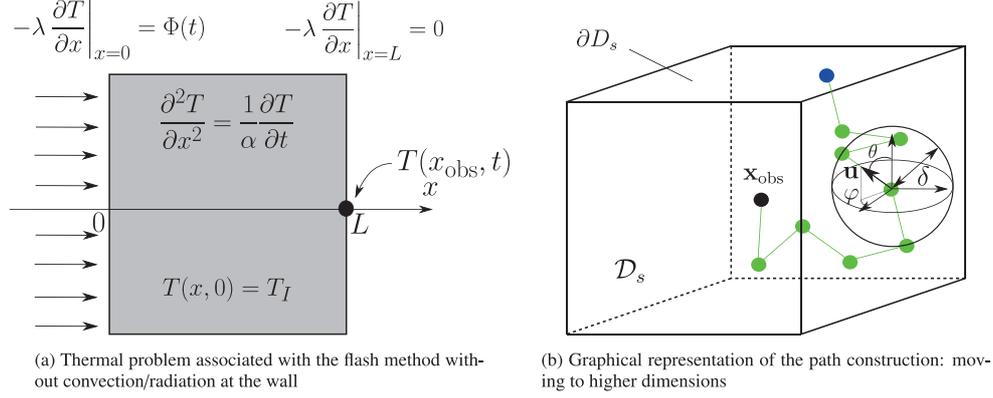


Fig. 1. Principle of the flash method and walking technique for conduction.

2.2. Monte-Carlo Method: Conductive path

Concerning the conduction, the transient Energy Balance Equation (EBE) is:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \nabla^2 T \quad \forall \mathbf{x} \in D_s \quad (2)$$

One way to solve the given thermal problem is to use the finite difference method. In the case of a unidirectional problem, using an explicit Euler scheme (order 1) to approximate the time derivative, and a centered scheme (order 2) for the spatial derivative, the EBE (cf. Eq. (1)) becomes :

$$\frac{T(x, t) - T(x, t - \tau)}{\tau} = \frac{\alpha}{\delta^2} [T(x + \delta, t - \tau) - 2T(x, t - \tau) + T(x - \delta, t - \tau)] \quad (3)$$

with δ the spatial discretization step and τ the temporal discretization step. The temperature at position x and time t is thus expressed as:

$$T(x, t) = \mu T(x + \delta, t - \tau) + (1 - 2\mu)T(x, t - \tau) + \mu T(x - \delta, t - \tau) \quad (4)$$

with $\mu = \alpha\tau/\delta^2$. For this example, the Courant–Friedrichs–Lewis (CFL) condition requires $\mu \leq 1/2$ for the explicit scheme to be stable. Following this condition, Eq. (4) allows a probabilistic interpretation and is used to construct propagation paths:

$$T(x, t) = p_r T(x + \delta, t - \tau) + p_c T(x, t - \tau) + p_l T(x - \delta, t - \tau) \quad (5)$$

It is then possible to construct a walk based on the corresponding 1D regular mesh of step δ , with p_r , p_c and p_l the probabilities associated with a computation of the temperatures $T(x + \delta, t - \tau)$ (on the right), $T(x, t - \tau)$ (in the center) and $T(x - \delta, t - \tau)$ (on the left), respectively. Each move δ requires a time decrement τ . If the temperature at a new location at time $t - \tau$ is unknown, the process is thus continued recursively until a known temperature such as a boundary (Dirichlet) temperature or the temperature at the initial time is reached.

The transition from this kind of walking technique to a three-dimensional grid is straightforward. It was initially proposed by Haji-Sheikh and Sparrow [31] and allow to simulate a Brownian motion process. However, the previous example is described so that the purpose of the walk building process can be better understood. This type of walk is actually not practical when dealing with boundary conditions which are different from Dirichlet in complex geometry because of the derivative terms with respect to the normal. Therefore the same authors proposed a walk based on a sphere. In a spherical coordinate system, the formal solution of Eq. (1) at a given position \mathbf{x} (here \mathbf{x} is the position in 3D and has thus 3 coordinates) and at time t is:

$$T(\mathbf{x}, t) = \int_{F=0}^1 \int_{G=0}^1 \int_{\tau=0}^t T(\mathbf{x} + \delta \mathbf{u}, t - \tau) dF(\varphi) dG(\theta) dH(\tau) \quad (6)$$

$$\begin{cases} F(\varphi) = \varphi/2\pi, & G(\theta) = \frac{1}{2}(1 - \cos(\theta)) \\ H(\tau) = 1 + 2 \sum_{p=1}^{\infty} (-1)^p \exp(-ap^2\pi^2\tau/\delta^2) \end{cases} \quad (7)$$

with δ the radius of a sphere centered in \mathbf{x} , θ the polar angle and φ the azimuthal angle. As in the previous example, Eqs. (6) and (7) also admit a probabilistic interpretation. The quantities F , G and H can be regarded as cumulative density functions of the azimuthal angle φ , the polar angle θ and the time decrement τ , respectively. The latter expression can be thus rewritten:

$$T(\mathbf{x}, t) = \int_{4\pi} p_U(\mathbf{u}) d\mathbf{u} \int_0^\infty p_T(\tau) d\tau [H(t - \tau \leq 0) T_I + H(t - \tau > 0) T(\mathbf{x} + \delta \mathbf{u}, t - \tau)] \quad (8)$$

with $p_U(\mathbf{u})$ and $p_T(\tau)$ the probability densities associated with the sampling of a direction \mathbf{u} and a time τ , respectively. H is the Heaviside function. Three random numbers uniformly distributed between 0 and 1 allow us to sample a direction \mathbf{u} and a time τ . In the case of an infinite medium, the corresponding algorithm to Eq. (8) is described in algorithm 1:

Algorithm 1 Sampling of a conductive path (infinite medium)

```

Sample a direction of travel  $\mathbf{u}$  according to  $p_U$ 
Sample a time  $\tau$  according to  $p_T$ 
if  $t \leq \tau$  then
     $T(\mathbf{x}, t) = T_I$  (initial condition)
else
     $T(\mathbf{x}, t) = T(\mathbf{x} + \delta \mathbf{u}, t - \tau)$  (recursivity)
end if

```

Hence, if the initial condition is not reached, the path is placed in $\mathbf{x} + \delta \mathbf{u}$ and the time t associated with the path is decremented by the quantity τ . A random walk based on the construction of a sphere is generated through iteration as shown in Fig. 1(b). In the case of a finite medium, the conductive path stops if the initial condition or if a boundary where temperature is known is reached.

2.3. Monte-Carlo Method: radiative path

This paper only deals with the case of an opaque medium and a transparent void phase to simulate experimental conditions of our previous study [20]. However, the present method is not only limited to this type of interface condition and can be extended, for example, to the case of a semi-transparent medium or to a convective exchange.

In our case, the radiative transfer is thus limited to a surface-to-surface exchange. The coupling between conduction and radiation is thus carried out at the solid/void interface ∂D_{sf} . The balance of the conductive and the radiative fluxes is written as follows:

$$\mathbf{n} \cdot \lambda_s \nabla T = \int_{2\pi} |\mathbf{v} \cdot \mathbf{n}| \epsilon (I^0(\mathbf{x}_b) - I(\mathbf{x}_b, -\mathbf{v})) d\mathbf{v} \quad (9)$$

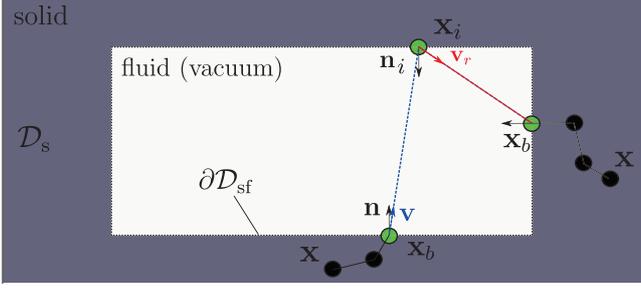


Fig. 2. Conductive–radiative coupling, case of opaque surfaces: ray-tracing within the fluid phase (vacuum).

with ϵ the emissivity of the surface (uniform and hemispherical), \mathbf{n} the unitary outward vector normal to the surface, λ_s the thermal conductivity of the solid, \mathbf{x}_b the position at the solid/void boundary, \mathbf{v} the direction, I^0 the blackbody intensity and I the intensity. For the sake of simplicity, radiative quantities averaged on the whole spectrum are considered.

As described in [25], the wall temperature is non-linearly dependent on the blackbody intensity which means the latter must be linearized around a reference temperature T_{ref} :

$$I^0(\mathbf{x}_b) = \frac{\sigma}{\pi} T^4(\mathbf{x}_b) \approx \frac{\sigma}{\pi} T_{\text{ref}}^4 + 4 \frac{\sigma}{\pi} T_{\text{ref}}^3(\mathbf{x}_b) (T(\mathbf{x}_b) - T_{\text{ref}}) \quad (10)$$

with σ the Stefan–Boltzmann constant. As previously discussed, this assumption does not pose particular problems in the case of the thermal characterization methods used because of the low temperature elevation of the sample (just a few Kelvin) relative to the equilibrium temperature. As the void phase is transparent, the incident intensity at the wall $I(\mathbf{x}_b, -\mathbf{v})$ is equal to the intensity leaving from \mathbf{x}_i in the direction $-\mathbf{v}$:

$$I(\mathbf{x}_b, -\mathbf{v}) = I(\mathbf{x}_i, -\mathbf{v}) = \epsilon I^0(\mathbf{x}_i) + \int_{2\pi} p_R(\mathbf{x}_i) \rho' |\mathbf{v}_r \cdot \mathbf{n}_i| I(\mathbf{x}_i, -\mathbf{v}_r) d\mathbf{v}_r \quad (11)$$

with $p_R(\mathbf{x}_i) \rho'$ the Bidirectional Reflectance Distribution Function, which is the product of a probability density over the reflected directions \mathbf{v}_r and the directional-hemispherical reflectivity. \mathbf{n}_i is the outward normal at the location \mathbf{x}_i . According to Eq. (11), the incident intensity is therefore decomposed into an emission term and a reflection term integrated over the directions \mathbf{v}_r . In this expression, the incident intensity $I(\mathbf{x}_i, -\mathbf{v}_r)$ can also be decomposed according to Eq. (11), which gives rise to nested integrals and leads to an iterative algorithm. Finally, we can express the incoming intensity as a function of an intensity emitted from an unknown position \mathbf{x}_γ . The latter intensity can reach the location \mathbf{x}_b in the direction $-\mathbf{v}$ after zero, one or multiple reflections. For the sake of clarity, the corresponding nested multiple integrals are simply represented by one integral on the space of optical paths Γ :

$$I(\mathbf{x}_b, -\mathbf{v}) = \int_{\Gamma} p_{\Gamma}(\gamma) I^0(\mathbf{x}_{\gamma}) d\gamma \quad (12)$$

with $p_{\Gamma}(\gamma)$ the probability density associated with an optical path γ .

By injecting Eqs. (10) and (12) (linearized) in Eq. (9), we can write:

$$\begin{aligned} -\mathbf{n} \cdot \lambda_s \nabla T &= 4\epsilon\sigma T_{\text{ref}}^3 \left(T(\mathbf{x}_b) - \int_{2\pi} \frac{|\mathbf{v} \cdot \mathbf{n}|}{\pi} d\mathbf{v} \int_{\Gamma} p_{\Gamma} d\gamma T(\mathbf{x}_{\gamma}) \right) \\ &= h_{\text{rad}} \left(T(\mathbf{x}_b) - \int_{2\pi} p_{\mathbf{V}}(\mathbf{v}) d\mathbf{v} \int_{\Gamma} p_{\Gamma} d\gamma T(\mathbf{x}_{\gamma}) \right) \\ &= h_{\text{rad}} (T(\mathbf{x}_b) - T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_b)) \end{aligned} \quad (13)$$

with h_{rad} a radiative exchange coefficient. T_{rad} represents an average radiative temperature seen at the interface and due to the radiative

exchanges through the void phase. The latter quantity can be estimated with the following algorithm (cf. algorithm 2), which is the corresponding algorithmic interpretation of Eqs. (12) and (13):

Algorithm 2 Sampling of a radiative path: estimate $T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_b)$

```

Sample a direction of travel  $\mathbf{v}$  according to  $p_{\mathbf{V}}$ 
Evaluate a first intersection  $\mathbf{x}_i$ 
Sample canonically a random number  $r$  in  $[0, 1]$ 
if  $r \leq \epsilon$  then
   $T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_b) = T(\mathbf{x}_i)$  (absorbed)
else
  Sample a new direction  $\mathbf{v}_r$  according to  $p_R$ 
   $T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_b) = T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_i)$  (recursivity)
end if

```

Hence, an emission direction obeying a lambertian law is sampled when evaluating the radiative temperature. Then, until an absorption event is achieved, the path jumps through the void phase as represented in Fig. 2. At each new reflection, a new direction according to the BRDF is sampled. Each jump does not imply time decrementation because of the very high velocity of radiative transfers compared to other heat transfer modes such as conduction in the solid phase.

2.4. Monte-Carlo Method: Computation of the wall temperature

As was the case for the EBE, a finite difference scheme (order 1) requiring the introduction of an infinitesimal length δ_b is used. The conductive heat flux in Eq. (13) is therefore approximated as:

$$-\mathbf{n} \cdot \lambda_s \nabla T \approx -\frac{\lambda_s}{\delta_b} (T(\mathbf{x}_b) - T(\mathbf{x}_b - \delta_b \mathbf{n})) \quad (14)$$

By injecting Eq. (14) in Eq. (13), the wall temperature is expressed:

$$T(\mathbf{x}_b) = \frac{h_{\text{rad}}}{\lambda_s/\delta_b + h_{\text{rad}}} T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_b) + \frac{\lambda_s/\delta_b}{\lambda_s/\delta_b + h_{\text{rad}}} T(\mathbf{x}_b - \delta_b \mathbf{n}) \quad (15)$$

Hence, the temperature at the interface in Eq. (15) can be interpreted as the average of two temperatures weighed by two associated probabilities p_{rad} and p_{cond} :

$$p_{\text{rad}} = \frac{h_{\text{rad}}}{\lambda_s/\delta_b + h_{\text{rad}}} \quad (16a)$$

$$p_{\text{cond}} = \frac{\lambda_s/\delta_b}{\lambda_s/\delta_b + h_{\text{rad}}} \quad (16b)$$

The corresponding Monte-Carlo algorithm is straightforward as described in algorithm 3:

Algorithm 3 Computation of the wall temperature $T(\mathbf{x}_b)$

```

Sample canonically a random number  $r$  in  $[0, 1]$ 
if  $r \leq p_{\text{cond}}$  then
   $T(\mathbf{x}_b) = T(\mathbf{x}_b - \delta_b \mathbf{n}) = T(\mathbf{x}, t)$  (conductive path cf. algorithm 1)
else
   $T(\mathbf{x}_b) = T_{\text{rad}}(\mathbf{x}_b)$  (radiative path cf. algorithm 2)
end if

```

2.5. Monte-Carlo Method: Computation of the wall temperature (non diffusive wall)

Considering a given non-emitting ($\epsilon = 0$) wall ∂D_{Φ} , excited by a transient heat flux $\Phi(t)$, the balance at the interface is:

$$\mathbf{n} \cdot \lambda_s \nabla T = \Phi(t) \quad (17)$$

densities. The initialization can then be easily performed following algorithm 4:

Algorithm 4 Sampling of a spatially averaged temperature: Initialization

Sample location x according to $p_X(x)$

Sample location y according to $p_Y(y)$

Set position \mathbf{x}_{obs}

$T_{\text{rf}}(t) = T(\mathbf{x}_{\text{obs}}, t)$ (recursivity)

2.7.2. Computation of the Monte-Carlo weight

All paths start at the time of interest t and at the position \mathbf{x}_{obs} sampled uniformly on the rear face (cf. Section 2.7.1). Let us define γ , a given path that reaches the location $\mathbf{x}_\gamma^{(j)} \in \partial D_\Phi$ (excited surface) for the j th times. This path γ , after a given number of jumps, has an associated time $t - \tau_\gamma^{(j)}$ and the probability density associated with sampling such a path is $p_\Gamma^{(j)}(\mathbf{x}_{\text{obs}})$. Hence, in the space of the paths D_Γ , the rear face temperature calculation can be summarized as:

$$T_{\text{rf}}(t) = \mathcal{H}(t - \tau_\gamma^{(1)} \leq 0) \times T_I + \mathcal{H}(t - \tau_\gamma^{(1)} > 0) \times \int_{D_\Gamma^{(1)}} p_\Gamma^{(1)}(\mathbf{x}_\gamma^{(1)}) d\mathbf{x}_\gamma^{(1)} \left[T(\mathbf{x}_\gamma^{(1)} - \delta_b \mathbf{n}, t - \tau_\gamma^{(1)}) + \frac{\Phi(t - \tau_\gamma^{(1)}) \delta_b}{\lambda_s} \right] \quad (21)$$

The present algorithm developed for describing the flash method has two important characteristics.

- A path stops only when the initial condition T_I (the only known temperature) is reached.
- As described in Section 2.5, the Monte-Carlo weight is incremented when the path reaches the excited face. After this kind of interaction, the walk continues as a conductive walk within the solid phase.

Hence, the Monte-Carlo weight associated with the i th realization of the algorithm can be simply written as:

$$\theta_i = T_I + \underbrace{\sum_{j=1}^{J_i} \mathcal{H}(t - \tau_\gamma^{(j)} > 0) \frac{\Phi(t - \tau_\gamma^{(j)}) \delta_b}{\lambda_s}}_{S_{ij}} \quad (22)$$

with J_i the number of interactions with the excited face of the i th realization of the MC algorithm. Thus, the MC estimator $\bar{T}_{\text{rf}}(t)$ at a given time t is:

$$\begin{aligned} \bar{T}_{\text{rf}}(t) &\approx \frac{1}{N_{\text{mc}}} \sum_{i=1}^{N_{\text{mc}}} \theta_i \\ &= \frac{1}{N_{\text{mc}}} \sum_{i=1}^{N_{\text{mc}}} \left(T_I + \sum_{j=1}^{J_i} S_{ij} \right) \\ &= T_I + \frac{1}{N_{\text{mc}}} \sum_{i=1}^{N_{\text{mc}}} S_i \end{aligned} \quad (23)$$

with:

$$S_i = \sum_{j=1}^{J_i} S_{ij} \quad (24)$$

the source term for the i th realization of the MC algorithm. In other words, the temperature of the rear face at a time t is simply the temperature at the initial condition ($t = 0$) increased by a given amount due to the energy the flash brings to the front face.

It should be noted that the computation is performed for a given and a unique value of t . Computing an entire thermogram thus requires time discretization in N_t values in the $[0, t_{\text{max}}]$ interval and the calculation of the temperature performed for each of these times. Efficient and correct storage of the information generated thus far would mean computing

the entire thermogram using only the largest time t_{max} could be carried out with great rapidity but the results obtained for different times but computed from the same paths would not be statistically independent. Hence, a Monte-Carlo calculation composed of N_{mc} paths for each value of the time interval is preferable and thus was carried out in this work.

2.7.3. Complete formulation of the algorithm

The complete formulation of the algorithm for one realization of the algorithm is fully described in Fig. 5. It summarizes all the previous described steps of the procedure. The interactions with walls (identified by a surface mesh) are added and ensure the transition between conductive and radiative paths.

- The starting point is to sample the starting position on the rear face and to set the starting time (Input, cf. Section 2.7.1). Then, the Monte-Carlo weight and estimator of the source are set at 0.
- The loop starts with a test which consists in determining if the considered position is on a boundary (TB). If this test is negative, the conductive path is performed (C1–C5, cf. Section 2.2). Otherwise, the algorithm determines which boundary is reached (TB1 and TB2). If the path is located on the excited face, the estimator of the source S is increased (B1 and B2, cf. Section 2.5).
- If the path is located on a diffusive wall, a Bernoulli test is performed (B4–B5) to determine whether the path follows a conductive path in the solid or a radiative path through the void phase (cf. Section 2.4).
- If the path follows a conductive path, it is simply put back (B3) within the solid phase at a distance δ_b from the boundary. Otherwise, the walk continues as a radiative path (R1–R5, cf. Section 2.3)
- The path is stopped when the associated time becomes negative (cf. Section 2.7.2). The resulting Monte-Carlo weight is stored for this realization of the algorithm and a new path is initialized.

3. Validation on combined conductive and radiative transfers: 3D heterogeneous geometry, benchmark configuration

The purpose of this section is to validate the methodology described above as a direct model for its application in the framework of an inversion procedure to identify equivalent thermophysical properties. The interest of the method is highlighted, a step by step development of the coupled thermal problems to be treated is described and benchmark results are proposed. Firstly, in the case of a flash method configuration, a purely conductive medium is considered. Then, both conductive and radiative transfers are solved on a one-dimensional problem and an effective thermal diffusivity is identified. For the sake of brevity, both validation cases are provided in Appendix. Finally, a verification of the solution by comparing with a commercial software like Comsol® is provided on a 3D heterogeneous geometry.

To validate the MC algorithm to compute the transient solution in the case of a 3D complex geometry, solutions obtained by the MC method are compared with more common approaches like the deterministic methods used in commercial resolution software. As represented in Fig. 6(a), a heterogeneous 3D honeycomb geometry was considered. This geometry was chosen to be simple enough to be easily reproduced and used as a benchmark for further studies, but also complex enough to be comparable to a porous structure made of solid struts which is commonly studied in engineering science. It is demonstrated in both Appendices A.1 and A.2 that taking a transient heat flux or periodic boundary conditions into account does not cause any particular difficulties. This kind of study can be easily reproduced in future works on the development of the Monte-Carlo method for combined transfers.

The thermal problem is represented in Fig. 6(b). z_{max} and x_{max} are the dimensions of the structure. Square channels with side $2 \times$

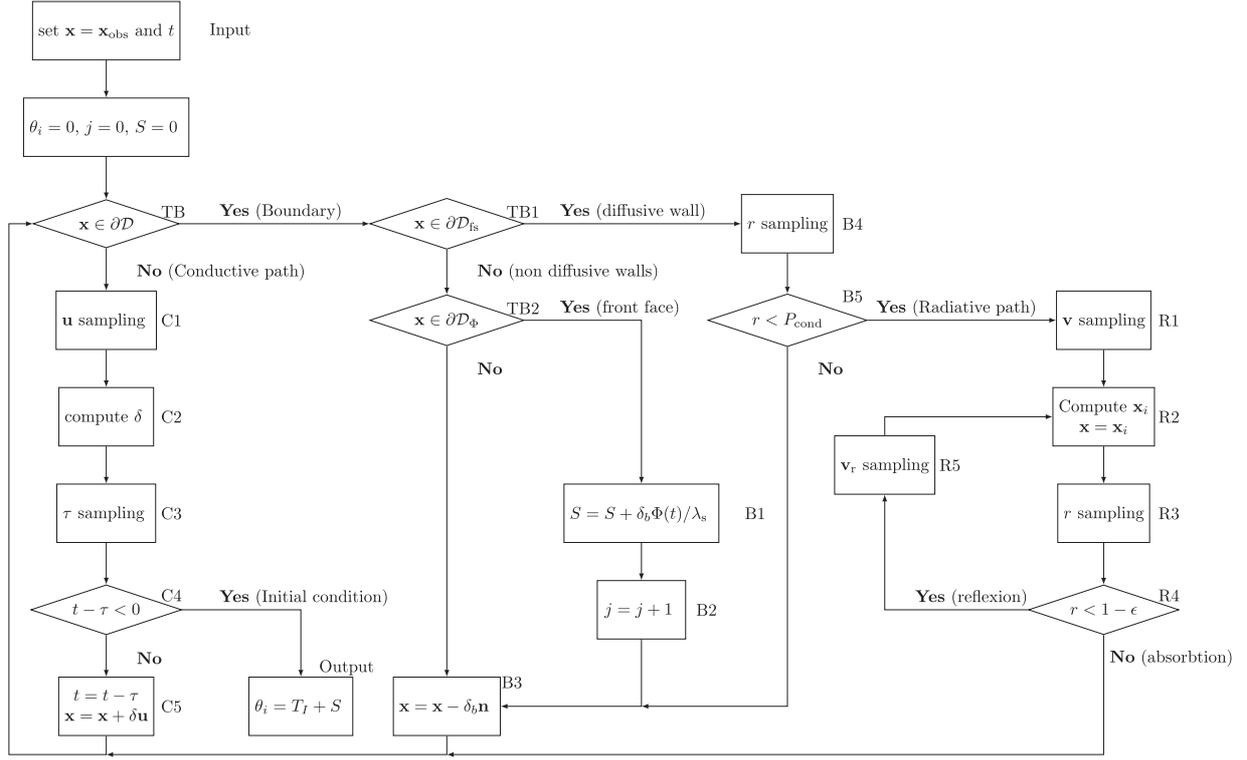


Fig. 5. Detailed description of the computation of one realization of the transient conductive–radiative MC algorithm : application to the flash thermogram.

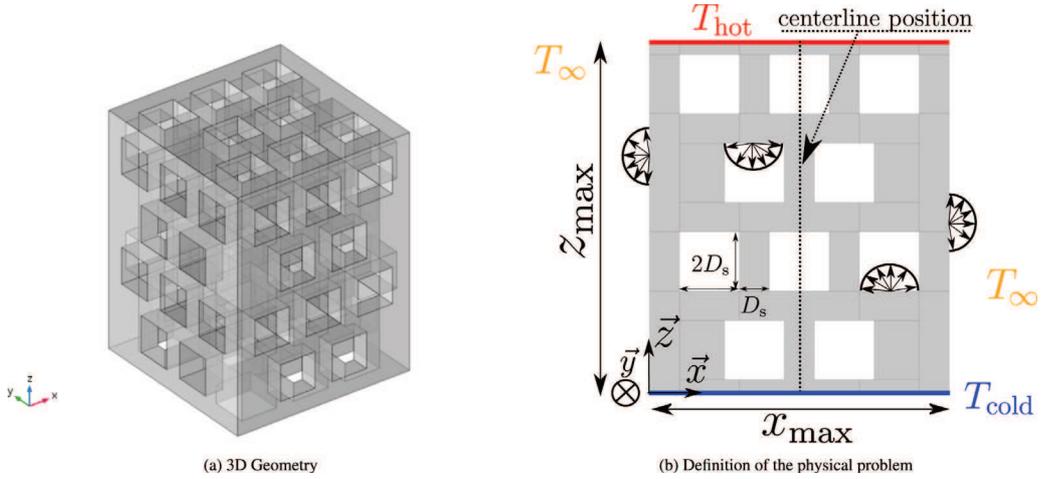


Fig. 6. Studied benchmark case.

D_s define the void phase while square channels with side D_s represent the struts (solid phase). The solid is assumed to be opaque with a unit emissivity. As described in Section 2, conduction only occurs in the solid phase while radiative transfer only occurs in the void phase.

As represented in Fig. 6(b), the thermal boundary conditions are T_{hot} , the temperature imposed on the upper boundary, T_{cold} , the temperature imposed on the lower boundary and T_{∞} the ambient radiative temperature (infinitely, far from the geometry). The structure is under vacuum so that no natural convection can occur. Surfaces can exchange with the environment through radiation. The reference temperature and the ambient temperature are set so that $T_{\text{ref}} = T_{\infty} = (T_{\text{hot}} + T_{\text{cold}})/2$, the average between the two imposed temperatures. At the initial time, the entire structure is in equilibrium at T_{cold} .

Dimensionless temperature differences, radiative Biot number and dimensionless temperature are defined as:

$$\Delta T^* = \frac{T_{\text{hot}} - T_{\text{cold}}}{T_{\text{ref}}}; \quad Bi = \frac{h_{\text{rad}} z_{\text{max}}}{\lambda_s}$$

$$T^* = \frac{T(x_{\text{obs}}, t) - T_{\text{cold}}}{T_{\text{hot}} - T_{\text{cold}}} \quad (25)$$

The dimensionless lengths and time are defined such as $z^* = z/z_{\text{max}}$, $y^* = y/y_{\text{max}}$, $x^* = x/x_{\text{max}}$ and $t^* = (\alpha_s t)/z_{\text{max}}^2$. This problem was solved both by the present Monte Carlo method and by COMSOL multiphysics[®]. In the case of the latter, conduction is solved by a finite element method and radiation by the radiosity method, which is well suited to this problem involving surface-to-surface radiative exchanges. Comsol simulation was carried out using 1900 mesh points forming 4563 tetrahedrons and 4008 triangles and automatic time step was used.

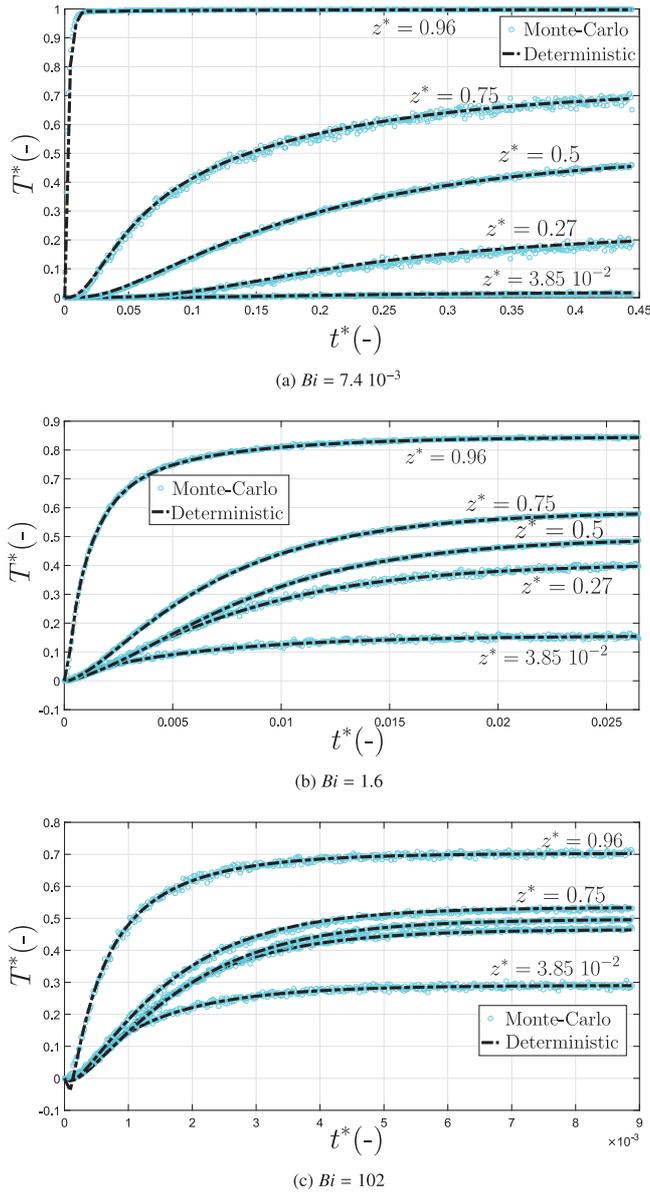


Fig. 7. Transient temperature along the z centerline for different values of Biot number and for low temperature gradient $\Delta T^* = 0.1$.

In the case of the Monte-Carlo method, the associated algorithm to solve such a configuration is easily deduced from the methodology described in Section 2. All paths started at the time and position of interest and then a combined conductive and radiative random walk was performed. A path stopped when a known temperature such as T_{cold} , T_{hot} or T_{∞} was reached and this temperature was retained as a realization of the MC algorithm. Then, a new path was initialized. A low dimensionless temperature gradient was deliberately chosen ($\Delta T^* = 0.1$) to ensure the assumption of linearity of the radiative heat exchanges to be valid.

Transient results obtained with the stochastic and deterministic methods for different positions $z^* = [0.039, 0.27, 0.5, 0.75, 0.96]$ for $x^* = y^* = 0.5$ (centerline position cf. Fig. 6(b)) are drawn in Fig. 7. Each sub-figure corresponds to:

- Fig. 7(a), $Bi = 7.4 \cdot 10^{-3}$ conduction is dominant
- Fig. 7(b), $Bi = 1.6$ conduction and radiation have a similar influence
- Fig. 7(c), $Bi = 102$ radiation is dominant

The dimensionless temperature as a function of the dimensionless time is represented for each radiative Biot number and position in Fig. 8. This figure shows a comparison between the Monte-Carlo method and the deterministic method at the steady state. The dimensionless temperature as a function of the dimensionless position along the centerline is drawn. In all cases, a good level of agreement between the two methods is observed, which validates the use of the stochastic method described to provide a precise solution for a 3D complex geometry and for the thermal problem targeted. The transient variation of the temperature (thermogram) is correctly calculated with the MC algorithm. We observe an increase in the rate of heat transfer (it should be noted that the scale of time axis is significantly different for each sub-graph) with the increase in radiation transfer, i.e. an increase in the total equivalent diffusivity. Moreover, a decrease in the temperature gradients in the volume due to the increase of radiative exchanges is also noticed. These results are consistent with the literature on radiative transfer in semi-transparent media.

Fig. 9 shows one of the main interests of the Monte-Carlo method in our present case. In Section 2 we showed that the geometric complexity can be easily handled with tools provided by the computer graphics community (computation of the intersection between a path and the surface mesh) while the complexity of the problem can be easily managed thanks to the formulation of this kind of algorithm (multiple heat transfer modes with a single path). Here, a reduction of the computational time is observed when the role played by radiation increases. For simple problems, the effort to perform a MC simulation is more important than a deterministic one. Nevertheless, MC becomes advantageous with the increase of radiative propagation through the void phase.

This can be explained at the scale of one path. The calculation time is only linked to the capacity of a given path to reach a known temperature or heat sources and thus to end the random walk. Hence, it is linked to the speed of propagation for a given time t of the heat transfer between the source and the position of interest (probe computation). Assuming there is pure conduction, a path can only walk through the solid following a Brownian motion until it reaches T_{hot} or T_{cold} . This could be quite tricky, especially with thin struts, and could require a great deal of computation time. In the case of coupled conductive and radiative heat transfer, the paths can follow a radiative path through the void phase, which allows them to travel along a straight line between two interfaces. The distance traveled in one step of the algorithm is very large, especially through large void channels, compared to the distance traveled during one step of the conductive random walks. Hence, a path can reach T_{hot} , T_{cold} or even T_{∞} in a smaller number of iterations of the MC algorithm. Moreover, this phenomenon increases with the increase of the probability to follow a radiative path.

Fig. 9 represents the computing time and the dimensionless computing time according to the position z^* to perform a given number of realizations of the Monte-Carlo algorithm and for three different radiative Biot numbers on a single CPU Intel Xeon X5650. We note that:

- The computation time for a position at the center $z^* = 0.5$ logically corresponds to a maximum. This position is indeed the furthest from the known temperatures.
- The computation times decrease when the radiative transfer increases. This can be explained by the increase of the number of sampled radiative paths as described previously.
- The dimensionless computation times become insensitive to the starting position with the increase of radiative transfers. This can also be explained by the increase of the number of sampled radiative paths. Paths would evolve preferentially in the void phase and reach a known temperature with a low number of steps, whatever the starting point.

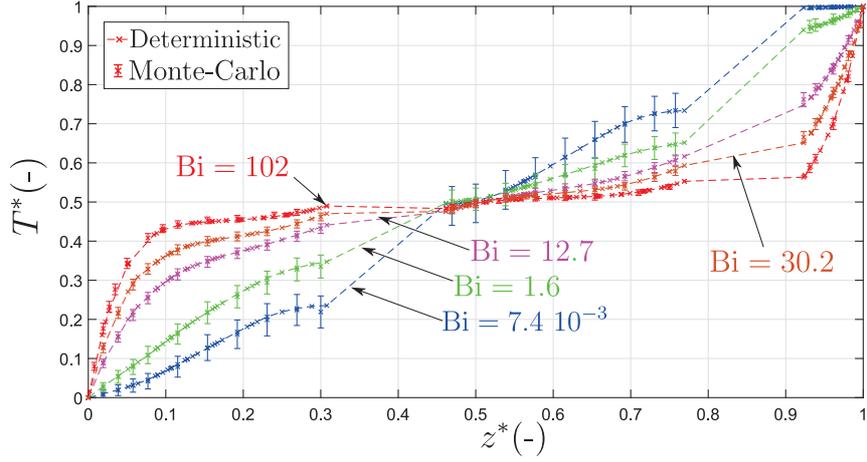
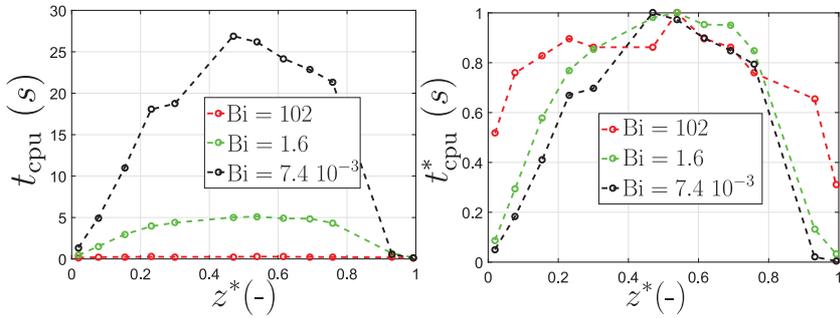
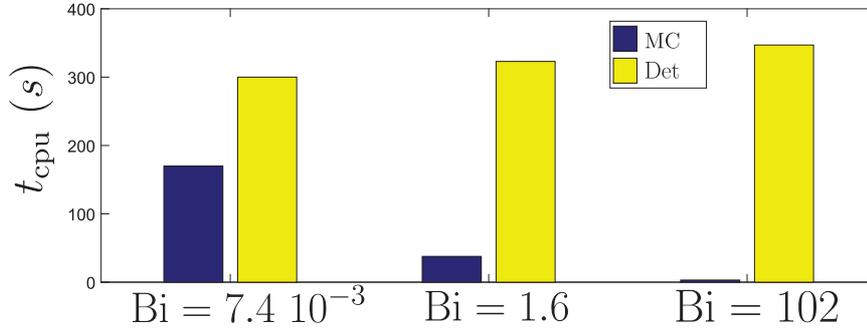


Fig. 8. Dimensionless temperature as a function of the dimensionless position for different radiative Biot numbers at steady-state.



(a) Computing time and dimensionless computing time as a function of the scaled position for the Monte-Carlo method at the steady state



(b) Comparison of the computing time between the Monte-Carlo method and the deterministic method at the steady state

Fig. 9. Computing time.

Fig. 9(b) shows the computing time required to compute the temperature for all the 11 positions for the same radiative Biot numbers in Fig. 9(a) with the MC algorithm. It is compared to the computing time required with the deterministic method (Comsol®) to obtain the whole field of temperature. The number of realizations of the MC algorithm was deliberately set to obtain a similar computing time between both methods for $Bi = 7.4 \times 10^{-3}$. As we have explained, it can be noted that the computing time needed with the MC method strongly decreases with the increase of the radiative transfers thus demonstrating better performances in this case. The access of the whole temperature field is not limiting as long as only a probe computation is required in the case of a characterization procedure. This study thus provides advice on choosing a method for a possible user. The deterministic method is preferable for high porosity media and purely conductive transfer while the Monte-Carlo method described was found to give better performances with coupled transfers.

4. Application to the characterization of porous media

The purpose of this section is to apply the proposed procedure to a numerical thermophysical characterization of heterogeneous structures. Firstly, the construction of the 3D surface mesh and the inversion procedure are detailed. Then, a parametric investigation of the different data of the problem is performed on Kelvin cells, which are commonly used as the geometry of reference in the frame of foams.

4.1. Studied geometries and construction

3D foam geometries are constructed using 3D images defined by structured grids of $V_x \times V_y \times V_z$ voxels, which can be obtained numerically (with a specific software) or experimentally with a scanning method like X-ray tomography. This article deals with the case of purely numerically generated foams with a structured matrix. They are based on

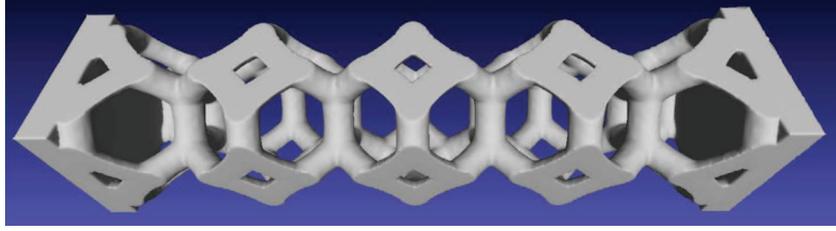


Fig. 10. Example of the studied geometry: four Kelvin cell sandwiched between two soleplates.

a repetition of a unitary tetrakaidecahedron (Kelvin cell) or of a cubic-shaped cell as used in the validation section (cf. Section 3). Nevertheless, as highlighted, the proposed method is easily expandable to a wide range of geometries such as randomly distributed matrix foams, fibers, packed spheres or even real X-ray tomographed foams. The initial raw data were obtained from a foam generator software named GenMat[®], which was developed by LTEN (Heat Transfer and Energy Laboratory at Nantes - UMR CNRS 6607) and IUSTI (Institut Universitaire des Systèmes Thermiques et Industriels - UMR CNRS 7343). Based on a watershed marker-based method, foams numerically generated by this software were validated by comparing with a reference SiC foam [10].

GenMat[®] provides a stack of grayscale images corresponding to the desired foams. Two stacks of plain material corresponding to the two soleplates (cf. Section 1) were added. Then, the surface mesh was generated with a robust marching-cube method available in 3DSlicer[®] (open-source software). Smoothing algorithms (surface preserved) or decimation algorithms (reducing the mesh refinement) can be also used and are available in Meshlab[®] and Blender[®] (open-source softwares). Finally, a good quality closed mesh was obtained as shown in Fig. 10.

4.2. Inversion of the thermogram — equivalent properties of the medium

The transient evolution of the temperature on the rear face is treated exactly as if it were an experimental thermogram. As the thermogram was obtained using a stochastic approach, the temperature calculated at any time is affected by a random error. It should also be noted that the standard deviation associated to each point is easy to obtain, which is one of the strengths of the Monte Carlo methods [32]. This standard deviation is proportional to the inverse of the square root of the number of Monte Carlo realizations (or of the computation time, this one being proportional to the number of calculated random walks in the medium). From the inversion point of view, this error is similar to the noise observed in an experimental thermogram obtained with a flash method (cf. Appendix A.1).

The inversion of the thermogram requires a direct model of the equivalent homogeneous media like any kind of inverse problem. Here the direct model aims to calculate the thermogram at the rear face of a homogeneous sample sandwiched between two soleplates. This thermogram is indeed the quantity provided by the Monte-Carlo algorithm. The thickness and thermal properties of the two soleplates are known and correspond to the values used in the Monte-Carlo code. The homogeneous medium representing the foam is characterized by its total equivalent thermal conductivity and equivalent specific heat. The direct model used for the inversion procedure is a 1D three-layer purely conductive model. The thermal problem is solved with a quadrupole method [33], which provides a simple semi-analytical solution. The equivalent total thermal diffusivity of the foam can be identified using this inverse method. The total equivalent conductivity can be deduced from the knowledge of the specific heat of the foam and its porosity. A Levenberg–Marquardt algorithm [34] was used to obtain the best match between the thermogram calculated on the actual sample structure (foam struts) with the Monte Carlo algorithm presented above and the thermogram calculated with the equivalent homogeneous medium. More details about inversion procedure can be found in the authors' paper devoted to characterization of foams at high temperature by using the Flash method [20].

4.3. Parametric study and discussions

4.3.1. Influence of the reference temperature

The algorithm described in Section 2 and validated herein above was applied to a porous medium composed of a stack of five Kelvin cells between two soleplates as depicted in Fig. 10. Periodic boundary conditions were applied along the x and y directions such that an infinite medium was actually considered along these two directions (cf. Fig. 4).

The conductivity of the solid phase was fixed at $\lambda_s = 50 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (which is close to the thermal conductivity of SiC at 1000 K), the diameter of the cell was $D_{\text{cell}} = 10 \text{ mm}$, the porosity of the foam was $\varepsilon = 80\%$, the investigated range of the reference temperature was between 300 K and 2500 K. The specific heat of the solid was set at $10^6 \text{ J m}^{-3} \text{ K}^{-1}$ and the duration of the heat flux flash was set so that $t_d = t_{\text{max}}/50$ (cf. Eq. (27)). Let us note that taking constant thermal properties of the strut material along the whole temperature range from ambient to 2500 K is nonphysical. However, the goal of this study was not to describe the variation of the total equivalent conductivity of a real foam but to conduct a parametric study aiming at separating the influence of the different parameters (temperature, porosity, cell size, bulk conductivity and emissivity), that involves rightly to keep all parameters constant except the parameter of interest. Such study is easily feasible numerically whereas it is difficult to be carried out experimentally due to sample availability or due to correlations between parameters and reference temperature.

Fig. 11 shows the different numerical thermograms obtained with the MC algorithm and corresponding best fits after the estimation procedure based on the three-layer purely conductive and homogeneous model. A good level of agreement is observed. This figure shows clearly the acceleration of the thermograms when the reference temperature increases because of the increasing role of radiation. It should be noted that the temperature reached at the steady state is the same for all reference temperatures because the deposited energy was the same. Each thermogram was computed using 2000 Monte-Carlo realizations per time interval and 50 time intervals (thus 10^5 total random walks were computed in total).

The right part and left parts of Fig. 11 show an example of random walk in the structure at a low reference temperature (for which heat transfer is almost purely conductive) and at a high reference temperature ($T_{\text{ref}} = 2500 \text{ K}$) (for which radiation plays a significant role), respectively. As previously stated, when the reference temperature increases, the probability of following a radiative path increases. Thus an increasing number of paths (blue lines in insets in Fig. 11) cross the void phase. This travel is quasi instantaneous (due to the high velocity of light), so the mean celerity (*i.e.* the total equivalent thermal diffusivity) of the heat transfer increases. Hence, the increasing role played by the radiative transfer means the steady state is reached more quickly. This means the starting time of the paths can be decreased which causes a strong decrease in computation time as explained in Section 3. With a single CPU Intel Xeon X5650, a gain of a factor of 50 is observed between a pure conduction calculation and a calculation performed with $T_{\text{ref}} = 2500 \text{ K}$. Hence, the MC algorithm is of interest when radiative heat transfer plays an important role, as was already explained in the previous section. An opposite trend is generally observed

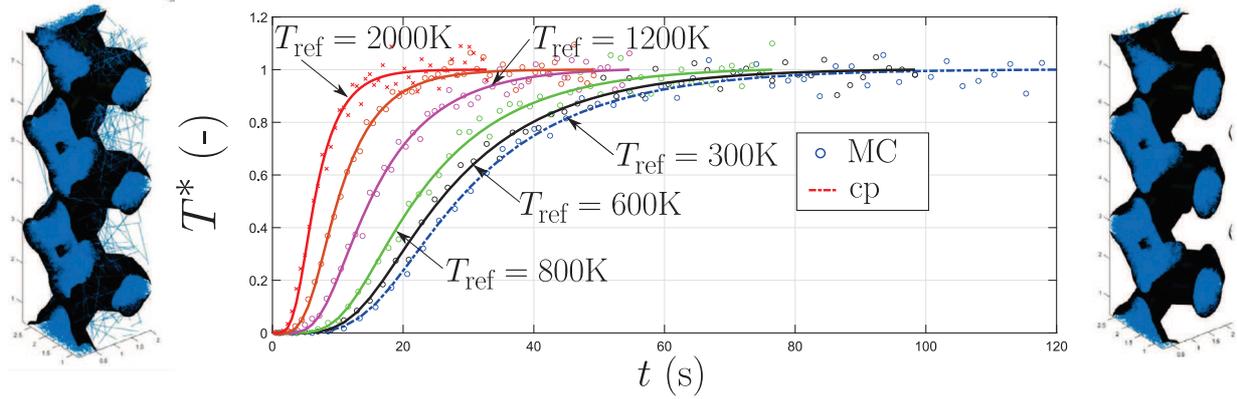


Fig. 11. Numerical thermograms (symbols) and corresponding thermogram fits (plain lines) obtained with the three-layer purely conductive and homogeneous model (cp). Right and left insets: representation of random walk paths (blue lines) inside the structure. Right inset: 300 K temperature, radiation is negligible most of the random walk stays inside the struts. Left inset: 2500 K temperature, the random walk can jump straightly from one strut to another strut.

following deterministic methods for conduction–radiation algorithms which slow down when the radiation contribution increases due to error control.

For each reference temperature value, fitting the computed thermogram makes it possible to obtain a total equivalent diffusivity of the porous medium. In the following subsections, the influence of the foam’s morphological (number of cells, porosity, cell size) and thermophysical (bulk thermal conductivity, emissivity) properties on the equivalent diffusivity are presented. For the sake of brevity, the thermograms will no longer be shown.

4.3.2. Influence of the number of pores in the thickness

The variation of the pore number in the thickness allows us to address the question of the validity of the diffusion approximation to describe the radiative transfer. This assumption is based on the idea that radiative transfer is comparable to a diffusive transfer such as conduction. This means the radiative transfer can be described by the simple definition of a “radiative” conductivity λ_{rad} . In the case of an optically thick participating medium, Rosseland’s law [35] is commonly used:

$$\lambda_{\text{rad}} = \frac{16\sigma T_{\text{ref}}^3}{3\beta_{\text{eff}}} \quad (26)$$

The effect of increasing the number of pores in the thickness is that the equivalent optical thickness of the porous medium also increases and thus, the diffusion approximation according to Rosseland becomes valid.

Five foams were generated which were exactly identical in terms of porosity and pore size. These foams differ simply by the number of patterns present in the thickness such as represented in Fig. 12. The conductivity of the solid was decreased to $1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ to increase the role of the radiative transfer. For these five foams, the total equivalent estimated conductivity was drawn according to the reference temperature. First, when the reference temperature is low, the equivalent total conductivity is identical between the different structures. This is due to the fact that in pure conduction the equivalent conductivity is independent of the number of patterns. A single cell is sufficient to be representative of the transfers. Secondly, with the increase of the radiative transfer, the total equivalent conductivity increases with the number of pores.

The Rosseland’s law given in Eq. (26) predicts that the equivalent “radiative” conductivity, for a given reference temperature, does not vary with the thickness. Thus, if the medium is optically thick, the transfer by radiation only depends on the equivalent extinction coefficient and the reference temperature. We can observe graphically that the equivalent total conductivity for a foam with 3 cells and 4 cells are very close to that of a foam with 5 cells. This suggests, at least

graphically, the validity of the diffusion approximation and a radiative behavior in agreement with the Rosseland prediction for the chosen set of parameters and investigated range of reference temperature. The proposed tool enables the quantification of an equivalent radiative conductivity, an exploration of the validity of the diffusion approximation and a simplification in the modeling. In the following, only foams with at least 4 cells along the thickness are considered.

4.3.3. The influence of the porosity

In this section the influence of the porosity and shape of the solid matrix on the coupled heat transfer is presented. Two kinds of cell geometries were considered: Kelvin cell and honeycomb cell (cubic-shaped cell) as represented in Fig. 13. Cell size is set to 2 mm. A stack of 4 cells along the heat transfer axis was considered. For each structure, the porosity value of both structures varied from 0.2 to 0.8. The evolution of the total equivalent conductivity as a function of the reference temperature is drawn.

For a given porosity, a logical linear increase in the total equivalent conductivity with the third power of the reference temperature is observed (cf. Rosseland relation Eq. (26) or according to other laws dedicated to radiative conductivity [36]). At a low temperature, heat transfer arises from conduction only and a very well-known result is observed [2], *i.e.* the higher the porosity, the smaller the conductivity. Conversely at high temperature, the higher the porosity, the higher the conductivity is because the emptier the structure, the easier radiation can take place and transfer heat. We notice that the conductivity depends little on the porosity at a given temperature near 1200 K ($4\sigma T^3 = 400 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$) in this example, except for the lowest porosities. Moreover, the influence of the shape of the matrix is highlighted. For the same set of parameters, the total effective conductivity of the cubic-shaped cell is greater than the Kelvin cell. This leads to the idea that a cubic shaped foam is more transparent than a Kelvin cell foam, *i.e.* it has a lower effective extinction coefficient. The slope of the curve presented in Fig. 13 means a radiative coefficient equivalent to the porous medium could be extracted following a judicious choice of an equivalent radiative law.

These results seem logical and expected. The proposed procedure involves retrieving the classic results from the literature to explore the influence of parameters like porosity and carry out a better quantification of the major heat transfer mechanism for a given structure. In the case of pure conduction, the estimated conductivity is compared to the one proposed by Pabst et al. [37] for a Kelvin cell with the same morphological parameters. As presented in Fig. 14, a good level of agreement is found which meant the result could be validated with a high level of confidence in the proposed method.

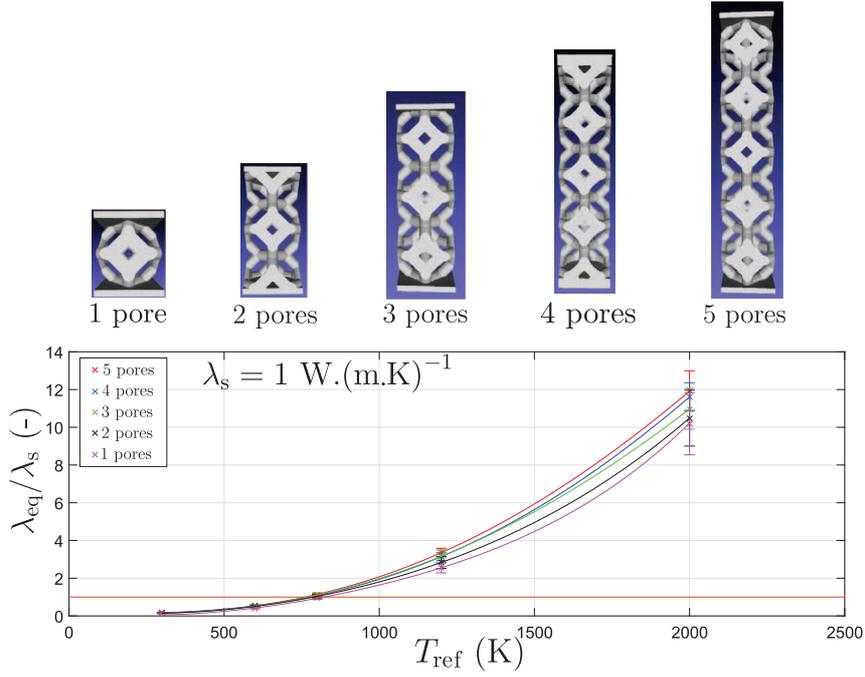


Fig. 12. Influence of the number of pores in the thickness — $\lambda_s = 1 \text{ W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$, $\epsilon = 80\%$, $D_{\text{cell}} = 10 \text{ mm}$.

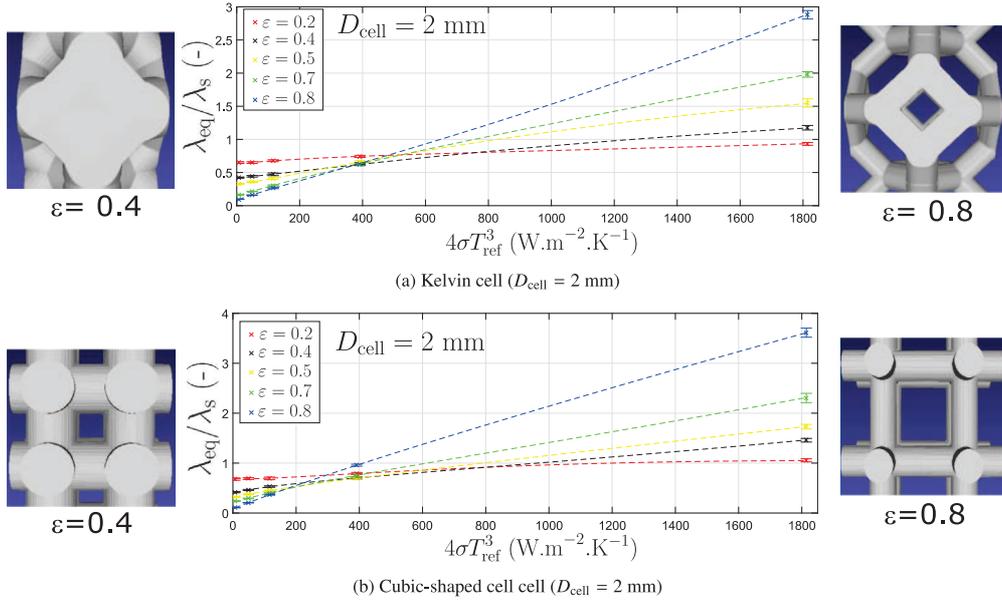


Fig. 13. Influence of the porosity on the total heat transfer — $\lambda_s = 1 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, $D_{\text{cell}} = 2 \text{ mm}$.

4.3.4. The influence of cell size

This section focuses on the influence of cell size. The geometry studied was composed of four Kelvin cells with a fixed porosity equal to 80%. We varied the cell size between 1 mm and 10 mm. The equivalent conductivity as a function of the third power of reference temperature is represented in Fig. 15. In pure conduction (low temperature), the equivalent conductivity does not depend on cell size. The solid matrix is organized in exactly the same way and the amount of material (porosity) is the same which means there is no reason to observe an influence of cell size. This is a well-known result in foam literature [2]. When the temperature increases, radiation transfers increase too and we observe that the larger the cell size, the higher the total equivalent conductivity of the homogeneous medium. As noted in the previous section, this result is logical. The mean free radiative path is indeed

greater for larger cells, which corresponds to a lower extinction coefficient. It should be noted that, in theory, the equivalent optical thickness is the same for all these different structures. However, as the sample thickness increases when the size of the cell increases, this corresponds to a decrease in the extinction coefficient β (the optical thickness being defined by $\tau = \beta e$) and thus an increase in radiative conductivity as predicted, for example, by the Rosseland model.

4.3.5. Influence of the bulk conductivity of struts

In Fig. 16, the results obtained for a stack of 4 Kelvin cells with a porosity equal to 0.8 and bulk conductivity of the struts varying from $0.1 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ to $100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ are described. This study illustrates how conduction and radiation through the porous medium are in a competition to become the major heat transfer mechanism.

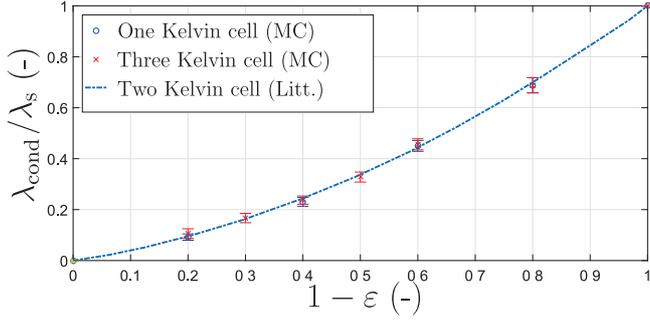


Fig. 14. Equivalent thermal conductivity of Kelvin cell according to porosity: pure conduction.

The ratio λ_{eq}/λ_s is presented in Fig. 16(a). If the temperature is low enough for heat transfer to be due to conduction alone, then the equivalent conductivity is proportional to the bulk conductivity and consequently the ratio λ_{eq}/λ_s is logically independent of the thermal conductivity of the solid. This ratio only depends on structural properties such as porosity and the shape of the solid matrix. When the temperature increases, the ratio is no longer independent on the bulk conductivity because of the increasing role of radiation transfer, which becomes quickly the main transport mode when the thermal conductivity is low.

Fig. 16(b) presents the ratio of the radiative thermal conductivity by the total equivalent conductivity (percentage) as a function of the reference temperature for different conductivities of the bulk is represented. For a low bulk conductivity (e.g. $\lambda_s = 0.1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$), radiation transfer very quickly becomes the main transfer method, even for low reference temperatures. For example, for $T_{ref} = 500 \text{ K}$, radiation accounts for already almost 60% of the total transfer. On the other hand, for $\lambda_s = 100 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, conduction transfer remains predominant over radiation transfer even at high temperatures.

These observations can be understood through the scope of the stochastic method developed in this paper. Indeed, the competition between the two heat transfer modes appears because of the probability of following a radiative path P_{rad} . If the conduction term λ_s/δ_b is very large compared to the radiative term h_{rad} , then the problem is purely conductive and it is weakly sensitive to radiative transfer and thus to temperature. On the other hand, considering an extreme case in which the radiation is very large in comparison to the conduction, the total heat transfer does not depend on the conductivity of the solid.

4.3.6. The influence of emissivity

In this section, the influence of the emissivity of struts on the total equivalent heat transfer is studied. In all previous cases, the emission of radiation was hemispherical (lambertian or isotropic on the hemisphere) and the emissivity was chosen equal to 1. On a structure composed of a stack of five Kelvin cells along the direction of heat transfer, simulations were performed for an emissivity and a reference temperature varying between 0 to 1 and 300 K to 2500 K, respectively. Fig. 17 shows the ratio λ_{eq}/λ_s as a function of the reference temperature. In this work, perfectly diffuse reflection was implemented. Nevertheless, it is possible to take specular reflection or combined specular/diffuse reflection into account using the proposed stochastic approach.

When transfers by radiation are weak, the emissivity logically has no influence on the equivalent total conductivity because conduction is the main mode of transfer. Then, with the increase of the reference temperature (i.e. radiation), an increase of the equivalent conductivity with the emissivity and, logically, with the temperature considered, is observed. For the asymptotic case $\varepsilon = 0$, no radiative transfer can occur. Then, a rapid increase in total equivalent conductivity between $\varepsilon = 0$ and $\varepsilon = 0.25$ is observed and reaches its maximum for $\varepsilon = 1$. In the

case of an optically thick medium, this kind of phenomenon cannot be explained by the influence of the emission of the intern part of the two soleplates alone. An effective optical thickness of the porous medium, which can be seen as the statistical mean free paths traveled within the fluid phase and thus depends only on the morphological properties of the foam, appears here to depend on the emissivity. Evidence on this kind of result was also given by Vignoles [14], Patel et al. [21] or Li and Wang [38]. The latter also showed that the specular/diffuse mode of reflection has a major role on the effective extinction coefficient. This aspect could usefully be explored in more detail in further studies.

5. Conclusion

In this paper, a new tool for modeling and characterizing coupled transfers in complex geometric media such as porous media was proposed. The recent developments of the Monte-Carlo method make it possible to imagine, in the framework of linear thermal transfers, to solve coupled and multiphysics transfers with a single algorithm. This method is very interesting for the characterization of complex media for two reasons. Firstly its capacity to handle the increasing complexity of the solved physics (directional dependency of emission, semi-transparent medium, frequency dependence, anisotropy of the solid phase, etc.) without an increase in computation time. Secondly the calculation performances allowed by using tools from the graphic community (insensitivity of the refinement of the mesh, parallelization, etc.) make it an effective option as well. Moreover, the probe computation aspect, the statistical interpretation of the space of paths and the approach's capacity to simulate the combined heat propagation are very appropriate in the context of study and understanding of coupled mechanisms. For the first time, a numerical reproduction of the flash method in the case of coupled conductive and radiative transfers (opaque surfaces) was performed.

Firstly, the methodology was fully described. This highlighted the proposed formulation's various positive aspects such as its practical implementation and the understanding it provides of the intrinsic thermophysical properties through probabilities. However, the method requires the introduction of arbitrary lengths to generate the walk. Future studies will focus precisely on determining a time/accuracy trade-off for these parameters.

Next the proposed MC algorithm and its use as a numerical measuring instrument were validated by comparison with deterministic solvers such as FlexPde[®], Comsol[®] or a semi-analytical solution provided by the quadrupole method. A validation of the transient solution was provided on a 3D heterogeneous benchmark case. The results showed a very good level of agreement with deterministic solvers and highlighted the interest of using the present method in the case of an increasing influence of the radiative transfer. New transport modes such as advection, conduction in the fluid phase and participating solid phase can be added.

Finally, this code was used to reproduce the usual flash method applied to experimentally determine the diffusivity of foams, as was recently performed by the authors. The thermal response of a foam sample sandwiched between two soleplates and submitted to a heat radiative flux flash was computed. The thermogram obtained numerically were fitted against the thermogram obtained with a direct model involving a homogeneous medium between the same soleplates. A total equivalent diffusivity (conduction+radiation) for the foam was thus obtained. The proposed procedure and its coupling with recently developed tools such as GenMat[®] (foam generator) enabled us to propose a parametric study of how morphological and thermophysical parameters influence the equivalent total conductivity of the foam. Our results showed a good level of agreement with the associated literature. The proposed method can be adapted to new geometries and to new characterization configuration. Further studies could focus on new heterogeneous structures such as X-ray tomographed foams, numerical foams, packed sphere or fibers and new characterization methods

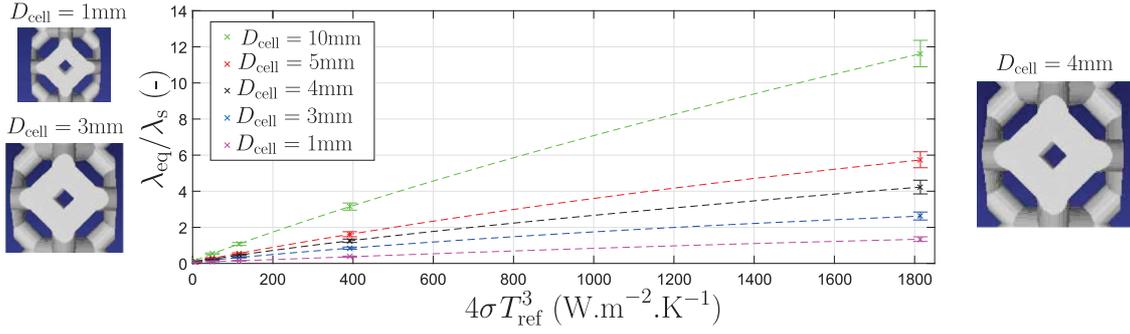


Fig. 15. Influence of cell size on the total heat transfer: Kelvin cell — $\lambda_s = 1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, $\epsilon = 80\%$.

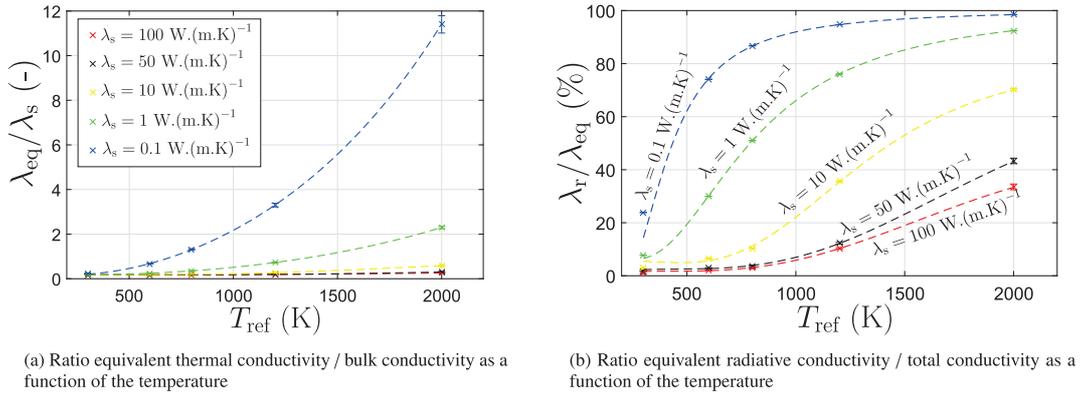


Fig. 16. Influence of the bulk conductivity for a structure composed of 4 Kelvin cells — $\epsilon = 70\%$, $D_{\text{cell}} = 2 \text{ mm}$.

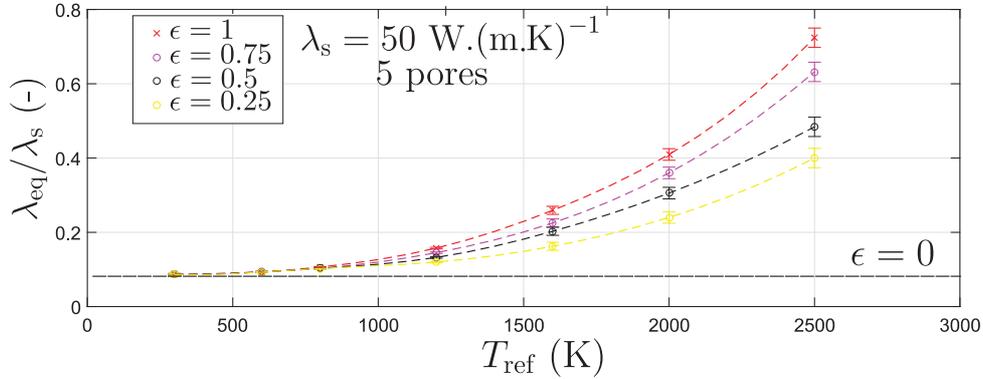


Fig. 17. Influence of the emissivity of struts — $\lambda_s = 50 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, $\epsilon = 70\%$, $D_{\text{cell}} = 2 \text{ mm}$.

such as the hot-guarded plate or the hot-wire method used to study combined heat transfer. Hence, correlations of effective equivalent properties of such media could be provided in parallel of experimental developments.

Declaration of competing interest

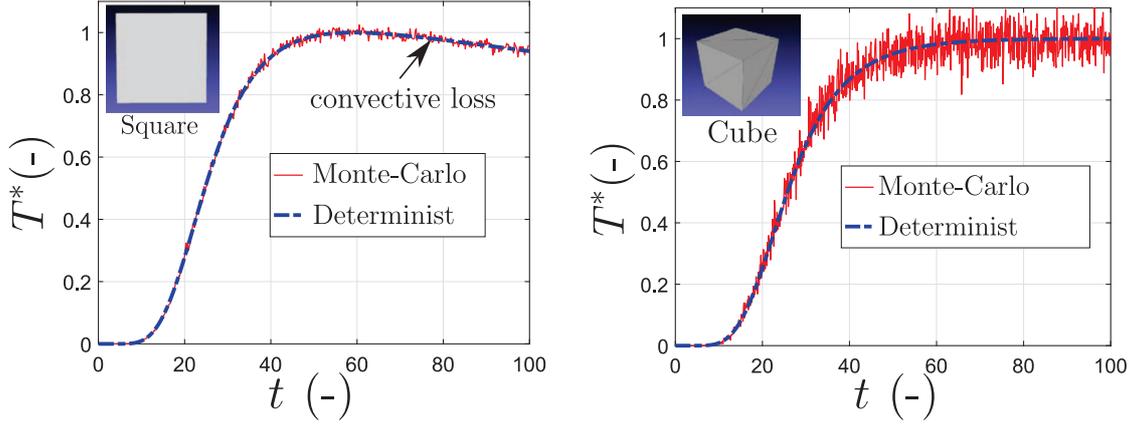
The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

No data was used for the research described in the article.

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge Benoit Rousseau (LTEN - UMR CNRS 6607) for providing and support regarding the use of GenMat. We also wish to acknowledge Cyril Caliot (LMAP - UMR CNRS 5142), Mouna El Hafi (RAPSODEE - UMR CNRS 5302), Richard Fournier and Stephane Blanco (LAPLACE - UMR CNRS 5213) for their motivating advice and the fruitful discussions. We would like to thank the Meso-Star start-up and the EDStar platform for making their libraries *Star-Engine* available to us and for the support provided. High Performance Computing resources were partially provided by the EXPLOR centre hosted by the Université de Lorraine



(a) On a square (2D) with convective loss at the front and rear face. Thermogram computed thanks to 10^5 realizations of the Monte-Carlo algorithm per time

(b) On a cube (3D) without convective loss at the front and rear face (adiabatic). Thermogram computed thanks to 5000 realizations of the Monte-Carlo algorithm per time

Fig. 18. Comparison of the rear face thermograms on a Flash configuration computed with the Monte Carlo method and the finite element method (commercial software).

Appendix

A.1. Purely conductive case: Flash configuration

For this first case, a purely conductive homogeneous solid medium (no radiation) was considered. A transient heat flux was applied on the front face such that:

$$\Phi(t) = Q (H(t > 0) - H(t - t_p > 0)) \quad (27)$$

with t_p the time duration of the excitation and Q the constant heat flux deposited. The parameters were set as $\lambda_s = 1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, $\alpha = 1 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ and $t_p = 10 \text{ s}$. Studied geometries were simply a square and a cube whose sides had a length of 10 cm. Fig. 18 shows thermograms computed with the described MC method and with the finite elements method (commercial software Flexpde®). A dimensionless temperature such as $T^* = (T_{\text{ref}}(t) - T_I) / (T_{\text{max}} - T_I)$ was introduced with T_{max} the maximum temperature of the thermogram.

In Fig. 18(a), on a square 2D geometry, the thermogram was discretized in 1000 time intervals and 10^5 realizations of the MC algorithm were performed for each time value. Convective losses on the front and rear face were considered ($h = 5 \text{ W m}^{-2} \text{ K}$) with a fluid temperature set to the initial temperature T_I . The other boundaries were adiabatic. Thus, the heat transfer was unidirectional. A good level of agreement was observed between the two methods and the well-known shape of the rear face thermogram for the flash configuration was successfully obtained. In Fig. 18(b), on a cube 3D geometry, the thermogram was also discretized in 1000 time intervals but only 5000 realizations of the MC algorithm were performed. Convective losses were removed so the system reached a new temperature equilibrium at steady-state. In that case, a good level of agreement was also found between the two methods. Nevertheless, the solution computed with the Monte-Carlo method appears noisier than in the previous case due to a low number of realizations of the MC algorithm per time.

We would like to simply stress at this point the fact that the uncertainty associated with a MC computation is dependent on the number of realizations performed. The solution computed by the Monte Carlo algorithm and its associated error can be compared to the thermogram obtained by a measuring instrument. For the Monte Carlo algorithm, the associated uncertainty simply depends on the number of paths followed and, therefore, on the calculation time. The solution obtained by Monte Carlo tends towards the solution obtained by the deterministic solver with the increase of the number of realizations. This noise is independent and centered on the solution which means it

can be taken into account during the inversion procedure (like during an experimental measurement) and implies an error in the estimated parameters. It is therefore possible to reduce computation time with the present approach but with reduced precision in the estimated parameters.

A.2. Coupled conductive and radiative transfers: 1D flash configuration, opaque parallel plates separated by void phase

The previous example only dealt with the simple case of pure conduction in a homogeneous medium. The more complex case of coupling between conduction and radiation is considered here. This academic case was studied by Vignoles [14] to validate his coupled conductive and radiative stochastic method and to identify the equivalent thermal diffusivity of foams [39]. The problem is defined by solid plates of thickness L_1 which are homogeneous, parallel and opaque with a given emissivity ϵ . Each plate is separated by a void phase of thickness $L_{\text{tot}} - L_1$ and are assumed infinite in the other two directions. Thus, the considered thermal problem is unidirectional.

This thermal problem has an analytical solution. By writing the balance of the conductive and radiative fluxes (cf. Eq. (9)) at the interface, the equivalent diffusivity between two separated plates can be written as:

$$\alpha_{\text{eff}} = \frac{\alpha_s}{(1 - \Pi)^2} \left(1 + \frac{2 - \epsilon}{Bi} \right)^{-1} \quad (28)$$

with α_{eff} the equivalent diffusivity, $\Pi = 1 - L_1 / L_{\text{tot}}$ the volume fraction and Bi the radiative Biot number defined such as:

$$Bi = \frac{h_{\text{rad}} L_1}{\lambda_s} = \frac{4\epsilon\sigma T_{\text{ref}}^3 L_1}{\lambda_s} \quad (29)$$

The simulation with the MC algorithm was performed on the geometry represented in Fig. 19(a). The simulation of the coupled heat transfer of the equivalent homogeneous medium was based on the quadrupole method [33], which is very convenient for simulation of multi-layer and one dimensional heat transfer. A bi-layer medium was thus modeled. The first layer was defined with a thermal diffusivity α_{eff} , which accounts for the first soleplate and the void phase while the second, defined with α_s , accounts only for the second soleplate. The inverse procedure aims to identify the value α_{eff} of the homogeneous model that allows the best match with the thermogram obtained with the 3D simulation computed with MC.

In Fig. 19(b), the estimated values of the equivalent diffusivity are represented as a function of the radiative Biot number for a given value

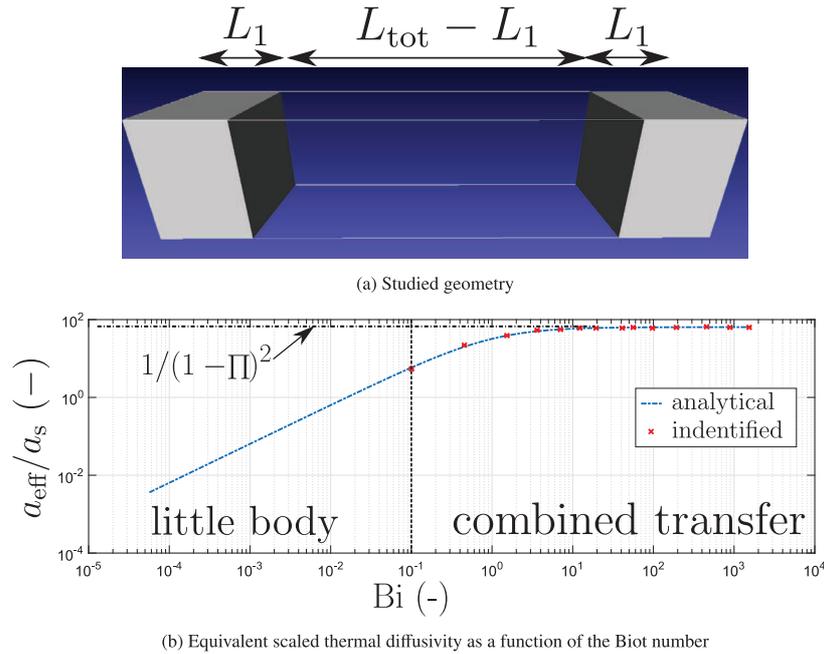


Fig. 19. Comparison of the analytical solution and the solution estimated by inversion of the thermogram generated by MC.

of volume fraction Π . These values and their associated uncertainties are compared with the analytical solution given in Eq. (28). For $Bi > 0.1$, a good level of agreement was found between our estimated equivalent diffusivity and the analytical solution. Given the associated uncertainty, the results are statistically compatible. This means we can have great confidence in the described procedure involving direct modeling with combined MC algorithm and inversion based on the use of a homogeneous equivalent model.

Computation with the MC algorithm becomes difficult in the case of a low radiative Biot number (little body assumption $Bi < 0.1$) which constitutes a limit of the present MC algorithm. For low value of h_{rad} , the probability of a path located at the boundary to jump through the void phase is very low and therefore many attempts are required to allow a given path to reach the front face, location of thermal excitation. This means the computation time needed to build a usable thermogram is increased too much. Convergence issues are highlighted even in this simple 1D case. Solutions exist like the introduction of arbitrary probabilities but have not been considered in the case of the described MC algorithm and could be the subject of further studies.

References

- [1] A. Sommers, Q. Wang, X. Han, C. T'Joën, Y. Park, A. Jacobi, Ceramics and ceramic matrix composites for heat exchangers in advanced thermal systems—A review, *Appl. Therm. Eng.* 30 (11–12) (2010) 1277–1291.
- [2] P. Ranut, On the effective thermal conductivity of aluminum metal foams: Review and improvement of the available empirical and analytical models, *Appl. Therm. Eng.* 101 (2016) 496–524.
- [3] R. Landauer, The electrical resistance of binary metallic mixtures, *J. Appl. Phys.* 23 (7) (1952) 779–784, <http://dx.doi.org/10.1063/1.1702301>, ISSN 0021-8979, 1089-7550.
- [4] R. Coquard, D. Baillis, E. Maire, Numerical investigation of the radiative properties of polymeric foams from tomographic images, *J. Thermophys. Heat Transfer* 24 (3) (2010) 647–658.
- [5] R. Wulf, M.A.A. Mendes, V. Skibina, A. Al-Zoubi, D. Trimis, S. Ray, U. Gross, Experimental and numerical determination of effective thermal conductivity of open cell FeCrAl-alloy metal foams, *Int. J. Therm. Sci.* 86 (2014) 95–103.
- [6] C.Y. Zhao, T.J. Lu, H.P. Hodson, J.D. Jackson, The temperature dependence of effective thermal conductivity of open-celled steel alloy foams, *Mater. Sci. Eng. A* (ISSN: 09215093) 367 (1–2) (2004) 123–131, <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.241>.
- [7] T. Fend, B. Hoffschmidt, R. Pitz-Paal, O. Reutter, P. Rietbrock, Porous materials as open volumetric solar receivers: Experimental determination of thermophysical and heat transfer properties, *Energy* (ISSN: 03605442) 29 (5–6) (2004) 823–833, [http://dx.doi.org/10.1016/S0360-5442\(03\)00188-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0360-5442(03)00188-9).
- [8] R. Coquard, D. Rochais, D. Baillis, Experimental investigations of the coupled conductive and radiative heat transfer in metallic/ceramic foams, *Int. J. Heat Mass Transfer* (ISSN: 00179310) 52 (21–22) (2009) 4907–4918, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2009.05.015>.
- [9] M. Tancrez, J. Taine, Direct identification of absorption and scattering coefficients and phase function of a porous medium by a Monte Carlo technique, *Int. J. Heat Mass Transfer* (ISSN: 00179310) 47 (2) (2004) 373–383, [http://dx.doi.org/10.1016/S0017-9310\(03\)00146-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0017-9310(03)00146-7).
- [10] S. Guévelou, B. Rousseau, G. Domingues, J. Vicente, C. Caliot, Representative elementary volumes required to characterize the normal spectral emittance of silicon carbide foams used as volumetric solar absorbers, *Int. J. Heat Mass Transfer* (ISSN: 00179310) 93 (2016) 118–129, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.09.069>.
- [11] M. Loretz, R. Coquard, D. Baillis, E. Maire, Metallic foams: Radiative properties/comparison between different models, *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer* 109 (1) (2008) 16–27.
- [12] T.J. Hendricks, J.R. Howell, Absorption/scattering coefficients and scattering phase functions in reticulated porous ceramics, *J. Heat Transfer* 118 (1) (1996) 79–87.
- [13] D. Baillis, M. Arduini-Schuster, J.-F. Sacadura, Identification of spectral radiative properties of polyurethane foam from hemispherical and bi-directional transmittance and reflectance measurements, in: *ICHMT Digital Library Online*, Begel House Inc., 2001.
- [14] G.L. Vignoles, A hybrid random walk method for the simulation of coupled conduction and linearized radiation transfer at local scale in porous media with opaque solid phases, *Int. J. Heat Mass Transfer* 93 (2016) 707–719.
- [15] M.A.A. Mendes, P. Talukdar, S. Ray, D. Trimis, Detailed and simplified models for evaluation of effective thermal conductivity of open-cell porous foams at high temperatures in presence of thermal radiation, *Int. J. Heat Mass Transfer* 68 (2014) 612–624.
- [16] R. Coquard, D. Baillis, Modeling of heat transfer in low-density EPS foams, *J. Heat Transfer* 128 (6) (2006) 538–549.
- [17] M.A.A. Mendes, V. Skibina, P. Talukdar, R. Wulf, U. Gross, D. Trimis, S. Ray, Experimental validation of simplified conduction–radiation models for evaluation of effective thermal conductivity of open-cell metal foams at high temperatures, *Int. J. Heat Mass Transfer* 78 (2014) 112–120.
- [18] R. Coquard, D. Baillis, D. Quenard, Experimental and theoretical study of the hot-wire method applied to low-density thermal insulators, *Int. J. Heat Mass Transfer* 49 (23–24) (2006) 4511–4524.
- [19] M. Niezgodá, D. Rochais, F. Enguehard, P. Echegut, B. Rousseau, Modeling of time-resolved coupled radiative and conductive heat transfer in multilayer semitransparent materials up to very high temperatures, *Appl. Phys. Lett.* 99 (22) (2011) 224101.

- [20] M. Sans, V. Schick, O. Farges, G. Parent, Experimental characterization of the coupled conductive and radiative heat transfer in ceramic foams at high temperature, *Int. J. Heat Mass Transfer* (2020) 119077.
- [21] V.M. Patel, M.A.A. Mendes, P. Talukdar, S. Ray, Development of correlations for effective thermal conductivity of a tetrakaidecahedra structure in presence of combined conduction and radiation heat transfer, *Int. J. Heat Mass Transfer* 127 (2018) 843–856.
- [22] M. Badri, P. Jolivet, B. Rousseau, S. Le Corre, H. Dignonnet, Y. Favennec, Vectorial finite elements for solving the radiative transfer equation, *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer* 212 (2018) 59–74.
- [23] R. Fournier, S. Blanco, V. Eymet, M. El Hafi, C. Spiesser, Radiative, conductive and convective heat-transfers in a single Monte Carlo algorithm, in: *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 676, IOP Publishing, 2016, 012007.
- [24] N. Villefranque, R. Fournier, F. Couvreur, S. Blanco, C. Cornet, V. Eymet, V. Forest, J.-M. Tregan, A path-tracing Monte Carlo library for 3-D radiative transfer in highly resolved cloudy atmospheres, *J. Adv. Modelling Earth Syst.* 11 (8) (2019) 2449–2473.
- [25] C. Caliot, S. Blanco, C. Coustet, M. El-Hafi, V. Eymet, V. Forest, R. Fournier, B. Piaud, Combined conductive-radiative heat transfer analysis in complex geometry using the Monte Carlo method, in: *CTRPM-VI - 6th Computational Thermal Radiation in Participating Media VI*, EURO THERM 110, Cascais, Portugal, 2018, URL <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02096305>.
- [26] L. Ibarrart, C. Caliot, M. El Hafi, R. Fournier, S. Blanco, S. Dutour, J. Dauchet, J.-M. Tregan, V. Eymet, V. Forest, Combined conductive-convective-radiative heat transfer in complex geometry using the Monte Carlo method : Application to solar receivers, in: *International Heat Transfer Conference*, Vol. 16, Begellhouse, Beijing, China, 2018, pp. 8135–8142, <http://dx.doi.org/10.1615/IHTC16.pma.023662>.
- [27] L. Penazzi, S. Blanco, C. Caliot, C. Coustet, M. El Hafi, R. Fournier, M. Galtier, L. Ibarrart, M. Roger, Toward the use of symbolic Monte Carlo for conduction-radiation coupling in complex geometries, in: *Proceedings of the 9th International Symposium on Radiative Transfer, RAD-19*, Begel House Inc., 2019.
- [28] J.-M. Tregan, S. Blanco, C. Caliot, J. Dauchet, M. El Hafi, V. Eymet, R. Fournier, O. Farges, J. Gautrais, M. Roger, Transient conducto-radiative heat transfer in a single Monte-Carlo algorithm: Handling the nonlinearity, in: *Proceedings of the 9th International Symposium on Radiative Transfer, RAD-19*, Begel House Inc., 2019.
- [29] R.P. Feynman, A.R. Hibbs, D.F. Styer, *Quantum Mechanics and Path Integrals*, Courier Corporation, 2010.
- [30] M. Kac, On distributions of certain Wiener functionals, *Trans. Amer. Math. Soc.* 65 (1) (1949) 1–13.
- [31] A. Haji-Sheikh, E.M. Sparrow, The floating random walk and its application to Monte Carlo solutions of heat equations, *SIAM J. Appl. Math.* 14 (2) (1966) 370–389, <http://dx.doi.org/10.1137/0114031>, ISSN 0036-1399, 1095-712X. URL <http://epubs.siam.org/doi/10.1137/0114031>.
- [32] H.J. M., H.D. C., *Monte Carlo Methods*, Chapman and Hall, 1969.
- [33] D. Maillet, *Thermal Quadrupoles: Solving the Heat Equation Through Integral Transforms*, John Wiley & Sons Inc, 2000.
- [34] J.J. Moré, *The Levenberg-Marquardt algorithm: implementation and theory*, in: *Numerical Analysis*, Springer, 1978, pp. 105–116.
- [35] R. Coquard, D. Rochais, D. Baillis, Conductive and radiative heat transfer in ceramic and metal foams at fire temperatures, *Fire Technol.* 48 (3) (2012) 699–732.
- [36] H. Poltz, R. Jügel, The thermal conductivity of liquids—IV: Temperature dependence of thermal conductivity, *Int. J. Heat Mass Transfer* 10 (8) (1967) 1075–1088.
- [37] W. Pabst, E. Uhlířová, A. Wiegmann, Young's modulus and thermal conductivity of closed-cell, open-cell and inverse ceramic foams—model-based predictions, cross-property predictions and numerical calculations, *J. Eur. Ceram. Soc.* 38 (6) (2018) 2570–2578.
- [38] J.E. Li, B. Wang, Equivalent thermal conductivity of open-cell ceramic foams at high temperatures, *Int. J. Thermophys.* 35 (1) (2014) 105–122.
- [39] G.L. Vignoles, A. Ortona, Numerical study of effective heat conductivities of foams by coupled conduction and radiation, *Int. J. Therm. Sci.* 109 (2016) 270–278.

RÉSUMÉ : Caractérisations thermiques des matériaux semi-transparents à hautes températures

La connaissance des propriétés thermophysiques des matériaux est primordiale pour modéliser et simuler les transferts thermiques dans les procédés industriels à hautes températures (cimenterie, métallurgie, verrerie...) en vue d'en améliorer leur efficacité. Les besoins en caractérisations thermiques des matériaux dans des conditions extrêmes sont importants et nécessitent le développement de méthodes de métrologie précises, fiables reposant sur des outils numériques et analytiques de résolution des équations de transport de la chaleur. Le principe général de ces outils consiste à appliquer une perturbation thermique à un système et à analyser la réponse thermique pour en déduire ses paramètres thermiques par méthode inverse. Pour cela, des modèles de transferts thermiques couplés (conduction, rayonnement voire convection) sont développés et ajustés grâce à la variation temporelle (ou le profil spatial) de la réponse thermique. Plusieurs dispositifs ont été développés pour mesurer des conductivités, diffusivités et capacités thermiques de matériaux anisotropes, minces, liquides, semi-transparents ou hétérogènes à hautes températures (jusqu'à 1500°C). Les activités présentées sont réalisées avec un lien très fort avec le monde socio-économique particulièrement en réponse aux besoins d'industries reconnues.

Mots-clés : Caractérisation thermique - Hautes températures - Identification de systèmes - Matériaux semi-transparents - Modèles convolutifs - Mousses céramiques - Verre - Méthode de Monte Carlo - Méthode flash - Propriétés thermophysiques.

ABSTRACT : characterization of semi-transparent materials at high temperatures

Knowledge of the thermophysical properties of materials is essential for modeling and simulating heat transfer in high-temperature industrial processes (cement works, metallurgy, glassmaking, etc.), in order to improve their efficiency. The need for thermal characterization of materials under extreme conditions is considerable, and requires the development of accurate, reliable metrology methods based on numerical and analytical tools for solving heat transport equations. The general principle of these tools is to apply a thermal perturbation to a system and analyze the thermal response to deduce its thermal parameters using the inverse method. To do so, coupled heat transfer models (conduction, radiation or even convection) are developed and adjusted according to the temporal variation (or spatial profile) of the thermal response. Several devices have been developed to measure thermal conductivities, diffusivities and capacities of anisotropic, thin, liquid, semi-transparent or heterogeneous materials at high temperatures (up to 1500°C). The activities presented are carried out in close collaboration with the socio-economic world, particularly in response to the needs of recognized industries.

Keywords: Thermal characterization - High temperatures - Systems identification - Semi-transparent materials - Convolutional models - Ceramic foams - Glass - Monte Carlo method - Flash method - Thermophysical properties.